

УДК 669.295:621.795

ВПЛИВ РОЗПЛАВІВ СВИНЦЮ ТА ЕВТЕКТИКИ СВИНЕЦЬ–ВІСМУТ НА ВТОМНУ ДОВГОВІЧНІСТЬ СТАЛЕЙ МАРТЕНСИТНОГО ТА АУСТЕНІТНОГО КЛАСІВ

О. І. ЯСЬКІВ, В. М. ФЕДІРКО, І. С. КУХАР

Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів

Вивчено вплив розплавів свинцю та евтектики свинець–вісмут на втомні властивості сталей мартенситного 20X13 і аустенітного 12X18H10T класів у температурному інтервалі 200...450°C. Встановлено, що рідкометалеве середовище сприяє суттєвому зниженню втомної довговічності сталей, причому розплав евтектики діє негативно. Втомні властивості сталі 12X18H10T слабше змінюються під впливом розплавів свинцю та евтектики свинець–вісмут.

Ключові слова: *мартенситна та аустенітна сталі, розплави свинцю та евтектики свинець–вісмут, втомна довговічність, рідкометалеве окрихчення.*

Реалізація проектів ядерних енергетичних установок (ЯЕУ) нового покоління вимагає вирішення низки матеріалознавчих проблем щодо розроблення реакторних матеріалів [1–4]. Як основні конструкційні матеріали в ЯЕУ передбачають використовувати сталі аустенітного і феритно-мартенситного класів. Незважаючи на відому схильність сталей аустенітного класу (на основі системи Fe–Cr–Ni) до розвитку вакансійної пористості під час високотемпературного нейтронного опромінення, корпус реактора на швидких нейтронах типу БРЕСТ та деякі внутрішньокорпусні деталі пропонують виготовляти з хромонікелевої сталі, яка не потребує додаткової термічної обробки після зварювання [5]. Сталі феритно-мартенситного класу (на основі системи Fe–Cr) внаслідок високих термофізичних і механічних характеристик, сумісності з основними охолоджувальними середовищами, а також нижчої чутливості до розбухання порівняно зі сталями аустенітного класу, залишаються перспективними матеріалами для першої стінки і бланкету реакторів синтезу, а також твелів, парогенераторів та конструктивних елементів насосів теплоносія реакторів на швидких нейтронах [6, 7].

Розплави важких металів (Pb, Bi та їх евтектична суміш Pb–Bi) завдяки своїм ядерним і теплофізичним властивостям є кандидатними охолоджувальними середовищами для реакторів на швидких нейтронах (типу БРЕСТ, СВБР, МБИР), а також підкритичних гібридних систем, що керуються прискорювачем [8–10]. Проблему корозійної агресивності таких середовищ до сталей вирішують шляхом використання свинцевого теплоносія з контрольованим вмістом кисню, що сприяє утворенню на поверхні сталей захисних оксидних плівок [11]. Іншою загрозою, що виникає під час експлуатації ядерних установок, є рідкометалеве окрихчення (РМО), яке проявляється у погіршенні механічних властивостей конструкційних матеріалів під час їх взаємодії з розплавами важких металів. На відміну від корозійних досліджень вивчення впливу рідкометалевих середовищ на деградацію механічних властивостей сталей має несистематичний характер. Це ускладнює встановлення механізмів виникнення та поширення тріщин, характеру

Контактна особа: О. І. ЯСЬКІВ, e-mail: oleh.yaskiv@ipm.lviv.ua

руйнування залежно від середовищ і температури експлуатації, не дає змоги достовірно передбачати різноманітні прояви взаємодії між рідким і твердим металами, а відтак, прогнозувати поведінку конструкційних матеріалів. Тому вивчення наукових аспектів впливу свинцевих розплавів (Pb, Pb–Bi) на механічні властивості сталей феритно-мартенситного та аустенітного класів залишається актуальним для перспективного розвитку ядерних технологій в Україні та світі.

Мета роботи – встановити закономірності впливу розплавів свинцю та евтектики свинець–вісмут на втомні властивості сталей мартенситного та аустенітного класів.

Методика. Досліджували зразки сталей мартенситного 20X13 та аустенітного 12X18H10T класів з робочим перерізом 3 mm, вирізані з листового матеріалу завтовшки 1 mm. Безпосередньо перед обробкою зразки промивали в бензині, ацетоні, спирті, а потім висушували. Технологічний припуск, який після штампування становить 1 mm на сторону, видаляли шліфуванням. Робочу частину зразків доводили до необхідних розмірів і якості поверхні в твердосплавних шаблонах шліфувальним папером з нульовим розміром абразивного зерна. Перед випробуваннями зразки відпалювали у вакуумі за температури 1050°C впродовж 30 min.

Розподіл елементів та фрактографію зламів досліджували на сканувальному електронному мікроскопі (Carl Zeiss AG – EVO-40 Series) з детектором для мікроспектрального аналізу (EDX).

Втомні властивості матеріалів вивчали, визначаючи малоциклову втому, тобто закономірності руйнування за циклічного деформування матеріалу в пружно-пластичній області [12]. Досліджували за циклічного чистого згину на машині УМДУ-01. Щоб визначити механічні властивості у металевих розплавах, використовували спецобладнання для роботи з рідкими металами (барокамеру, устаткування для плавлення і заливання рідкометалевих середовищ). Результати випробувань на малоцикловий чистий згин подавали в координатах амплітуда деформації ϵ_a – кількість циклів до руйнування N . Сталі випробовували на втомну довговічність за $\epsilon_a = 0,3; 0,5; 0,8$ та 1% у розрідженому вакуумі (до 10^{-5} mmHg) за кімнатної (20°C), а також підвищених до 200; 300; 350 і 450°C температур. Під час випробувань у розплавах металів об'єм камери заповнювали спектрально-чистим аргоном, концентрація кисню в якому не перевищувала $5 \cdot 10^{-3}$ mmHg. Перед випробами зразки лудили свинцем та евтектикою для кращого змочування металів.

Результати досліджень. Сталь 20X13. За кімнатної температури та амплітуди деформації $\epsilon_a = 0,3\%$ зразок у межах діапазону малоциклової втоми не зруйнувався (кількість циклів до руйнування перевищила 130 000 cycles). Підвищення амплітуди деформації ($\epsilon_a = 0,5\%$) призводить до зниження середньої кількості циклів до руйнування майже на порядок (13050 cycles). Подальше збільшення ϵ_a зумовлює зниження втомної довговічності матеріалу майже у п'ять разів при 0,8% (2886 cycles) та майже у дев'ять разів при 1,0% (1588 cycles).

Фрактографічний аналіз поверхонь руйнування за кімнатної температури свідчить про крихко-в'язкий характер руйнування сталі (рис. 1a–c). Спостерігають поєднання волокнистої структури зламу та крихких фасеток сколювання (рис. 1b). Виникають вторинні тріщини вздовж меж кристалітів (рис. 1c) та перпендикулярно магістральній тріщині (рис. 1a). Крок втомних борозенок зі збільшенням амплітуди деформації зростає.

Підвищення температури вакууму до 350°C призводить до зростання опору втомі матеріалу. Так, за $\epsilon_a = 0,5\%$ зразок не зруйнувався в межах малоциклової області (до 100 000 cycles), тобто порівняно з кімнатною температурою за анало-

гічної амплітуди кількість циклів до руйнування зростає на порядок. За $\epsilon_a = 0,8\%$ зразок витримав 32436 cycles, що також майже на порядок вище, ніж за кімнатної температури. За найбільшої амплітуди деформації $\epsilon_a = 1,0\%$ зростання кількості циклів до руйнування порівняно з кімнатною температурою менш істотне (у три рази до 5920 cycles).

Фрактографічний аналіз поверхонь показує, що за підвищеної температури частка в'язкої складової у структурі зламу зростає: проявляється річковий візерунок, а фасеток крихкого сколювання не спостерігають (рис. 1*d, e*).

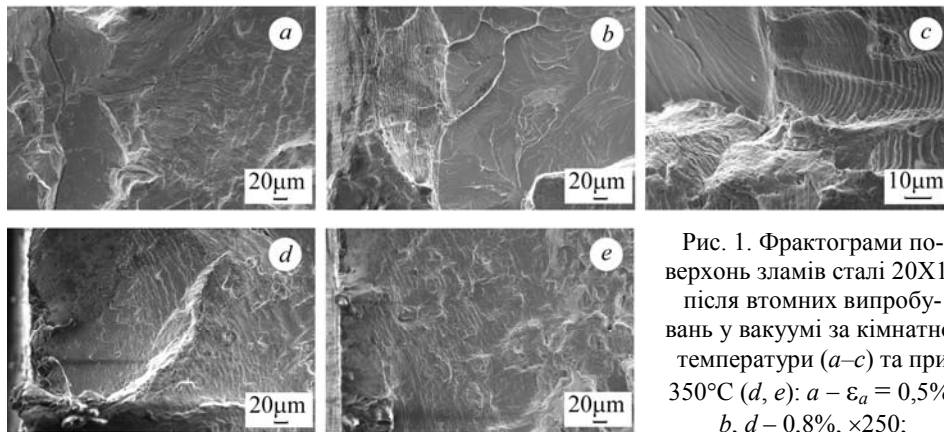


Рис. 1. Фрактограми поверхонь зламів сталі 20X13 після втомних випробувань у вакуумі за кімнатної температури (*a-c*) та при 350°C (*d, e*): *a* – $\epsilon_a = 0,5\%$; *b, d* – 0,8%, $\times 250$; *c, e* – 1,0%, $\times 1000$.

Fig. 1. SEM images of Fe-13Cr steel after fracture in vacuum at room temperature (*a-c*) and at 350°C (*d, e*): *a* – $\epsilon_a = 0.5\%$; *b, d* – 0.8%, $\times 250$; *c, e* – 1.0%, $\times 1000$.

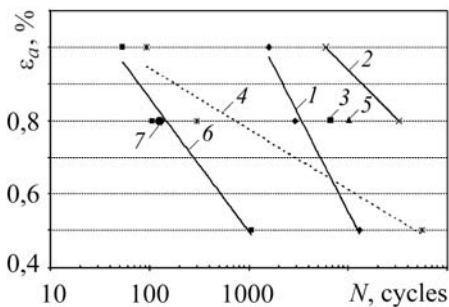


Рис. 2. Кількість циклів до руйнування сталі 20X13 у вакуумі (*1-3*), свинці (*4, 5*), евтектиці Pb-Bi (*6, 7*) залежно від амплітуди деформації: *1* – за кімнатної температури; *2, 4, 6* – 350°C; *3, 5, 7* – 450°C.

Fig. 2. Number of cycles to failure of Fe-13Cr steel in vacuum (*1-3*), Pb (*4, 5*), Pb-Bi (*6, 7*) versus strain amplitude: *1* – room temperature; *2, 4, 6* – 350°C; *3, 5, 7* – 450°C.

У розплаві свинцю досліджували за температур 350 і 450°C та $\epsilon_a = 0,5$; 0,8 та 1,0%. Як бачимо з рис. 2, за середніх та високих амплітуд деформації при 350°C свинцевий розплав негативно впливає на втомну довговічність сталі порівняно з випробуваннями у вакуумі. Так, за $\epsilon_a = 0,5\%$ зразок руйнується після 55300 cycles, тобто в області малоциклової втоми, тоді як за аналогічної температури у вакуумі зразок не зруйнувався. За вищих амплітуд деформації (0,8 і 1,0%) негативна дія свинцю істотно посилюється: втомна довговічність знижується більше ніж на два порядки (300 проти 32436 cycles) за 0,8% та майже у 50 разів (90 проти 5920 cycles) за 1,0%. Підвищення температури розплаву до 450°C призводить до зміни характеру

впливу середовища на втомну довговічність матеріалу. Зокрема, за $\epsilon_a = 0,8\%$ зразок руйнується після 9500 cycles, тобто зростає опірність втомі порівняно як зі свинцевим розплавом за нижчої температури 350°C (300 cycles), так і з вакуумом за такої ж температури (6554 cycles) (рис. 2). Підвищення опору втомним навантаженням з ростом температури у свинцевому розплаві можна пов'язувати зі

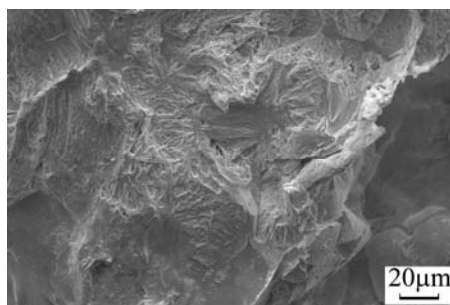
зниженням прояву РМО, максимум якого спостерігають саме біля температури 350°C [13].

У розплаві евтектики Pb–Bi досліджували за температур 200; 350 і 450°C та амплітуд деформації 0,5; 0,8 і 1,0%. Наведена (рис. 2, крива 4) залежність довговічності від деформації в евтектиці за температури 350°C. З неї випливає, що розплав евтектики негативніше впливає на втомні властивості сталі 20X13, ніж свинець. Зокрема, при 350°C за $\epsilon_a = 0,5\%$ зразки у евтектиці руйнуються за майже у 50 разів меншої кількості циклів, ніж у свинці. За більших амплітуд деформацій (0,8 і 1,0%) ця різниця зменшується, проте є суттєвою: зразки руйнуються за майже вдвічі меншої кількості циклів, ніж у свинці та на два порядки меншої кількості циклів, ніж у вакуумі. Зазначимо, що за вищої температури розплаву евтектики (450°C) втомні властивості матеріалу не відновлюються на відміну від свинцевого розплаву. Спостерігали лише несуттєве зростання кількості циклів до руйнування порівняно з температурою розплаву 350°C за $\epsilon_a = 0,8\%$ (134 проти 100 cycles), але це у 50–80 разів менше, ніж у вакуумі чи свинці. За нижчої температури розплаву евтектики (200°C) зростає втомна довговічність у 1,5 рази порівняно з температурою 350°C у розплаві. Тобто, температурний діапазон окрихчувальної дії розплаву евтектики Pb–Bi становить 350...450°C, є ширший, ніж для свинцю, а масштаб прояву вищий.

Наведена (рис. 3) фрактограма поверхні зламу зразка після випробувань в евтектиці за $\epsilon_a = 0,5\%$ та температури 350°C, на якій можна бачити фасетки сколювання, що практично повторюють зерномежову структуру матеріалу і свідчать про крихкий механізм руйнування у цих умовах.

Рис. 3. Фрактограма поверхні зламу сталі 20X13 після втомних випробувань у евтектиці Pb–Bi за температури 350°C та амплітуди деформації 0,5%. $\times 500$.

Fig. 3. SEM images of Fe–13Cr steel after fracture in Pb–Bi at 350°C and strain amplitude 0.5%. $\times 500$.



Сталь 12X18H10T. Випробовували за кімнатної температури та амплітуд деформацій 0,8 і 1,0%. Середня кількість циклів до руйнування за $\epsilon_a = 0,8\%$ – 49000 cycles. З підвищенням ϵ_a до 1% кількість циклів до руйнування знижується майже у чотири рази – до 12564 cycles (рис. 4, крива 1).

Рис. 4. Кількість циклів до руйнування сталі 12X18H10T залежно від амплітуди деформації: за кімнатної температури у вакуумі (1); за температури 350°C у вакуумі (2) та свинці (3).

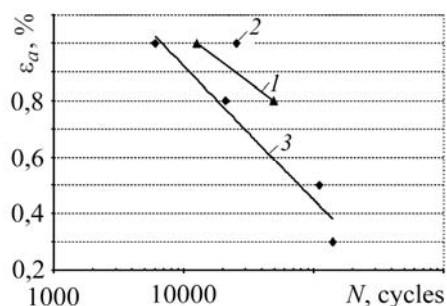


Fig. 4. Number of cycles to failure of Fe–18Cr–10Ni steel versus strain amplitude: room temperature (1); at temperature 350°C in vacuum (2) and in lead (3).

Підвищення температури вакууму призводить до зростання кількості циклів до руйнування порівняно з кімнатною температурою: за $\epsilon_a = 0,8\%$ при 350°C до 58780 cycles, і за 450°C до 71490 cycles. За $\epsilon_a = 1,0\%$ при 350°C кількість циклів до руйнування зростає майже удвічі порівняно з кімнатною температурою: 25252 проти 12564 cycles.

Фрактограми поверхонь руйнування сталі після втомного руйнування у вакуумі за $\epsilon_a = 0,8$ і $1,0\%$ за кімнатної температури, а також 350 і 450°C наведені на рис. 5. З них слідує, що руйнування за усіх температур має в'язкий характер: на фрактограмах помітні характерні втомні борозенки. За підвищеної температури виразніше проявляється тонка волокниста структура поверхні зламу, причому напрямок волокон переважно збігається з напрямком магістрального розвитку тріщини (рис. 5a). Руйнування зразків має транскристалічний характер (рис. 5a). З підвищенням температури зростає кількість деформаційних гребенів, що свідчить про пластифікацію матеріалу. Додатково до магістральної тріщини розвиваються вторинні тріщини (субтріщини) (рис. 5a, b). Розвиток однієї з них вздовж деформаційного гребеня і перпендикулярно до магістральної тріщини добре видно на рис. 5b.

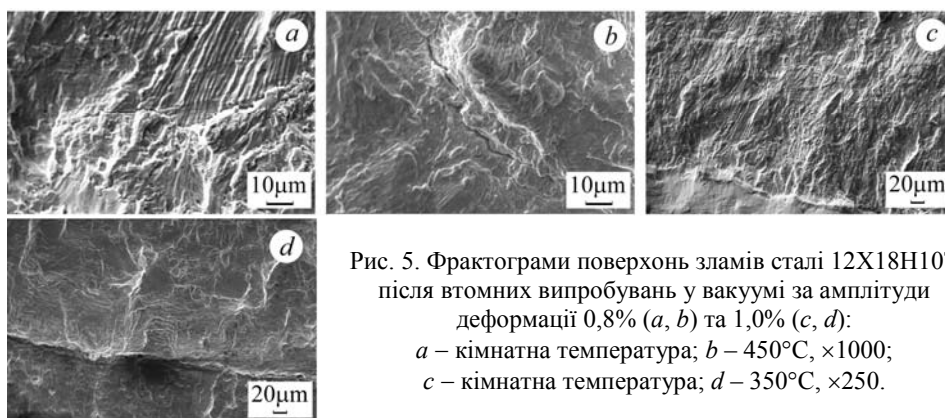


Рис. 5. Фрактограми поверхонь зламів сталі 12X18Н10Т після втомних випробувань у вакуумі за амплітуди деформації $0,8\%$ (a, b) та $1,0\%$ (c, d): a – кімнатна температура; b – 450°C , $\times 1000$; c – кімнатна температура; d – 350°C , $\times 250$.

Fig. 5. SEM images of Fe–18Cr–10Ni steel after fracture in vacuum at strain amplitude 0.8% (a, b) and 1.0% (c, d): a – room temperature; b – 450°C , $\times 1000$; c – room temperature; d – 350°C , $\times 250$.

За амплітуди деформації $1,0\%$ з ростом температури істотніше збільшуються в'язкі деформаційні гребені (рис. 5c, d). В основному поверхні зламів складаються з великих, відносно плоских ділянок зі значною кількістю переривчастих викривлених смуг, які свідчать про суттєві пластичні деформації та в'язкий характер руйнування. З просуванням тріщини густина цих смуг збільшується (рис. 5d). Руйнування зберігає переважно транскристалічний характер, хоча помітні мікротріщини і вздовж меж зерен (рис. 5c), які можуть свідчити про присутність міжкристалічної складової руйнування.

У розплаві свинцю експеримент проводили за температури 350°C та амплітуд деформації $0,3$; $0,5$; $0,8$ і $1,0\%$. Як видно з рис. 4, свинцевий розплав негативно впливає на втомну довговічність сталі. За малих амплітуд деформації ($0,3$ і $0,5\%$) кількість циклів без руйнування зразків у розплаві свинцю перевищила діапазон малоциклової втоми. Це свідчить, що за невеликих знакозмінних навантажень сталь 12X18Н10Т виявляє високу витривалість до циклічних деформацій у розплаві свинцю. За вищої амплітуди деформації $\epsilon_a = 0,8\%$ втомна довговічність знижується майже у три рази (20974 проти 58780 cycles), а за найбільшій ($\epsilon_a = 1,0\%$) кількість циклів до руйнування знижується майже у чотири рази порівняно з випробуваннями у вакуумі (6700 проти 25250 cycles).

Фрактографічний аналіз поверхонь зламів зразків після випробувань у свинці підтверджує зміну характеру руйнування. У свинцевому розплаві кількість деформаційних гребенів зменшується, а крихких фасеток сколювання – зростає (рис. 6). Середній крок втомних борозенок порівняно з вакуумом зростає. Трансзеренний характер руйнування зберігається. Все це може бути проявом комбінованого в'язко-крихкого механізму втомного руйнування сталі 12X18H10T у свинцевому розплаві.

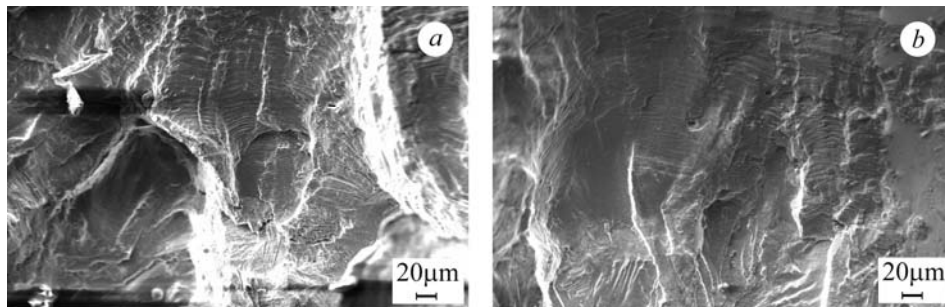


Рис. 6. Фрактограми поверхонь зламів сталі 12X18H10T після втомних випробувань у свинці за температури 350°C та амплітуд деформацій 0,8 (а) та 1,0% (б). $\times 250$.

Fig. 6. SEM images of Fe–18Cr–10Ni steel after fracture in lead at temperature 350°C and strain amplitudes 0.8 (a) and 1.0% (b). $\times 250$.

У розплаві евтектики свинець–вісмут експериментували за амплітуди деформації 1,0% при 200 та 350°C. Отримані результати свідчать про якісно тожодний, але кількісно відмінний від свинцю характер впливу розплаву на втомні властивості сталі. Зокрема, при 200°C кількість циклів до руйнування зменшується у 4 рази порівняно з випробуванням за кімнатної температури (3140 проти 12564 cycles). За температури 350°C кількість циклів до руйнування в евтектиці майже удвічі нижча, ніж у свинці (3007 проти 6700 cycles) та у вісім разів нижча, ніж у вакуумі (3007 проти 25250 cycles). Отримані результати свідчать, що розплав евтектики свинець–вісмут негативніше впливає на втомні властивості сталі 12X18H10T, ніж розплав свинцю. Причому якщо у вакуумі з ростом температури середовища втомна довговічність матеріалу підвищується, то у розплавах важких металів вона не змінюється (так, в евтектиці 3140 cycles при 200°C і 3007 cycles при 350°C).

ВИСНОВКИ

Вивчено вплив розплавів свинцю та евтектики свинець–вісмут на втомні властивості сталей мартенситного 20X13 та аустенітного 12X18H10T класів у температурному інтервалі 200...450°C.

Рідкометалеве середовище (як свинець, так і евтектика свинець–вісмут) сприяє суттєвому зниженню втомної довговічності сталі структурних класів, причому розплав евтектики діє негативніше.

Для аустенітної сталі 12X18H10T окрихчувальний ефект рідкометалевого середовища менше виражений, ніж для сталі мартенситного класу 20X13.

РЕЗЮМЕ. Исследовано влияние расплавов свинца и эвтектики Pb–Bi на усталостные свойства сталей мартенситного 20X13 и аустенитного 12X18H10T классов в температурном диапазоне 200...450°C. Установлено, что жидкометаллическая среда способствует существенному снижению усталостной долговечности сталей, причем расплав эвтектики Pb–Bi оказывает более негативное воздействие. Усталостные свойства стали 12X18H10T меньше изменяются под влиянием расплавов свинца и эвтектики Pb–Bi.

SUMMARY. The effect of molten lead and eutectic Pb–Bi on the fatigue properties of martensitic Fe–13Cr and austenitic Fe–18Cr–10Ni steels in the temperature range 200...450°C was investigated. It was found that the liquid metal environment contributes to a significant decrease in fatigue life of steels, in this case the eutectic Pb–Bi has a more negative impact. The fatigue properties of the austenitic steel Fe–18Cr–10Ni are less changed under the influence of lead and eutectic Pb–Bi melts.

1. *Безкорвайный Н. М., Иолтуховский А. Г.* Конструкционные материалы и жидкометаллические теплоносители. – М.: Энергоатомиздат, 1983. – 168 с.
2. *Материаловедение жидкометаллических систем термоядерных реакторов / Г. М. Грязнов, В. А. Евтихин, Л. П. Завяльский и др.* – М.: Энергоатомиздат, 1989. – 222 с.
3. *Ehrlich K., Bloom E.E., and Kondo T.* International strategy for fusion materials development // *J. Nucl. Mater.* – 2000. – **283**. – P. 79–88.
4. *Ehrlich K.* Materials research towards a fusion reactor // *Fusion Engng. and Design.* – 2001. – **56**. – P. 71–82.
5. *Коррозионные и механические свойства конструкционных материалов реактора / В. Я. Абрамов, С. Н. Бозин, В. Н. Леонов и др.* // *Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Обеспечение безопасности. АЭС. Ядерные технологии для энергетики будущего.* – 2004. – Вып. 4. – С. 219–223.
6. *Ferritic/martensitic steels – overview of recent results / R. L. Klueh, D. S. Gelles, S. Jitsukawa et al.* // *J. Nucl. Mater.* – 2002. – **307–311**. – P. 455–465.
7. *A potential new ferritic/martensitic steel for fusion applications / R. L. Klueh, N. Hashimoto, R. F. Buck, and M. A. Sokolov* // *Ibid.* – 2000. – **283–287**. – P. 697–701.
8. *Comparative assessment of thermophysical and thermohydraulic characteristics of lead, lead-bismuth and sodium coolants for fast reactors* // IAEA-TECDOC-1289. – Vienna, 2002. – 72 p.
9. *Design of an Actinide Burning, Lead or Lead-Bismuth Cooled Reactor That Produces Low Cost Electricity* // INEEL/EXT-01-01376. MIT-ANP-PR-083. FY-01 Annual Report. – 2001. – P. 181–223.
10. *Thermalhydraulic and corrosion challenges for the target module of an accelerator-driven system (ADS) / J. U. Knebel, X. Cheng, G. Muller et al.* // *Third Int. topical meeting on nuclear application of accelerator technology AccApp'99 (November 14–18).* – Long Beach, USA, 1999. – P. 367–376.
11. *Barbier F., and Rusanov A.* Corrosion behaviours of steels in flowing lead-bismuth // *J. Nucl. Mater.* – 2001. – **296**. – P. 231–236.
12. *Микромашины для испытания материалов на малоцикловую усталость методом чистого изгиба / Г. Г. Максимович, Б. М. Савчин, С. М. Кудлак, Е. М. Лютый.* – Львов, 1977. – препринт № 6. – 42 с.
13. *TWIN ASTIR: First tensile results of T91 and 316L steel after neutron irradiation in contact with liquid lead-bismuth eutectic / J. Van den Bosch, G. Coen, R. W. Bosch et al.* // *J. Nucl. Mater.* – 2010. – **398**. – P. 68–72.

Одержано 22.05.2013