



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2017108438, 14.03.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
14.03.2017Дата регистрации:  
15.11.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 14.03.2017

(45) Опубликовано: 15.11.2017 Бюл. № 32

Адрес для переписки:

115088, Москва, ул. Шарикоподшипниковская,  
4, АО "НПО "ЦНИИТМАШ", отд. 40,  
Кульмизеву А.Е.

(72) Автор(ы):

Дегтярев Александр Федорович (RU),  
Скоробогатых Владимир Николаевич (RU),  
Аносов Николай Петрович (RU),  
Муханов Евгений Львович (RU),  
Гордюк Любовь Юрьевна (RU),  
Козлов Павел Александрович (RU),  
Михеев Василий Анатольевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Акционерное общество  
"Научно-производственное объединение  
"Центральный научно-исследовательский  
институт технологии машиностроения", АО  
"НПО "ЦНИИТМАШ" (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: SU 1667493 A1, 20.12.2001. RU  
2531342 C1, 20.10.2014. RU 2534045 C1,  
27.11.2014. RU 2508532 C1, 27.02.2014. JP  
5851197 B2, 03.02.2016.(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СДВИГА КРИТИЧЕСКОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ ХРУПКОСТИ СТАЛЕЙ  
ДЛЯ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ ОХРУПЧИВАНИЯ КОРПУСОВ РЕАКТОРОВ ТИПА ВВЭР

(57) Реферат:

Изобретение относится к методам испытаний конструкционных материалов, преимущественно для прогнозирования ресурсоспособности сталей, работающих в зонах нейтронного облучения объектов атомной техники. Способ определения сдвига критической температуры хрупкости сталей включает изготовление образцов, определение их твердости в исходном состоянии и после облучения быстрыми нейтронами, определение сдвига температуры хрупко-вязкого перехода, причем изготавливают образцы стали с переменной концентрацией одного из компонентов по одному из габаритов образца, их макротвердость в точках с одинаковой

концентрацией изменяемого компонента определяют методом Бринелля, а сдвиг температуры хрупко-вязкого перехода  $\Delta T_k$  для каждой точки определяют по формуле:  $\Delta T_k = A + B(\Delta H_V)^2$ , где  $\Delta H_V = H_{V_{OБ}} - H_{V_{И}}$ ,  $H_{V_{OБ}}$  - твердость стали после облучения, МПа,  $H_{V_{И}}$  - твердость стали в исходном состоянии, МПа,  $A = 100^\circ\text{C}$ ,  $B = 0,00012^\circ\text{C}/(\text{МПа})^2$ . Изобретение позволяет снизить трудоемкость и время определения сдвига критической температуры хрупкости при разработке сталей для корпусов реакторов типа ВВЭР. 5 з.п. ф-лы.

RU 2 635 658 C1

RU 2 635 658 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*G21C 17/00* (2006.01)  
*G01N 3/18* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2017108438, 14.03.2017

(24) Effective date for property rights:  
14.03.2017

Registration date:  
15.11.2017

Priority:  
(22) Date of filing: 14.03.2017

(45) Date of publication: 15.11.2017 Bull. № 32

Mail address:  
115088, Moskva, ul. Sharikopodshipnikovskaya, 4,  
AO "NPO "TSNIITMASH", otd. 40, Kulmizevu A.E.

(72) Inventor(s):  
Degtyarev Aleksandr Fedorovich (RU),  
Skorobogatykh Vladimir Nikolaevich (RU),  
Anosov Nikolaj Petrovich (RU),  
Mukhanov Evgenij Lvovich (RU),  
Gordyuk Lyubov Yurevna (RU),  
Kozlov Pavel Aleksandrovich (RU),  
Mikheev Vasilij Anatolevich (RU)

(73) Proprietor(s):  
Aktionernoe obshchestvo  
"Nauchno-proizvodstvennoe obединenie  
"Tsentralnyj nauchno-issledovatel'skij institut  
tehnologii mashinostroeniya", AO "NPO  
"TSNIITMASH" (RU)

(54) **METHOD TO DETERMINE SHIFT OF CRITICAL BRITTLENESS TEMPERATURE OF STEELS FOR FORECASTING EMBRITTLEMENT OF BODIES OF REACTORS OF PWR TYPE**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: method to determine shift of critical brittleness temperature of steels includes production of samples, determination of their hardness in initial state and after irradiation with fast neutrons, determination of temperature shift of brittle-viscous transition, at that the samples of steel with alternating concentration of one of components according to one of sample parameters, their macrohardness at the points with the same concentration of the variable component is determined by the Brinell hardness test, and shift of

temperature of brittle-viscous transition  $\Delta T_c$  is determined for each point by the formula:  $\Delta T_c = A + B (\Delta HB)^2$ , where  $\Delta NV = NV_{on} - NV_i$ ,  $NV_{OB}$  - hardness steel after exposure,  $MP_A$ ,  $NV_i$  - hardness steel the initial state,  $MP_A$ ,  $A = 100^\circ C$ ,  $B = 0.00012^\circ C / (Mpa)^2$ .

EFFECT: invention makes it possible to reduce labour coefficient and time to determine shift of critical brittleness temperature when developing steels for bodies of reactors of type PWR type.

6 cl

RU 2 635 658 C1

RU 2 635 658 C1

Изобретение относится к методам испытаний конструкционных материалов, преимущественно для прогнозирования ресурсоспособности сталей, работающих в зонах нейтронного облучения объектов атомной техники.

Основным процессом, лимитирующим срок службы конструкций атомной техники, в частности, корпусов атомных энергетических реакторов, изготавливаемых из малолегированных углеродистых сталей, является радиационное охрупчивание - уменьшение пластичности металла, поскольку в результате нейтронного облучения в сочетании со старением происходит сдвиг критической температуры хрупкости стали  $T_K$  в область более высоких температур, что повышает вероятность хрупкого разрушения.

Известно, что химическими элементами, наиболее сильно влияющими на охрупчивание сталей корпусов реакторов ВВЭР-1000, являются никель и фосфор, а также марганец. Поэтому известные способы прогнозирования ресурсоспособности сталей для атомной техники основаны на определении связи распределения указанных веществ в металлической матрице и величины сдвига критической температуры хрупкости после облучения.

Известен способ прогнозирования степени охрупчивания теплостойкой стали, включающий:

- определение методом оже-электронной микроскопии уровня зернограницных сегрегаций фосфора в образцах-свидетелях (термокомплектах), изготовленных из стали исследуемого корпуса реактора, подвергавшихся воздействию рабочих температур в составе изделия (около 320°C) с выдержками в течение различного времени (от ~50000 до ~240000 ч);

- построение кинетической кривой (время воздействия - концентрация фосфора) и определение ее параметров;

- определение методом экстраполяции уровня накопления сегрегации фосфора на момент времени окончания эксплуатации реактора или на момент времени продленного ресурса;

- изготовление экспериментальных образцов из стали, близкой по составу и микроструктуре к стали исследуемого корпуса реактора;

- проведение охрупчивающего отжига экспериментальных образцов в исходном состоянии при температуре максимального развития отпускной хрупкости около 500°C в течение различного времени от 500 до 3000 ч;

- определение сдвигов критической температуры хрупкости по механическим испытаниям (образцы Шарпи) и уровня зернограницных сегрегаций фосфора на экспериментальных образцах, подвергшихся отжигу;

- построение калибровочную зависимость сдвига критической температуры хрупкости от зернограницной концентрации фосфора;

- определение корреляции между сдвигом критической температуры хрупкости и уровнем сегрегаций;

- определение по калибровочной зависимости экстраполяцией степени охрупчивания исследуемой стали значения для времени окончания эксплуатации реактора или на момент времени продленного ресурса;

- вывод о ресурсоспособности стали и о возможности эксплуатации изделия на продленный ресурс.

(RU 2508532, G01N 3/28, G01N 33/20, C21D 1/26, опубликовано 27.02.2014)

Недостатком известного способа, основанного на связи величины зернограницных сегрегаций фосфора и критической температуры хрупкости исследуемой стали, является

ограничение его использования только для прогнозирования необлучаемых конструктивных элементов в атомной технике.

Известен способ прогнозирования ресурсоспособности сталей корпусов реакторов ВВЭР-1000, облучаемых потоком нейтронов в процессе эксплуатации, включающий:

- 5 - изготовление образцов-свидетелей из исследуемой стали корпуса реактора;
- ускоренное облучение части образцов-свидетелей потоком быстрых нейтронов до флюенса, соответствующего дозе облучения на прогнозируемый срок (время окончания эксплуатации реактора или время продленного ресурса);
- определение критических температур хрупкости  $T_K$  необлученных и облученных образцов-свидетелей и определение сдвига критической температуры хрупкости  $\Delta T_F$ , обусловленного облучением;
- определение величины составляющей  $\Delta T_{\text{ФЛАКС}}$ , обусловленной различиями в кинетике накопления радиационно-индуцированных преципитатов при облучении в условиях различной плотности потока быстрых нейтронов;
- 15 - определение методом оже-электронной спектроскопии уровня зернограничных сегрегаций фосфора в необлученных образцах;
- построение по кинетическому уравнению Мак Лина кривой накопления сегрегаций фосфора в зависимости от времени эксплуатации реактора;
- 20 - определение экстраполяцией уровень зернограничных сегрегаций фосфора на прогнозируемый срок эксплуатации стали;
- определение составляющей  $\Delta T_T$ , обусловленной протеканием сегрегационных процессов за длительный период при рабочей температуре, на основании экспериментальной калибровочной зависимости между уровнем зернограничной сегрегации и сдвигом критической температуры хрупкости;
- 25 - определение общего сдвига критической температуры хрупкости, лимитирующий ресурс корпуса реактора в отдаленном периоде как сумму сдвигов  $\Delta T_K = \Delta T_F + \Delta T_{\text{ФЛАКС}} + \Delta T_T$ ;
- определение ресурса корпуса по величине общего сдвига критической температуры хрупкости.

(RU 2534045, G21C 17/00, опубликовано 27.11.2014)

Недостатком известного способа, основанного на связи величины зернограничных сегрегаций фосфора и критической температуры хрупкости исследуемой стали, является высокая трудоемкость и длительность его осуществления. При определении критической температуры хрупкости одного состава необходимо испытать 20-30 образцов на ударный изгиб, а при изучении влияния различных концентраций только одного элемента число образцов увеличивается в 4-6 раз. В связи с этим исследование влияния состава стали на их радиационную стойкость весьма трудоемко. При этом на показателе радиационной стойкости сильно сказывается неоднородность распределения базовых легирующих элементов и примесей в металле образцов с различным содержанием исследуемого элемента. Кроме того, при большом числе образцов, вследствие неравномерного распределения нейтронного потока в пространстве, невозможно обеспечить одинаковые условия облучения всех образцов.

Кроме того, для определения величины составляющей  $\Delta T_T$  необходимы экспериментальные сведения о зависимости между уровнем зернограничной сегрегации и сдвигом критической температуры хрупкости для конкретного состава исследуемой стали, что требует значительного объема дополнительных исследований и ограничивает его применение для определения ресурсоспособности новых сталей для корпусов

реакторов ВВЭР-1000.

Наиболее близким по технической сущности является способ определения сдвига температуры хрупко-вязкого перехода стали, включающий изготовление и испытание образцов в исходном состоянии и после облучения быстрыми нейтронами, определение температур хрупко-вязкого перехода и параметров, характеризующих состояние материала образцов, причем в качестве параметра, характеризующего деградацию материала после облучения, используют микротвердость материала, оценивают изменение микротвердости и с его учетом определяют сдвиги температур хрупко-вязкого перехода.

(SU 1667493, G01N 3/18, опубликовано 20.12.2001)

Недостатком известного способа является то, что определение сдвига температуры хрупко-вязкого перехода ведут с использованием метода определения микротвердости, что не обеспечивает достаточной достоверности прогноза охрупчивания материала корпуса реактора, поскольку при определении микротвердости фиксируют твердость отдельных составляющих стали, а не твердость совокупности всех компонентов стали. Кроме того, известный способ также требует большого количества образцов, что делает его весьма трудоемким.

Задачей и техническим результатом изобретения является снижение трудоемкости и времени определения сдвига критической температуры хрупкости при разработке сталей для корпусов реакторов типа ВВЭР и прогнозировании охрупчивания корпусов реактора, а также повышение достоверности прогноза.

Технического результата достигают тем, что способ определения сдвига критической температуры хрупкости сталей для прогнозирования охрупчивания корпусов реакторов типа ВВЭР включает изготовление образцов, определение их твердости в исходном состоянии и после облучения быстрыми нейтронами, определение сдвига температуры хрупко-вязкого перехода, причем изготавливают образцы стали с переменной концентрацией одного из компонентов по одному из габаритов образца, их макротвердость в точках с одинаковой концентрацией изменяемого компонента определяют методом Бринелля, а сдвиг температуры хрупко-вязкого перехода  $\Delta T_k$  для каждой точки определяют по формуле:

$$\Delta T_k = A + B (\Delta HB)^2,$$

где  $\Delta HB = HB_{OB} - HB_{И}$ ,

$HB_{OB}$  - твердость стали после облучения, МПа,

$HB_{И}$  - твердость стали в исходном состоянии, МПа,

$A$  - коэффициент, учитывающий суммарное воздействие старения и облучения на температуру охрупчивания, °С.  $A = 100^\circ\text{С}$ ,

$B$  - корреляционный коэффициент,  $^\circ\text{С}/(\text{МПа})^2$ .  $B = 0,00012^\circ\text{С}/(\text{МПа})^2$ .

Технический результат также достигают тем, что образцы стали изготавливают с переменным составом одного компонента по одному из габаритов образца в пределах марочного состава стали; после изготовления образцы подвергают термообработке, включающей выдержку в течение 4 часов при температуре около  $950^\circ\text{С}$ , закалку в воду и последующий отпуск при температуре  $640-650^\circ\text{С}$  в течение 8 часов; в качестве компонента образца стали, концентрацию которого изменяют, используют элемент, выбранный из группы: никель, фосфор, молибден, медь, марганец или кремний; концентрацию компонента в образце изменяют непрерывно и/или ступенчато; ускоренное нейтронное облучение производят при температуре  $290-320^\circ\text{С}$  за время 9000 ч при плотности потока быстрых нейтронов  $1 \times 10^{16} \text{ м}^{-2} \text{ с}^{-1} \text{ МВт}^{-1}$  до флюенса

$75 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$ .

Изобретение можно проиллюстрировать на примере с использованием стали 15X2МНФА-А, применяемой для изготовления корпуса реактора типа ВВЭР с содержанием никеля в диапазоне 1,0-1,5 мас. % в пределах марочного состава.

Методом электрошлакового переплава выплавляют слиток стали марки 15X2МНФА-А, в котором концентрация никеля по высоте слитка непрерывно и/или ступенчато изменяется от 1,0 до 1,5 мас. % в пределах марочного состава.

Из полученного слитка изготавливают плоские образцы из стали переменного состава, по одному из габаритов образца (длине) которых концентрация никеля непрерывно изменяется в исследуемом диапазоне. Использование образцов из сплавов переменного состава, в которых концентрация одного компонента изменяют непрерывно и/или ступенчато, позволяет резко сократить число образцов и повысить точность и достоверность результатов исследования вследствие обеспечения одинакового содержания в металле образца базовых легирующих элементов и примесей.

В качестве компонента образца стали, концентрацию которого изменяют, используют элемент, выбранный из группы: никель, фосфор, молибден, медь, марганец или кремний.

После изготовления образца методом спектрального анализа определяют концентрацию никеля по длине образца и в нескольких фиксированных точках с одинаковой концентрацией никеля в диапазоне от 1,0 до 1,5 мас. % в пределах марочного состава определяют твердость стали методом Бринелля.

Использование метода Бринелля для регистрации макротвердости стали позволяет учесть влияние всех компонентов стали, поскольку в деформируемом индентором (стальным шариком) объеме исследуемой стали оказываются представленными все ее фазы и структурные составляющие.

Полученные образцы переменного состава подвергают термообработке, включающей закалку от температуры около  $950^\circ\text{C}$  в воду с выдержкой в течение 4 ч и отпуск при температуре  $640\text{-}650^\circ\text{C}$  в течение 8 ч.

Затем образцы из стали переменного состава подвергают ускоренному облучению быстрыми нейтронами при температуре  $290\text{-}320^\circ\text{C}$  в течение времени 9000 ч при плотности потока нейтронов  $1 \times 10^{16} \text{ нейтр./м}^{-2} \text{ с}^{-1} \text{ МВт}^{-1}$  до флюенса  $75 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$ , что соответствует дозе облучения стали на прогнозируемый срок эксплуатации более 60 лет.

После ускоренного облучения повторно определяют твердость стали в фиксированных точках с одинаковой концентрацией изменяемого компонента.

После этого для каждой фиксированной точки определяют сдвиг температуры хрупко-вязкого перехода по формуле:

$$\Delta T_k = A + B(\Delta HВ)^2,$$

где  $\Delta HВ = HВ_{ОБ} - HВ_{И}$ ,

$HВ_{ОБ}$  - твердость стали после облучения, МПа,

$HВ_{И}$  - твердость стали в исходном состоянии, МПа,

A - коэффициент, учитывающий суммарное воздействие старения и облучения на температуру охрупчивания,  $^\circ\text{C}$ .  $A = 100^\circ\text{C}$ ;

B - корреляционный коэффициент,  $^\circ\text{C}/(\text{МПа})^2$ .  $B = 0,00012^\circ\text{C}/(\text{МПа})^2$ ;

Например, для стали 15X2МНФА с содержанием никеля 1,5 мас. %

$HВ_{И} = 2150 \text{ МПа}$ ,  $HВ_{ОБ} = 2800 \text{ МПа}$ ,

$\Delta HВ = 2800 - 2150 = 650 \text{ МПа}$ .

Сдвиг температуры хрупко-вязкого перехода для стали 15X2МНФА-А с содержанием никеля в пределах марочного состава 1,5 мас. % составил:

$$\Delta T_k = 100 + 0,00012 \times (650)^2 = 100 + 0,00012 \times 422500 = 150,70^\circ\text{C}.$$

При оптимизации состава стали для корпусов реактора типа ВВЭР полученное значение сравнивают со значениями  $\Delta T_k$ , полученными для других концентраций никеля, а также со значениями  $\Delta T_k$ , полученными при использовании других элементов в качестве изменяемого компонента.

Кроме того, полученное значение сдвига  $\Delta T_k$  сравнивают с предельно допустимым сдвигом, заданным конструктором. Полученные значения сдвига критической температуры хрупкости способом, описанным в изобретении, не могут являться консервативной оценкой состояния материала корпуса реактора на прогнозируемый срок эксплуатации, но могут быть использованы вместе с другими имеющимися результатами исследований образцов-свидетелей для получения прогнозных зависимостей охрупчивания материала рассматриваемых корпусов реакторов. После этого делается вывод о возможности выбора перспективных сталей для дальнейших более подробных исследований по обычным методикам.

Таким образом, способ по изобретению позволяет осуществить с достаточной степенью достоверности предварительный отбор сталей на образцах переменного состава без изготовления большого количества плавок, дорогостоящих образцов и трудоемких методов испытаний. О величине ресурса в отдаленном периоде можно судить на основании анализа полученных данных по разности показателей твердости сталей между исходным состоянием и показателями после облучения до высоких значений флюенсов быстрых нейтронов на образцах переменного состава и сдвига критической температуры хрупкости  $\Delta T_k$ , вычисленного по формуле.

#### (57) Формула изобретения

1. Способ определения сдвига критической температуры хрупкости сталей для прогнозирования охрупчивания корпусов реакторов типа ВВЭР, включающий изготовление образцов, определение их твердости в исходном состоянии и после облучения быстрыми нейтронами, определение сдвига температуры хрупко-вязкого перехода, отличающийся тем, что изготавливают образцы стали с переменной концентрацией одного из компонентов по одному из габаритов образца, их макротвердость в точках с одинаковой концентрацией изменяемого компонента определяют методом Бринелля, а сдвиг температуры хрупко-вязкого перехода  $\Delta T_k$  для каждой точки определяют по формуле:

$$\Delta T_k = A + B(\Delta H_V)^2,$$

где  $\Delta H_V = H_{V_{OB}} - H_{V_{И}}$ ,

$H_{V_{OB}}$  - твердость стали после облучения, МПа,

$H_{V_{И}}$  - твердость стали в исходном состоянии, МПа,

$A$  – коэффициент, учитывающий суммарное воздействие старения и облучения на температуру охрупчивания,  $^\circ\text{C}$ ,  $A = 100^\circ\text{C}$ ;

$B$  - корреляционный коэффициент,  $^\circ\text{C}/(\text{МПа})^2$ ,  $B = 0,00012^\circ\text{C}/(\text{МПа})^2$ .

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что изготавливают образцы стали с переменным составом одного компонента по одному из габаритов образца в пределах марочного состава стали.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что после изготовления образцы подвергают термообработке, включающей выдержку в течение 4 часов при температуре около

950°C, закалку в воду и последующий отпуск при температуре 640-650°C в течение 8 часов.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве компонента образца стали, концентрацию которого изменяют, используют элемент, выбранный из группы: никель, фосфор, молибден, медь, марганец или кремний.

5. Способ по п. 1, отличающийся тем, что концентрацию компонента в образце изменяют непрерывно или ступенчато.

6. Способ по п. 1, отличающийся тем, что ускоренное нейтронное облучение производят при температуре 290-320°C за время 9000 ч при плотности потока быстрых нейтронов  $1 \times 10^{16} \text{ м}^{-2} \text{ с}^{-1} \text{ МВт}^{-1}$  до флюенса  $75 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$ .

15

20

25

30

35

40

45