АКАДЕМИЯ НАУК РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН
ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ

На правах рукописи
УДК: 539.107

ТАДЖИБАЕВ ДИЕР ПУЛАТОВИЧ

ВЛИЯНИЕ НЕЙТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА СТРУКТУРУ И ПРОЧНОСТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ САВ-1 И АМГ-2 ЯДЕРНОГО РЕАКТОРА

01.04.07 – физика конденсированного состояния

ДИССЕРТАЦИЯ
на соискание учёной степени доктора философии (PhD)
по физико-математическим наукам

Научный руководитель:
Байтелесов Сапар Акимович,
доктор технических наук,
старший научный сотрудник

Ташкент - 2023

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....

ГЛАВА I. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ 15

§ 1.1. Основные физические и механические свойства конструкционных материалов 15

§1.2 Структура алюминиевых сплавов, облученных нейтронами реактора... 23

§1.3. Анализ литературного материала и постановка задачи исследования. . 36

ГЛАВА II. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ..... 39

§ 2.1. Характеристики объекта исследования. 39

§ 2.2 Облучение образцов..... 41

§ 2.3 Методика измерения структуры образцов 46

§ 2.4. Методика измерения углов отражения при дифрактометрической регистрации..... 55

§ 2.5 Методика измерения микротвердости и прочности образцов 56

ГЛАВА III. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ САВ-1. 63

§ 3.1. Определение параметров элементарной ячейки и фазового состава образца САВ-1, облученного нейтронами ядерного реактора, на рентгеновском дифрактометре – Empyrean. 63

§ 3.2. Определение параметров элементарной ячейки и фазового состава образца САВ-1 с установкой Фурье-стресс-дифрактометр, облученных нейтронами в ядерном реакторе 70

§ 3.3. Выводы по третьей главе..... 72

ГЛАВАIV. ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ И ПРОЧНОСТИ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ САВ-1 И АМГ-2 73

§ 4.1. Измерение микротвердость САВ-1 и АМГ-2 до и после нейтронного облучения 73

§ 4.2. Прочностные характеристики алюминиевых сплав САВ-1, облученных быстрыми нейтронами в ядерном реакторе 82

§4.3. Выводы по четвертой главе..... 89
ЗАКЛЮЧЕНИЕ 91
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ 93
СПИСОК УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ, ЕДИНИЦ ИЗМЕРЕНИЯ,
СИМВОЛОВ И ТЕРМИНОВ 101

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность и востребованность темы диссертации. В исследовательских ядерных реакторах необходимую механическую прочность, конструктивную компоновку основных узлов обеспечивают конструкционные материалы. Под действием нейтронного излучения в конструкционных материалах ядерных реакторов происходят структурные и фазовые превращения, которые существенно изменяют их физические и механические свойства, а также могут приводить к радиационному охрупчиванию, радиационной ползучести и радиационному распуханию. Изменения этих свойств под действием излучения оказывают значительное влияние на конструкцию, эксплуатационные характеристики и безопасность реактора. Поэтому вопросы радиационной стойкости конструкционных материалов приобретают все более важное значение при определении срока эксплуатации исследовательских ядерных реакторов.

В настоящее время в качестве конструкционных материалов в активной зоне большинства исследовательских реакторов используются сплавы алюминия САВ-1 и АМГ-2. Прочность бака активной зоны и опорной решетки является важным параметром, который обеспечивает компоновку активной зоны реактора и предохраняет конструкцию. Измерение прочности и структуры конструкционных материалов является технически сложной задачей, они обладают высокой бета- и гамма- активностью. Некоторые конструкционные материалы исследовательского ядерного реактора ВВР-СМ используются более 60-ти лет без замены. В связи с этим определение закономерности эволюции прочностных параметров в зависимости от флюенса быстрых нейтронов и определение взаимозависимости этих закономерностей является актуальной задачей. После перехода на низкообогащенное топливо масса тепловыделяющей сборки (ТВС) увеличилась более чем на 1 килограмм на каждую ТВС, и это привело к увеличению нагрузки на конструкционные материалы.

В Республике уделяется большое внимание использованию ядерной энергии в мирных целях, а также проведению фундаментальных и прикладных исследований в этом направлении на мировом уровне. Направления этих фундаментальных исследований, имеющих большое значение для развития науки нашей страны и атомной энергетики для практического применения, отражены в Стратегии[1] развития Нового Узбекистана на 2022-2026 гг., а также в Концепции развития атомной энергетики в Республике Узбекистан на период 2019-2029 гг.

Исследования, проведенные в данной диссертационной работе, в определенной степени соответствуют задачам, предусмотренным в Указах Президента Республики Узбекистан № УП-60 «О стратегии развития Нового Узбекистана на 2022-2026 годы» от 28 января 2022 года, № УП-3698 «О дополнительных мерах по совершенствованию механизмов внедрения инноваций в отрасли и сферы экономики» от 7 мая 2018 года, № УП-4165 «Об утверждении концепции развития атомной энергетики в Республике Узбекистан на период 2019-2029 годов» от 7 февраля 2019 г., Постановлении Президента Республики Узбекистан № ПП-3682 «О мерах по дальнейшему совершенствованию системы практического внедрения инновационных идей, технологий и проектов» от 27 апреля 2018 года, а также в других нормативно-правовых документах, принятых в данном направлении.

Соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологий Республики Узбекистан. Диссертационное исследование проведено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологий в республике II. «Энергетика, энергосбережение и альтернативные источники энергии».

Степень изученности проблемы. Исследования радиационной стойкости различных конструкционных материалов для исследовательских

[1]Указ Президента Республики Узбекистан № УП-60 «О Стратегии развития нового Узбекистана на 2022–2026 гг.» от 28 января 2022 г.

ядерных реакторов, а также влияния облучения (более 0,8 МэВ) на характеристики ядерных топливных элементов проводились ведущими учеными научно-исследовательских центров мира, в том числе американскими (Y.S.Kim, A. Yacout), российскими (В.М. Лебедов, С.П. Орлов, А.Л. Ижутов, К.А. Коноплев, С.Р. Фридман, С.Н. Вотинов), казахстанскими (О.П. Максимкин, А.В. Яровчук, Л.Г. Турубарова), польскими (В. Штеке, Т. Вагнер, Е. Хаевска), израильскими (A. Minitz, A. Shtechman), украинскими (В. Н. Воеводин и др.), узбекистанскими (И.Х. Абдукадырова, С.А. Байтелесов и Ш.А. Аликулов) и другими специалистами.

В результате этих исследований установлено, что облучение быстрыми нейтронами (более 0,8МэВ) изменяет прочностные свойства, коррозийную стойкость конструкционных материалов; обнаружен эффект ускорения старения сплава САВ-1 под действием высокого флюенса нейтронного облучения ($1{,}3 \cdot 10^{22}$ н/см^2) при температуре 353 К, выражающийся в образовании в материале множественных строчечных зон Гинье-Престона; показано, что прочностные свойства сплава САВ-1 зависят как от дозы облучения, а также от температуры радиационного нагрева. Однако структурные изменения под действием быстрых нейтронов изучены недостаточно.

В связи с важностью определение безопасного срока эксплуатации конструкционных материалов исследовательских ядерных реакторов, на сегодняшний день очень важно анализировать воздействия нейтронного облучения на структуру и прочностные характеристики сплавов САВ-1 и АМГ-2 в ядерных реакторах типа ВВР-СМ. Изменение структурных и прочностных свойства сплавов САВ-1 и АМГ-2 в зависимости от флюенса быстрых нейтронов изучены недостаточно, имеются данные только при нескольких значениях флюенса, поэтому прогнозирование изменения этих свойств является актуальной задачей физики конденсированного состояния.

Связь темы диссертационного исследования с научно-исследовательскими работами научно-исследовательского учреждения,

где выполнена диссертация. Диссертационная работа выполнена в рамках научно-исследовательских проектов Института ядерной физики АН РУ по темам: ФА-Ф2-Ф070+Ф075 «Исследования специфических электрических, тепловых и механических свойств реакторных материалов и высокотемпературных сверхпроводников» (2007 – 2011), Ф2-ФА-Ф112 «Экспериментальное исследование свойств и состояний ядерной материи при высоких и низких энергиях» (2012–2016).

Целью исследования является анализ воздействия нейтронного облучения на структуру и прочностные характеристики сплавов САВ-1 и АМГ-2.

Задачи исследования:

анализировать влияние нейтронов на поверхностную и объемную структуру сплава САВ-1;

измерить микротвердости образцов алюминиевых сплавов САВ-1 и АМГ-2 до и после облучения флюенсами нейтронов от 10^{16} до 10^{20} н/см^2, при различных нагрузках на индентор;

определить вклад влияния нейтронного облучения на ряд прочностных характеристик конструкционных материалов ядерных реакторов из сплава САВ-1;

провести анализ и выявить закономерности изменения микротвердости и прочности алюминиевых сплавов в зависимости от величины флюенса быстрых нейтронов;

определить взаимосвязь микротвердости с пределом текучести образцов САВ-1 в диапазоне от 10^{16} н/см^2 до $3{,}5\cdot10^{22}$ н/см^2.

Объектом исследования являются образцы конструкционных материалов алюминиевых сплавов АМГ-2 и САВ-1, различающим процентным содержанием примесей.

Предметом исследования являются структура и прочность алюминиевых сплавов АМГ-2 и САВ-1 в зависимости от флюенса быстрых нейтронов.

Методы исследования. Для определения микротвердости использовали стандартный прибор (ПМТ-3), прочностные величины сплава определялись нагрузочной машиной (Load Machine LM-20). Для исследования структуры, были проведены эксперименты по дифракции нейтронов на Фурье-стресс-дифрактометре (ФСД) и по дифракции рентгеновских лучей на многофункциональном рентгеновском дифрактометре EMPYREAN.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

впервые определено уменьшение на 16% интенсивности отражения пика второй фазы Mg_2Si в рентгенограмме образцов САВ-1 при флюенсе нейтронов 10^{18} н/см^2;

показано, что с увеличением дозы облучения до 10^{18} н/см^2 при угле около $2\theta_Б \sim 124°$ межплоскостное расстояние уменьшается от 1,0132 Å до 1,0011 Å, при этом угол отражения ($2\theta_Б$) увеличивается за счет перемещения ионов кремния в междоузельном пространстве САВ-1;

показано, что изменение параметров кристаллической решетки приводит к увеличение микротвердости образцов САВ-1 на 33% и АМГ-2 на 10% при флюенсе нейтронов 10^{20} н/см^2;

получена эмпирическая формула для расчета предела текучести и микротвердости образцов в зависимости от флюенса нейтронов, а также определена взаимосвязь микротвердости с пределом текучести для образцов САВ-1 в диапазоне от 10^{16} до $3{,}5 \cdot 10^{22}$ н/см^2.

Практические результаты исследования заключаются в следующем:

рентгеноструктурным фазовым анализом определены изменения параметров кристаллической решетки, которые хорошо согласуются с расчётными данными по программе FullProf;

определено, что с увеличением дозы облучения при флюенсе нейтронов 10^{16} н/см^2 и выше возрастают прочностные характеристики сплава алюминия САВ-1.

Достоверность полученных результатов обеспечивается комплексным подходом к расчетно-экспериментальным исследованиям,

большим объемом выполненных экспериментов, использованием хорошо апробированных современных методов измерения, корректностью и физической обоснованностью поставленных задач, а также согласованностью экспериментальных результатов с фундаментальными законами и основными положениями радиационной физики, непротиворечивостью полученных результатов и выводов с результатами других авторов.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов заключается в том, выявленные что нейтронное облучение приводит к изменению параметры кристаллической решетки образцов в результате увеличивается микротвердости образцов САВ-1 и АМГ-2 в зависимости от флюенса быстрых нейтронов в диапазоне от 10^{16} до $3{,}5\cdot10^{22}$н/см^2, дают возможности оценить запас прочности конструкционных материалов, что гарантирует безопасную эксплуатацию реактора до истечения запаса прочности.

Практическая значимость результатов исследования определяется их востребованностью при определении срока эксплуатации действующих исследовательских ядерных реакторов, а также при создании новых радиационно-стойких конструкционных материалов с улучшенными параметрами для ядерных установок.

Внедрение результатов исследования. На основе полученных результатов по исследованию влияния нейтронного облучения на структурные и прочностные свойства конструкционных материалов ядерного реактора:

определенное уменьшение на 16% интенсивности отражения пика второй фазы Mg_2Si в рентгенограмме образцов САВ-1 при флюенсе нейтронов 10^{18} н/см^2; обнаруженный эффект, который показывает, что с увеличением дозы облучения до 10^{18} н/см^2 при угле около $2\theta_Б$ ~ 124° межплоскостное расстояние уменьшается от 1,0132 Å до 1,0011 Å использованы на исследовательском ядерном реакторе ВВР-К (письмо Института ядерной физики Министерства энергетики Республики Казахстан № 34-15.08-12/1359 от 16 ноября 2023г.). Использование результатов позволило определить

структурные и прочностные свойства сплавов САВ-1 в конструкционных материалах реактора ВВР-К;

изменение параметров кристаллической решетки, приводящее к увеличение микротвердости образцов САВ-1 на 33% и АМГ-2 на 10% при флюенсе нейтронов 10^{20} н/см^2; получена эмпирическая формула для расчета предела текучести и микротвердости образцов в зависимости от флюенса нейтронов использованы в Институте ядерной физики АН РУз (Письмо Академии наук РУз № 2/1255-2519 от 28 ноября 2023г.). Использование результатов позволило определить сроки замены и оценить запас прочности конструкционных материалов реактора ВВР-СМ.

Апробация результатов исследования. Результаты исследования были обсуждены на 11 международных и республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликовано 18 научных работ, в том числе 7 статей в изданиях, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией для публикации основных научных результатов докторских диссертаций, из них 6 статей в зарубежных научных журналах.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы. Объем диссертации составляет 102 страниц.

Список опубликованных работ:

1. Abdukadyrova I.Kh., Tadzhibaev D.P. Investigation of the mechanical properties of SAV-1 structural aluminum alloy // Atomic Energy. – Springer, 2009.– Vol. 107, No. 2. –P.144-147. (№3. Scopus; IF=0.384).
2. Салихбаев У.С., Байтелесов С.А., Абдукадырова И.Х., Халиков У.А., Таджибаев Д.П. Влияние реакторного излучения на микротвердость авиалей // Вестник Национального университета Узбекистана.– Ташкент, 2009. – С.53-56. (01.00.00. №8)

3. Абдукадырова И.Х., Таджибаев Д.П. Поверхностные эффекты в реакторно-облученных конструкционных материалах // Известия высших учебных заведений. Физика. – Томск: Национальный исследовательский Томский государственный университет (Россия), 2011. – С. 4-6. (№3. Scopus; IF=0.671)
4. Abdukadyrova I.Kh., Tadzhibaev D.P. Effect of nuclear radiation on the microhardness of SAV-1 avials // Strength of Materials. – Springer, 2011. – Vol. 43, No. 1. – pp. 109–112 (№3. Scopus; IF=0,644)
5. Baitelesov S.A., Kungurov F.R., Tadzhibaev D.P., Rakhimov E.T., Alikulov Sh.A. Effect of Reactor Irradiation on the Microhardnessof SAV-1 and AMG-2 Structural Materials // Journal of Surface Investigation. Xray, Synchrotron and Neutron Techniques. – Springer Nature, 2013. – Vol. 7, No. 4. – pp. 753–755. (№11. Springer; IF=0,4).
6. Alikulov Sh.A., Baytelesov S.A., Kungurov F.R., Tadzhibaev D.P., Tojiboev D.D. Effect of neutron irradiation on the structure and strength of the SAV-1 aluminum alloy // Nuclear physics and atomic energy. – Kiev (Ukraine), 2022. - Vol.23. – No. 1. – pp. 33-38. **(**№3. Scopus; IF=0,896)
7. Аликулов Ш.А., Байтелесов С.А., Кунгуров Ф.Р., Таджибаев Д.П., Тожибоев Д.Д. Изменение прочности алюминиевых сплавов САВ-1 и АМГ-2, облученных нейтронами // Вестник НЯЦ РК. – Казахстан, 2023. – № 3. – С. 25-32.
8. Абдукадырова И.Х., Таджибаев Д.П. Влияние реакторного излучения на микротвердость авиалей // II Республиканская конференция «Молодых физиков Узбекистана» 25-26 ноября 2008: Сборник докладов. – Ташкент: ИЯФ АН РУз, 2008. – С. 185-190.
9. Абдукадырова И.Х., Салихбаев У.С., Таджибаев Д.П. Поверхностные эффекты в некоторых реакторно-обработанных конструкционных материалах // «Ядерная и радиационная физика»: Тез. докладов 7 межд. конф. 8-11 снтября 2009. – Алматы, 2009. – С. 177.

10. Abdukadirova I. Kh., Baytelesov S.A., Tadjibaev D.P. Dependence of microhardness of SAV-1 TYPE alloys on loading and irradiation dose // “Modern Problems of Nuclear Physics”: The Seventh International Conference, September22-25,2009. – Tashkent: INP, 2009. – pp.132-133.
11. Байтелесов С. А., Кунгуров Ф. Р., Рахимов Э. Т., Таджибаев Д. П., Аликулов Ш.А. Влияние реакторного излучения на микротвердость конструкционных материалов реактора САВ-1 и АМГ-2 // «Замонавий физиканинг долзарб муаммолари»: Республика ёш олимлар ва иқтидорли талабалар мактаб-семинари материаллари, 28-29 май 2010. Самарканд, 2010. – С. 83-88.
12. Абдукадырова И.Х., Таджибаев Д.П. Поверхностные эффекты реакторно-облученных конструкционных материалах // «Радиационно-термические эффекты и процессы в неорганических материалах»: Труды VII Межд. научн. конф. 2-10 октября 2010. – Томск, 2010. – С. 331-335.
13. Абдукадырова И.Х., Таджибаев Д.П. Влияние различных факторов на механические свойства конструкционных алюминиевых сплавов // «Фундаментальные и прикладные вопросы физики»: Международная конференция, посвященная 80-летию академика М.С. Саидова, 24-25 ноября 2010. – Ташкент: ФТИ НПО «Физика-Солнце», 2010. – С. 315-316.
14. Таджибаев Д.П Влияние реакторного излучения на микротвердость конструкционных материалов реактора САВ-1 и АМГ-2 // «Синхротронные и нейтронные исследования наносистем»: Постерный доклад на 5 международной конференции 23 июня 2012. – Дубна, 2012.
15. Tadjibaev D.P., Baytelesov S.A., Kungurov F.R. Influence of irradiation by neutrons on forma changes of aluminum alloys // “Nuclear Science and its Application”: International Conference, Samarkand, September 25-28, 2012. Book of Abstracts. – Tashkent: INP, 2012. – pp. 312-313.
16. Baytelesov S.A., Tadjibaev D.P., Bokuchava G.D., Bulavin M.V., Papushkin I.V. Change in the Structure and Strength of Aluminum Alloys SAV-1

Irradiated with Fast Neutrons // “Modern Problems of Nuclear Physics and Nuclear Technologies”: The Ninth International Conference, September 24-27, 2019. Book of Abstracts. – Tashkent: INP, 2019. – pp. 129-131.

17. Baytelesov S.A., Tadjibaev D.P., Turdieva G.N., Turaeva D.M. Research of Strength Change in Aluminum Alloy SAV-1 During Irradiation at Low Fluxes at IBR-2 Reactor // “Modern problems of nuclear energeticsand nuclear technologies”: International Conference, November 23-25, 2021. Book of Abstracts. – Tashkent: INP, 2021. – pp. 102-103.
18. Байтелесов С.А., Таджибаев Д.П., Кунгуров Ф. Р., Аликулов Ш. А. Тожибоев Д.Д. Изменение структуру и прочности алюминиевых сплавов САВ-1 облученное быстрыми нейтронами // IV International scientific forum “Nuclear Science and Technologies” September 26-30, 2022. Abstracts. – Almaty (Republic of Kazakhstan), 2022. – С. 119-120.

ГЛАВА I. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

§ 1.1. Основные физические и механические свойства конструкционных материалов

Конструкционные материалы ядерных исследовательских реакторов изготавливают из технического алюминия и его сплавов с магнием или магнием и кремнием. Эти сплавы имеют хорошие свойства: высокую технологичность, коррозионную стойкость и достаточную прочность [62; с. 7-10]. Их физические свойства зависят в основном от соотношения концентрации в них алюминия и основных легирующих элементов – магния, кремния, марганца. Алюминий и его сплавы Al-Mg-Si нашли широкое применение в реакторостроении ввиду их низкой стоимости и наличия необходимого комплекса ядерно-физических, химических и механических свойств. Механические свойство алюминиевых сплавов зависят от степени чистоты. С увеличением степени чистоты возрастают пластические свойства, уменьшаются твёрдость и прочность. Первоначально алюминиевые сплавы Al-Mg-Si содержали только Mg и Si, затем стали их легировать другими элементами [1; с.10-116, 2; с.409-506, 3; с.196-276, 4; с.57-82].

Необычные свойства Al проявляются и в металлических сплавах: почти со всеми металлами он образует сплавы с весьма ограниченной растворимостью и большим числом интерметаллидных фаз.

В работе [5; с. 1998-2004] исследована микроструктура необлученного алюминиевого сплава 6201 (системы Al−Mg−Si) с использованием метода интенсивной пластической деформации кручением под давлением, в интервале температур 453-503 К. В результате определено, что при комнатной температуре с n = 1 исходная крупнозернистая структура сплава трансформируется в однородную ультрамелкозернистой структуру (УМЗ) преимущественно с большеугловыми границами зерен. При этом зерна имеют

форму, близкую к равноосной, а их размер составляет около 130 ± 15 нм (рис. 1, a, b).

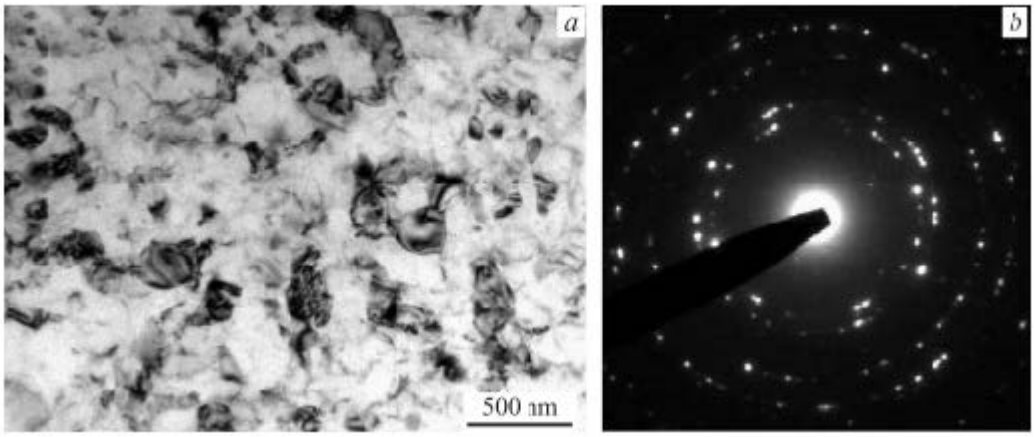


Рис. 1.1. Микроструктура алюминиевого сплава 6201 после обработки ИПДК при комнатной температуре, n=1: a - светлое полное изображение, b–дифракционная картина

Последующая интенсивная пластическая деформация кручением под давлением (ИПДК) при повышенных температурах существенно влияет на микроструктуру сплава. Средний размер зерна в образцах сплава после дополнительной деформации при 180°С (режим А) и 230°С (режим Б) увеличивается до 950 ± 50 и 1100 ± 50 нм соответственно. Наряду с увеличением размера зерна происходит выделение частиц вторичной фазы Mg_2Si [6; с. 13,76,7; с.971] сферической формы, со средним диаметром D, равным 30 и 50 нм, и средним расстоянием между частицами L, равным 115и 135 нм соответственно, для образцов, обработанных по режиму А и Б (рис. 1. 2 и табл. 1.1).

Определено вклад различных механизмов в достижение упрочнения и установлено, что введение дополнительной плотности дислокаций (увеличение с $2\cdot10^{13}$ до $5\cdot10^{13}$ $м^{-2}$), при сохранении основных параметров ультра мелкозернистой структуры, приводит к увеличению прочности сплава на ~15% [62; с. 7-10].

Таблица 1.1

Параметры микроструктуры, механические свойства и электропроводность алюминиевого сплава 6201

Режим обработки		А	В	Б	Г
d,	нм	950		1100	
D,	нм	30		50	
L,	нм	115		135	
$\{\varepsilon^2\}^{1/2}$,	%	0.051±0.003	0.078±0.003	0.037±0.002	0.056±0.003
ОКР,	нм	197 ± 36	111 ± 13	187 ± 18	128 ± 10
ρ,	m^{-2}	~$3 \cdot 10^{13}$	~$9 \cdot 10^{13}$	~$2 \cdot 10^{13}$	~$5 \cdot 10^{13}$
H_v,	MPa	1135 ± 23	1232±49	860 ± 36	975 ± 63
$\sigma_{0.2}=H_v/3$,	MPa	375	411	287	325
ω,	MS/m	31.1± 0.6	30.1± 0.6	32.3 ± 0.6	31.9 ± 0.6
IACS,	%	53.5	51.9	55.7	55.0

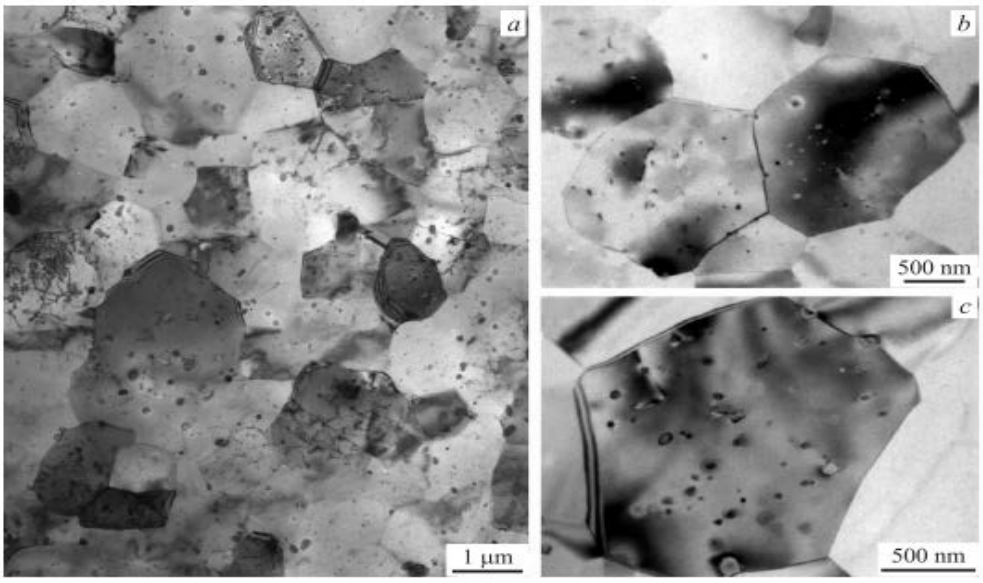


Рис. 1.2. Микроструктура алюминиевого сплава 6201 после обработки ИПДК: a, b–в режиме А, c- в режиме Б

В работе [8; с. 160-164] исследуемые конструкционные материалы активной зоны реакторов подвергаются воздействию ядерных излучений: нейтронному и γ-излучению, а также вторичному электронному излучению, вызываемому действием γ -квантов на атомы материала. Наибольшее практическое значение имеет облучение нейтронами. Установлено, что

облучаемые при низких температурах алюминиевые детали при флюенсе 1,26+1,8·10^{25}н/см^2 (E>0,1 МэВ) значительно повышают прочностные свойства, почти сохраняя исходную пластичность в нагретом и термоупрочнённом состояниях (табл. 1.2).

Таблица 1.2

Прочностные и пластические характеристики и вязкость разрушения алюминиевого сплава САВ-1 до и после облучения в реакторе СМ-3 [15; с. 160-164]

Флюенс (En > 0.8 MeV), 10^{22} n/cm^2	Предел текучести $\sigma_{0.2}$, MPa	Временное сопротивление σ_B ,MPa	Истинное сопротивление разрушению, S_k, MPa	Равномерное удлинение σр, %	Вязкость разрушения KC, MPa · m1/2
0	162.0	262.3	430.3	16.4	83
2.16	275.0	311.8	375.5	7.3	–
2.78	261.7	300.57	367.3	6.7	–
3.13	282.9	318.25	345.14	5.8	–
3.48	275.8	318.25	347.9	5.1	28

Наибольшие изменения изделия претерпевают в отожженном состоянии. Таким образом, нейтронное облучение при флюенсе 1,26+1,8·10^{25} н/см^2 (E >0,1 МэВ) и температуре до 100 °С приводит к улучшению механических свойств изделий из алюминиевых сплавов.

Однако эти материалы подвержены явлениям старения и имеют низкую температуру плавления. Их применение для несущих нагрузки элементов в активной зоне реактора даже в случае наиболее термостойких сплавов на основе спеченного алюминиевого порошка ограничено температурами 450-500°С. Несмотря на это, высокая теплопроводность алюминия позволяет эксплуатировать изделия из него при рационально выбранной геометрии при значительных тепловых нагрузках [16; с. 934-936]. Высокая технологичность алюминиевых сплавов дает возможность изготавливать тонкостенные изделия сложного профиля такие как защитные оболочки тепловыделяющих

элементов (ТВЭЛ), трубопроводы, баки, экспериментальные каналы, вспомогательные конструкции в активной зоне реакторов и использовать сплавы в качестве матрицы сердечника дисперсионных ТВЭЛ, самовыгорающих поглотителей, работающих в широком диапазоне радиационных полей.

Помимо традиционных методов фазового анализа таких как рентгеноструктурный анализ, обычная светлопольная и темнопольная просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) в сочетании с микро дифракцией, авторы работы [9; с. 30-39] использовали современные методы исследования, включая просвечивающую электронную микроскопию высокого разрешения (ПЭМВР) в сочетании с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией (ЭДРС), кольцевое сканирование темнопольного изображения (КСТИ) и трехмерную атомно-зондовую томографию (3АЗТ).

Выделения β″- и β′-фаз имеют несколько модификаций с близкой кристаллической структурой и в работах исследователей различных школ по-разному обозначаются: фазы *L, S, C* и U1, U2, *B*′, соответственно.

Общепринятую последовательность фазовых превращений в процессе распада пересыщенного твердого раствора (ПТР) закаленных сплавов системы Al–Mg–Si теперь можно записать следующим образом:

ПТР – кластеры – зоны ГП – β″– β′,U1,U2, *B*′– β(Mg_2Si), Si.

В случае сплавов с медью последовательность фазовых превращений следующая:

ПТР – кластеры – зоны ГП – β″,*L*,*S*,*C*–*Q*′–*Q*($Al_5Cu_2Mg_8Si_6$).

Известно, что максимальная прочность сплавов системы Al–Mg–Si достигается в результате формирования упрочняющих выделений β″-фазы [9; с. 30-39].

Вначале методами 3АЗТ в сочетании с ПЭМВР определили, что отношение Mg/Si (в атомных процентах) составляет 5/6, т.е. β″-фаза имеет

формулу Mg_5Si_6. Самые последние экспериментальные результаты применения этих методов с подгонкой интенсивности рефлексов микро дифракции к расчетной модели методом наименьших квадратов и минимизации свободной энергии системы с учетом плотной упаковки атомов разного сорта показали, что наиболее точный состав выделений β'-фазы описывает формула $Mg_5Al_2Si_4$. Такие результаты объясняют известный для сплавов системы Al–Mg–Si факт, что максимальную прочность в этой системе имеют не сплавы с соотношением Mg/Si=2, что соответствует равновесной фазе Mg_2Si, а сплавы с соотношением Mg/Si ~1 [10; с. 1-11].

Замещение некоторых атомов кремния атомами алюминия дает значительный выигрыш в свободной энергии. На рис. 1.3 представлены результаты исследования разными методами кристаллической структуры β''-фазы [10; с. 1-11].

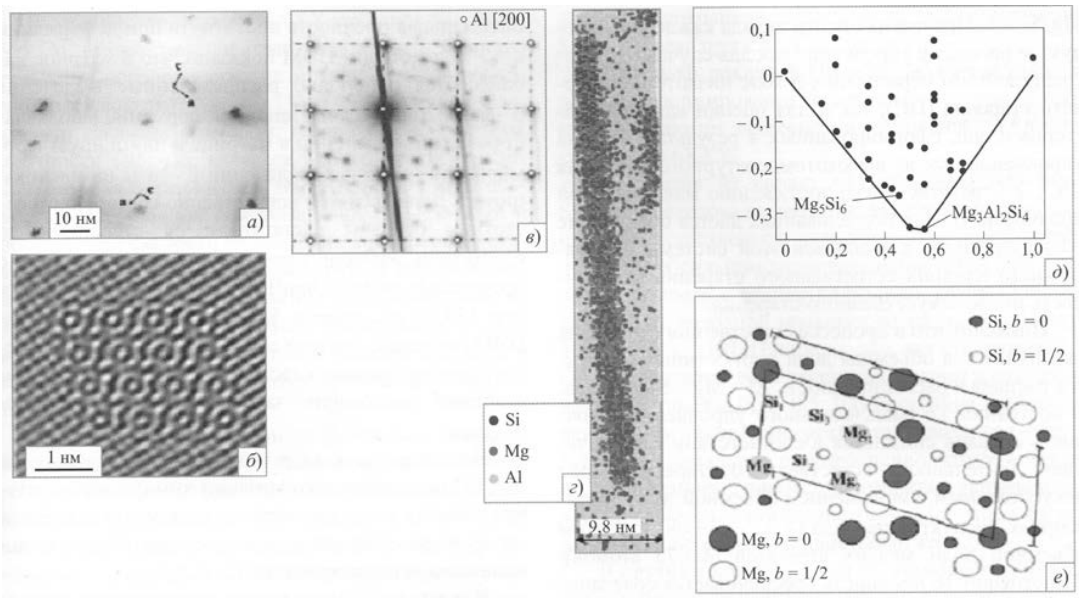


Рис. 1.3. Примеры определения кристаллической структуры и химического состава выделений β''-фазы в сплавах Al–Mg–Si различными методами: а, б –электронной микроскопии с использованием ПЭМ среднего разрешения; в –микродифракции; г –трехмерной атомно-зондовой томографии; д – минимизации свободной энергии; е – построения структурной модели положения атомов в решетке фазы [10; с. 1-11]

В работе [10; с. 1-11] расчеты показали, что замена некоторых атомов кремния атомами алюминия дает значительный выигрыш в свободной энергии, причем замена атомов в положениях Si3 выгоднее, чем замена атомов кремния в положениях Si1 и Si2. Атомы кремния в положениях Si1 и Si2 образуют пространственную сетку с сильными энергетическими связями, тогда как в положении Si3 они занимают места между узлами этой сетки.

На рис. 1.4 показано, что кристаллические решетки упрочняющих фаз типа β′ можно построить на основе очень близких между собой несколько искаженных решеток из атомов кремния с почти гексагональной ячейкой, причем атомы кремния лежат вдоль плотноупакованных направлений$<111>_{Si}$. Помимо этого, авторы определили периоды решеток выделяющихся фаз и нашли совпадения периода решетки *c* фаз β′, U2 и *B*′ с периодом *a* алюминиевой матрицы [10; с. 1-11].

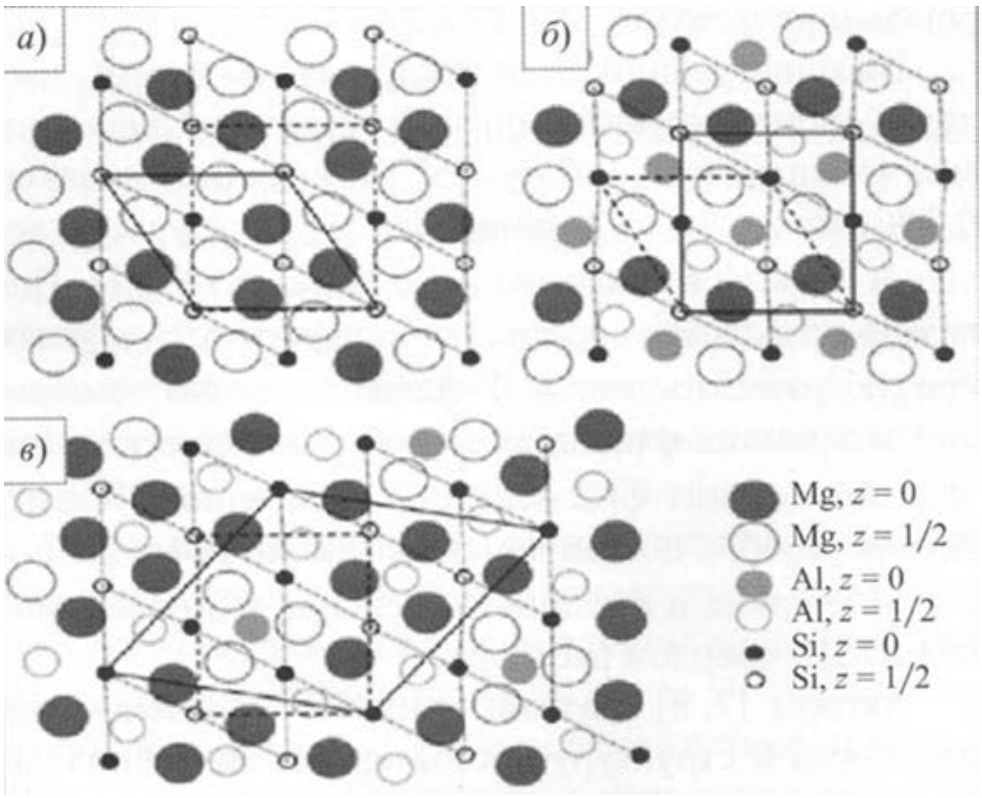


Рис. 1.4. Схемы расположении атомов в кристаллических решетках фаз ось <100> алюминиевой матрицы с периодом *a*=0,405 нм расположена вертикально: *а*– β″-фаза; *б*– фаза U2; *в*– фаза *B* [10; с. 1-11]

Большое количество научно-исследовательских работ, посвященных этим сплавам, направлено на изучение закономерностей влияния их состава, включая соотношение Mg/Si и микродобавки переходных металлов, на структуру, фазовый состав и свойства. Активный интерес вызывает изучение причин появления межкристаллитной коррозии в сплавах указанных систем и пути повышения их стойкости к данному виду коррозии. Современные методы исследований позволяют определить не только тонкую структуру сплавов, но и параметры решетки фаз, распределение легирующих элементов. Это позволяет исследователям перейти на новый уровень понимания зависимости макросвойств сплавов от микроструктуры [10; с. 1-11].

В работе [11; с. 105-109] получена микроструктура исходного сплава САВ-1 (до облучения). Показано, что в результате естественного старения происходит перегруппировка атомов примесей внутри пересыщенного твердого раствора, которая приводит к образованию субмикроскопических областей с неоднородным распределением концентраций примесей (зоны Гинье — Престона) [12; с. 352]. На растровых картинах основных элементов до облучения видно их неоднородное распределение по всему объему сплавов (рис. 1.5), где видны локальные образования в виде белых пятен нерастворимых интерметаллических фаз системы Al-Mg-Si-Fe с размерами 1-10 мкм. Из таблицы1.2 видно, что после облучения различными флюенсами наблюдается перераспределение концентраций основных элементов в выбранных точках, которая практически мало меняется с повышением флюенса.

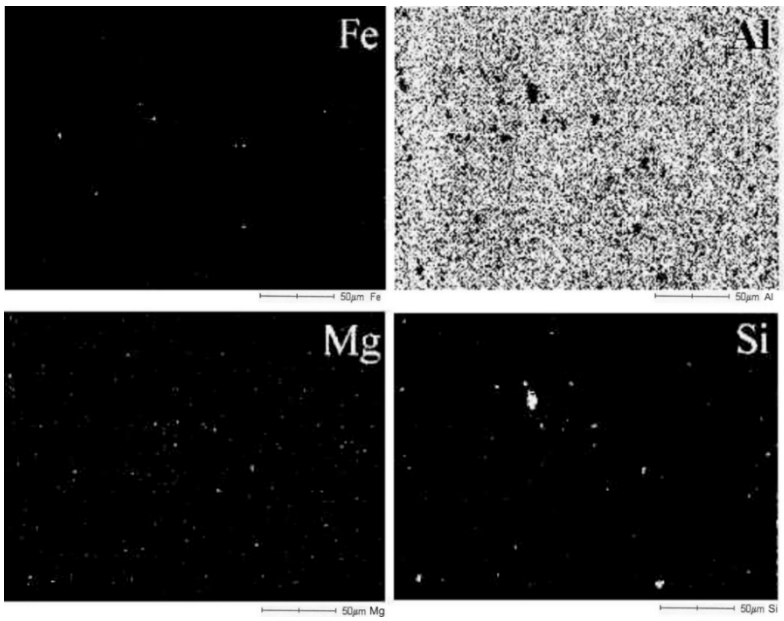


Рис. 1.5. Микроструктура исходного сплава САВ-1(до облучения)

§ 1.2. Структура алюминиевых сплавов, облученных нейтронами реактора

При нейтронном облучении на реакторе первично выбитый атом, образовывая вторичные дефекты и замедляясь, выделяет свою энергию для развития каскада, который, нагретый выше температуры среды, обеспечивает миграцию пар Френкеля и их аннигиляцию (радиационный отжиг). Решение системы уравнений, описывающей диффузию и аннигиляцию дефектов, при упрощающих предположениях, приводит к заключению, что эффективность образования пар Френкеля первично выбитыми атомами, имеющими энергию ниже некоторой граничной, уменьшена из-за того, что такой атом тратит свою энергию в области меньшего размера. При облучении нейтроны передают свою кинетическую энергию на кристаллические решетки, это обеспечивает более интенсивный радиационный отжиг пар Френкеля. В соответствии с этим число вторично выбитых атомов при энергиях, меньших граничной, мало и описывается степенной зависимостью с показателем степени около трех.

Исследования показало, что без учета радиационного отжига пар Френкеля, вычисление скорости накопления точечных дефектов некорректно.

Для получения правильных значений скорости накопления дефектов необходим учет миграции дефектов, которая обусловлена разогревом зоны каскада за счет выделения в этой зоне энергии замедляющегося первично выбитого атома. Миграция пар Френкеля приводит к их рекомбинации и, тем самым уменьшает скорость накопления дефектов. В работе [13; с. 3-10] получены формулы для числа вторично выбитых атомов в диэлектриках и металлах с учетом температуры облучаемого материала.

Работа [14; с.1-5] посвящена исследованию деформационной прочности циркониевых и алюминиевых САВ-сплавов при кратковременных и длительных испытаниях. Зависимость предела расхода на графике представлена в виде кривой насыщения, что качественно одинаково во всем диапазоне температур. В работе рассмотрены текучие характеристики деформационной прочности и значения скорости сдвига, которые являются наиболее действенными способами эффективного воздействия на установку. Для обеспечения поиска общих закономерностей влияния деформационного упрочнения на кратковременные (предел текучести) и длительные (ползучесть) свойства металлов и сплавов авторами работы [14; с.1-5] были проведены испытания образцов из циркония и сплава САВ в условиях одноосного растяжения. На рис. 1.6 приведены графики зависимостей накопленной деформации от времени (кривые ползучести) на неустановившейся стадии. Для удобства визуального сравнения их поведения, не показана мгновенная деформация, и начало кривых в обоих случаях совмещено с началом координат. Малый запас пластической деформации у алюминиевого сплава сказывается на характере кривой. Видно, что неустановившаяся стадия выражена очень слабо. Дополнительное свидетельство о слабо выраженном эффекте деформационного упрочнения при малых уровнях деформации подтверждается уже при изучении ползучести. Другим важным моментом является то обстоятельство, что кривые ползучести на неустановившейся стадии, так же, как и зависимости предела текучести от величины накопленной деформации, имеют вид кривых

насыщения. Поскольку скорость ползучести определяется первой производной накопленной пластической деформации по времени, то из рис. 1.6 также следует, что с ростом деформации на неустановившейся стадии скорость ползучести падает.

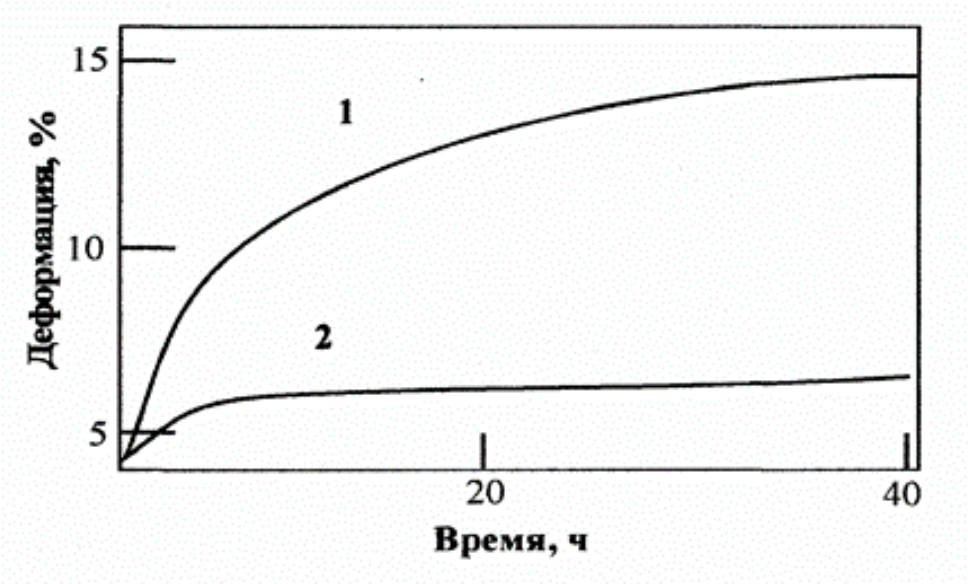


Рис. 1.6. Кривые ползучести циркония (1) и алюминиевого сплава САВ (2) на неустановившейся стадии. Температура испытания 523К

Характер зависимостей предела текучести и скорости ползучести на неустановившейся стадии от величины накопленной пластической деформации позволяет сделать предположение о наличии взаимосвязи между ними. Однако окончательный ответ на этот вопрос требует дополнительных систематических исследований.

В работе [15; с.160-164] методами малоуглового рассеяния нейтронов исследована надатомная структура в образцах сплава САВ-1 (исходном и облученном флюенсами быстрых нейтронов $3.48 \cdot 10^{22}$н/см^2). В результате в облученном материале обнаружено заметное уменьшение объемной доли рассеивающих структур (пор) радиусом 40-50 нм, которое в значительной мере компенсировалось ростом общей доли таких объектов радиусом менее 20 нм. Результаты нейтронных исследований коррелируют с данными

механических испытаний облученных сплавов и изменением их элементного состава.

Сочетание различных методов изучения (физических, химических, нейтронных) сплава САВ-1 позволило получить более полную информацию об изменении его нано структуры при облучении в реакторе до флюенсов быстрых нейтронов $3.48 \cdot 10^{22}$ н/см^2. При сопоставлении механических характеристик сплавов САВ-1 в исходном и облученном до высоких флюенсов состояниях, результатов исследования химического (элементного) состава и данных малоуглового рассеяния нейтронов может быть установлена корреляция между изменением нано структуры, физико-химических и механических свойств сплава при высоких радиационных нагрузках. На этой основе дальнейший детальный анализ структуры реакторных материалов с помощью сочетания этих методов позволит прогнозировать развитие радиационных повреждений и изменения их свойств в процессе эксплуатации элементов соответствующего оборудования реактора ВВР-М ПИЯФ [15; с. 160-164].

В работе [16; с. 934-936] методом малоуглового рассеяния нейтронов исследованы образцы сплава САВ-1 – исходного и облученного флюенсом быстрых нейтронов $2 \cdot 10^{21}$ н/см^2. Показано, что наблюдаемые высокие значения сечений рассеяния связаны с наличием в материале наноразмерных пор с радиусами R ~ 5−50 нм, тогда как для возможных включений фаз Mg_2Si и Si факторы контраста и предельные объемные доли приводят к оценкам сечений на два порядка меньше наблюдаемых в эксперименте. В результате облучения обнаружено более чем двукратное уменьшение объемной доли рассеивающих объектов (пор) радиусом 40–50 нм, что в значительной мере компенсировалось ростом общей доли частиц с радиусами 5–8 и 20–25 нм при увеличении на 40% суммарной площади поверхности рассеивающих объектов. Исследования облученных в реакторе образцов сплава алюминия САВ-1 методом мало углового рассеяния нейтронов показали, что в исходном и облученном сплавах существуют дефекты — поры с характерным радиусом

R1 ~ 5−10 нм, наблюдающиеся как изолированные и в виде кластеров радиусами R2 ~ 20−25 нм и R3 ~ 40−50 нм; в результате облучения материала суммарная объемная доля дефектов ϕ ~ 0.5% увеличивается на~ 10%, а общая площадь поверхности дефектов St1 ≈ 0.6 м^2 возрастает на ~ 40%; при облучении происходит уменьшение объемной доли крупных рассеивающих областей радиусом ~ 40−50 нм и наряду с этим увеличение доли фракций размером ~ 5−10 и ~ 20−25 нм, что объясняется фрагментацией крупных областей.

В работе [17; с.1-8] определено, что длительное облучение в водной среде вызывает значительные изменения в поверхностном слое трубы из алюминиевого сплава (утонение твердого защитного (анодированного) покрытия, трещины в покрытии и сплаве). Упрочнение и охрупчивание материала сплава оценивали с помощью испытаний на сдвиг. Трансмиссионная электронная микроскопия показала наличие преципитатов в матрице. В образцах из нержавеющей стали наблюдались мелкие черные точечные дефекты (<5 нм) и небольшие дислокационные петли (до 50 нм). Показано, что коррозионная стойкость стали является функцией накопленной скрытой энергии, связанной с радиационно-деформационной дефектной структурой. Оценено потенциальное влияние изменений структуры и механических свойств на безопасность реактора.

Защитное анодированное покрытие в значительной степени предохраняет конструкции из сплава САВ-1 от коррозии в водной среде, однако его состояние сильно зависит от дозы нейтронного облучения. В работе [18; с. 1-8] определено, что частичное разрушение защитного слоя и существенная потеря его защитных свойств наблюдаются при флюенсе около $1 \cdot 10^{22}$ н/см^2 (E>0,1МэВ). На поверхности сплава с утраченным покрытием обнаружены признаки зерно граничной коррозии. Этот результат представляется важным, поскольку оболочки твэлов реактора ВВР-К также изготавливаются из сплава САВ-1, но без защитного покрытия. Доза

нейтронного облучения для каждого отдельного твэла существенно ниже, чем для исследуемой оболочки стержня АУ, но время хранения материала в воде сопоставимо. Кроме того, низкая температура охлаждающей жидкости (40-50 ^{o}C) способствует образованию на поверхности алюминия тригидратированного оксида алюминия, обладающего относительно низкими защитными свойствами. Дальнейшее выяснение механизмов коррозии облученного сплава САВ-1 позволит не только прогнозировать поведение основного конструкционного материала реактора, но и разработать соответствующие антикоррозионные мероприятия. Авторами работы [18; с. 1-8] обнаружено большое упрочнение облученного нейтронами сплава САВ-1 (микротвердость 122 кГ/мм^2 против 56 кг/мм^2 у необлученного материала), связанное как с радиационными дефектами, так и с выделением дисперсной фазы. В облученной нейтронами нержавеющей стали 18Cr-9Ni-Ti наблюдались два типа радиационных дефектов: небольшие дислокационные петли с дефектами упаковки (петли Франка) и мелкие скопления «черных точек». Очень высокая плотность этих дефектов (и, соответственно, большой накопленной скрытой энергии) позволяет прогнозировать значительную потерю коррозионной стойкости материала. Предварительный эксперимент на деформированных стальных образцах показал прямую зависимость между скрытой энергией и коррозионной уязвимостью материала, что было показано и на облученных образцах [18; с. 1-8].

В работе [19; с. 1-5] сплавы Al–Mg–Si облучали ионами Al с энергией 5,4 МэВ, ионами Fe с энергией 7,3 МэВ, ионами I с энергией 10 МэВ и ионами Au с энергией 16 МэВ при комнатной температуре и измеряли микротвердость по Виккерсу. Твердость сплавов Al–Mg–Si увеличивается с увеличением флюенса ионов. С точки зрения флюенса ионов изменение твердости алюминиевых сплавов различно в зависимости от вида облучающих ионов. Но с точки зрения плотности упруго выделенной энергии влияние четырех видов энергии на твердость почти одинаково. Этот результат означает, что влияние облучения на твердость сплавов Al-Mg-Si определяется упруго-

вкладывающейся энергией. Микроструктура ионно-облученных образцов исследована с помощью трехмерного атомного зонда (3DAP). Установлено, что твердость увеличивалась с увеличением плотности потока ионов. Изменение твердости по Виккерсу при ионном облучении хорошо коррелирует с плотностью энергии, выделенной в результате упругого столкновения. Атомно - зондовый анализ показал, что облучение вызывает неоднородное распределение атомов Mg и Si. Облучение энергичными ионами может быть полезным инструментом для контроля поверхностной твердости алюминиевых сплавов [62; с. 7-10].

В работе [20; с. 1-9] исследовано влияние облучения быстрыми нейтронами (E>0,1 МэВ) на механические свойства и морфологию излома сплавов Al–Mg–Si (PAR-1 и CAB-1) после 40 лет эксплуатации. Образцы были вырезаны из элементов конструкции исследовательского реактора EWA (Сверк, Польша). Облучение вызывает деградацию механических свойств: увеличение пределов текучести и прочности и уменьшение относительного удлинения. Причина изменения механических свойств – старение сплавов Al–Mg–Si. Во время облучения в реакции Al (n,γ)Si нарабатывается Si. Присутствие Si вызывает увеличение прочности сплавов Al–Mg–Si благодаря выделению частиц Mg_2Si или чисто Si в Al- матрице. Радиационные исследования активности конструкционных элементов реактора EWA показали, что за счет ядерных реакций образуются изотопы ^{60}Co и ^{65}Zn с высокой активностью.

Важным фактором, влияющим на микроструктуру и механические свойства, является длительность термического отжига в результате действия температуры во время облучения. Продолжительный отжиг в температурном интервале 40-60 ºС дает эффект, похожий на эффект облучения. В обоих случаях изменяется морфология поверхности излома от транс-кристаллической до смеси транс-кристаллической и межкристаллической структур. Причем вклад межкристаллического режима разрушения увеличивается с ростом флюенса [62; с. 7-10].

Известно [21; с.52], что облучение ускоряет распад пересыщенных твердых растворов, однако для сплава САВ-1, основные компоненты которого имеют небольшие сечения взаимодействия с нейтронами, это не очевидно. Механизм процесса искусственного старения в системе Al–Mg–Si становится более понятным при воздействии нейтронного облучения. Кроме того, для реакторного материаловедения важно определить, какая предшествующая термообработка материала является оптимальной с точки зрения его радиационной стойкости.

Исходным материалом для экспериментов служил сплав в состоянии после закалки (выдержка 3 часа при температуре 530°С) и естественного старения в течение года. Облучение образцов проводилось в реакторе СМ-2 [22; с.21] интегральным потоком до $5{,}4 \cdot 10^{20}$ н/см^2 (E>1,0 Мэв).

Изучение структурных превращений и изменение физико-механических свойств сплава САВ-1 с различной степенью пресыщения твердого раствора показывало, что облучение в реакторе при 50-60°С приводит к упрочнению сплава, росту его электросопротивления и сжижению теплопроводности. Облучение при 110-130°С вызывает упрочнение только в сплаве, испытавшей незначительный распад в процессе предварительной высокотемпературной термообработки, и раз упрочняет сплав, в котором уже более полно произошли процессы распада. В последнем случае происходит рост электросопротивления и теплопроводности. Изменение указанных характеристик возможно объяснить обеднением твердого раствора легирующими элементами и релаксацией напряжений в алюминиевой матрице за счет ускорения диффузионных процессов, вызываемого отжигом радиационных дефектов [23; с. 3-7, 62; с. 7-10].

В работе [24; с. 1–8] исследовано влияние длительного нейтронного облучения и пострадиационного термического старения на микроструктуру и механические свойства реакторного алюминиевого сплава Al–Mg–Si (марки САВ-1). Материалом для исследований служила оболочка стержня тонкого автоматического регулирования реактивности активной зоны

исследовательского реактора ВВР-К. Проведены последовательные часовые отжиги в интервале температур 100–550°С образцов сплава САВ-1, облученных до 0.001 и 5 сна. Изучены эволюция тонкой структуры и изменения механических характеристик материала. Обнаружен эффект ускорения старения сплава САВ-1 под действием высокого флюенса нейтронов при температуре облучения 80°С, выражающийся в образовании в материале множественных строчечных зон Гинье–Престона. Показано, что прочностные свойства сплава САВ-1 в значительной степени определяются уровнем радиационно-термического старения.

Обнаружен эффект ускорения старения сплава САВ-1 под действием высокого флюенса нейтронного облучения (5 сна, $1.3 \cdot 10^{22}$ н/см^2) при температуре 80°С, выражающийся в образовании в материале множественных строчечных зон Гинье-Престона. Показано, что прочностные свойства сплава САВ-1 зависят как от дозы облучения, так и, в гораздо большей степени, от температуры нагрева. Наличие радиационно-состаренной микроструктуры в сплаве, облученном до 5 сна, обусловливает сохранение высокого значения $\sigma_{0,2}$ после отжига при 200°С по сравнению со слабо облученным материалом (0.001 сна). После отжига при 400°С значения $\sigma_{0,2}$ и Hμ для облученных образцов сплава САВ–1 становятся близкими по величине к характеристикам необлученного материала. Микроструктура облученного сплава после отжигов 400–550°С характеризуется наличием дислокаций и крупных выделений типа SiO и Mg_2Si. Таким образом, в результате отжига при температуре $\geq 0.6T_{пл}$ эффект радиационно-термического упрочнения сплава САВ-1 исчезает независимо от степени предварительного облучения. Это свидетельствует о возможности применения процедуры отжига для восстановления свойств и структуры данного реакторного материала после длительного облучения [18; с. 1-8].

В работе [25; с. 78-83] исследована коррозионная стойкость материала тепловыделяющих сборок исследовательского реактора ВВР-К - низколегированного алюминиевого сплава САВ-1. Представлены данные

мониторинга о состоянии поверхности оболочки стержня автоматического регулирования и стержня-вытеснителя после полного срока эксплуатации в активной зоне реактора и длительного вылеживания во временном водном бассейне. Установлены закономерности развития коррозии в материале, облученном различным флюенсом нейтронов. Результаты мониторинга состояния оболочки стержня автоматического регулирования и стержня-вытеснителя из низколегированного алюминиевого сплава САВ-1 показали, что после эксплуатации в активной зоне и длительного хранения в водном бассейне – отстойнике реактора ВВР-К - в поверхностном защитном слое оболочки стержня автоматического регулирования и в глубине сплава имеются коррозионные дефекты. Развитие коррозии в матричной основе обусловлено структурными изменениями, которые вызваны радиационно-стимулированным процессом старения материала, сопровождающимся перераспределением легирующих элементов, коагуляцией включений и их миграцией. Анализ анодных поляризационных кривых сильно- и слабо облученных сплавов позволил установить, что у сильно облученного материала, склонность к коррозии выше, а величина анодного тока на начальных этапах действия агрессивного раствора наибольшая. При этом, несмотря на то, что напряжение начала питтингообразования (1,6 В) одинаково для материала в различном состоянии, наблюдалось различие в кинетике развития питтингов. У слабо облученного материала питтинги, появившись на его поверхности, распространялись главным образом в глубину образца, а для материала, получившего больший флюенс, коррозия происходила за счет появления новых очагов и слияния мелких питтингов в крупные язвы. Установлено, что коррозионная стойкость алюминиевого сплава САВ-1 определяется его структурным состоянием, которое при различных дозах воздействия нейтронного облучения определяет термодинамическую неустойчивость сплава и кинетику возникновения и развития дефектов.

В работе [26; с. 108-115] приводятся данные по влиянию нейтронного облучения на склонность к коррозионному растрескиванию (КР) и межкристаллитной коррозии (МКК) низколегированного алюминиевого сплава САВ-1, являющегося основным конструкционным материалом исследовательского реактора ВВР-К. Установлено, что доза облучения играет основную роль в изменении коррозионных свойств низколегированного алюминиевого сплава. Найдено, что склонность к МКК максимальна у материала, облученного флюенсом нейтронов 10^{17} н/см^2, что обусловлено растворением частиц второй фазы и повторным возникновением зон Гинье-Престона под влиянием облучения. При этом материал переходит в структурное состояние, аналогичное термической обработке «возврат при старении». Повышение флюенса облучения до 10^{22} н/см^2 ускоряет процесс старения, наблюдается рост и коагуляция включений упрочняющей фазы силицида магния, что повышает склонность сплава к питтинговой коррозии, которая усиливает возможность проявления коррозионного растрескивания.

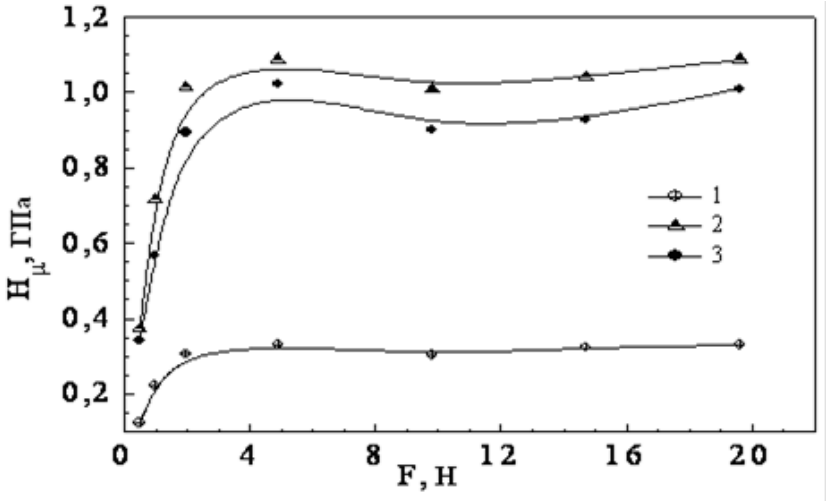
При исследовании поверхности отработавших эксплуатационный срок и находящихся длительное время в водном бассейне реактора ВВР-К стержня автоматического регулирования и его оболочки, изготовленных из сплава САВ-1, получены сведения о наличии коррозионных повреждений в виде локальных дефектов и отдельных язвенных образований. Изучение поперечных разрезов оболочек позволило установить присутствие в материале межкристаллитных трещин [26; с. 108-115]. Исследованиями установлено, что нейтронное облучение изменяет коррозионные свойства материала, при этом доза облучения играет основную роль в повышении скорости коррозии низколегированного алюминиевого сплава САВ-1.

Найдено, что склонность к МКК сплава увеличивается после облучения нейтронами. Показано, что максимальной склонностью к МКК обладает материал, получивший дозу облучения 10^{17} н/см^2. Причиной повышения склонности к МКК является состояние структуры, определяемое как состояние, типичное для термически обработанного сплава в режиме «возврат

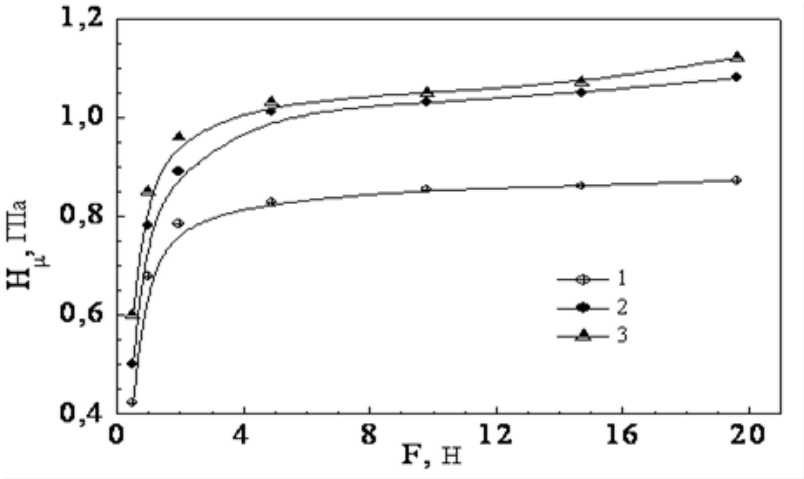
при старении». При этом наблюдается улучшение пластических свойств материала с сохранением прочностных характеристик, типичных для необлученного и термически обработанного сплава, в результате чего возрастает склонность материала к проявлению МКК [26; с. 108-115]. Получены данные об изменении химического состава материала в зоне локальных дефектов. Повышение дозы облучения увеличивает количество внесенных дефектов, вызывает образование ячеистой дислокационной структуры, приводит к коагуляции включений второй фазы, что снижает сопротивление питтинговой коррозии. По сравнению с необлученным материалом склонность к МКК также повышенная, однако она ниже, чем у слабо облученного материала.

При одновременном действии коррозионной среды и статической нагрузки в условиях ползучести скорость коррозии не зависит от состояния сплава САВ-1 и, практически, одинакова для облученного и необлученного материалов. Отжиг облученного низколегированного алюминиевого сплава САВ-1 снижает сопротивление коррозии [26; с. 108-115]. Установлено, что в условиях ползучести при одновременном действии агрессивной среды и постоянной нагрузки сопротивление коррозии сильно облученного сплава после отжига при 75 и 150 °С минимально и почти в 3,5 раза меньше, чем у необлученных образцов. Увеличение гетерогенности структуры материала определяет повышение склонности к коррозии и коррозионному растрескиванию облученного и отожженного сплава САВ-1.

В работе [11; с. 105-109] изучено влияние реакторного облучения при различных флюенсах 10^{17} – 10^{21} н/см^2 на микроструктуру и микротвердость сплавов САВ-1 и АМГ-2. Обнаружено, что реакторное облучение приводит практически к равномерному перераспределению основных примесей по всему образцу, ранее распределенных в исходных образцах неравномерно из-за естественного старения.



а)



б)

Рис. 1.7. Зависимость микротвердости от нагрузки на индентор необлученных и облученных нейтронами образцов сплавов САВ-1 (а) и АМГ-2 (б): необлученные (1); облученные флюенсами 10^{18} н/см^2 (2) и 10^{19} н/см^2 (3) [11; с. 105-109]

Установлено, что под влиянием облучения микротвердость сплавов существенно увеличивается при первичном облучении до флюенса10^{17} н/см^2 и линейно растет при дальнейшим повышении флюенсов до 10^{21} н/см^2. Увеличение микротвердости объясняется раздроблением и рассеянием локальных нерастворимых интерметаллических фаз системы Al-Mg-Si-Fe по большому объему сплавов и ростом концентрации радиационных дефектов с повышением флюенса [11; с. 105-109].

Результаты изменения микротвердости образцов в зависимости от флюенса в графическом виде приведены на рис. 1.7. Величина микротвердости существенно увеличивается после облучения флюенсом 10^{17} н/см^2 и относительно слабо линейно растет при дальнейшем повышении флюенсов почти во всем диапазоне нагрузки F>3Н. Видно, что микротвердость существенно возрастает при первом облучении. Существенное уменьшение размеров (раздробление) и рассеяние локальных нерастворимых интерметаллических фаз по большому объему сплавов после реакторного облучения и радиационные дефекты, по-видимому, приводят к дополнительному закреплению дислокаций, что обуславливает увеличение микротвердости образцов [11; с. 105-109].

§1.3. Анализ литературного материала и постановка задачи исследования

Проблема безопасной эксплуатации исследовательских ядерных установок, в которых как конструкционный материал используется алюминиевый сплав САВ-1 зависит от радиационной устойчивости физико-механических свойств и структур к полученному флюенсу нейтронов.

В последние десятилетия на основе изучения предела прочности, относительного удлинения и минимальной трещины стойкости показано, что алюминиевый сплав САВ-1 выдерживает нейтронные дозы до 3.510^{22} н/см^2 (E>0,8МэВ).

Однако, несмотря на наличие определенных работ по изучению механических, теплофизических свойств конструкционных материалов таких, как алюминиевые сплавы САВ-1, АМГ-2, все еще не обоснован уровень прочности, обеспечивающий заявленный срок эксплуатация исследовательских ядерных реакторов.

Алюминиевый сплав САВ-1 широко используется в ядерных исследовательских реакторах как конструкционный материал активной зоны реактора [62; с. 7-10].

Анализ литературных данных показывает, что, несмотря на большой объем исследований, касающихся влияния нейтронного излучения на структуру, механическую прочность и электропроводность алюминиевых сплавов, все еще нет систематического анализа их зависимости от флюенса нейтронов в диапазоне 10^{16}-10^{20} н/см^2.

В частности, слабо изучены сплавы систем САВ-1 и АМГ-2 – в литературе отсутствуют данные о формировании структуры и влиянии нейтронного излучения на механические и электрические свойства этих сплавов. Отсутствуют данные формирования пересыщенных твердых растворов в зависимости от флюенса нейтронов. Большое количество исследований посвящено сплавам САВ-1, в которых, тем не менее, не рассмотрены эффекты влияния динамического старения на микроструктуру и на изменения свойств данных сплавов под действием нейтронного излучения. Кроме того, несмотря на наличие данных о взаимосвязи микроструктурных и физических характеристик алюминиевых сплавов, на данный момент остается открытым вопрос о величине вклада твердорастворного упрочнения под действием нейтронного облучения на прочность и электропроводность алюминиевых сплавов.

Разработанное в последние годы низкообогащенное ядерное топливо типа ИРТ-4М отличается конструктивно от высокообогащенного топлива ИРТ-3М. Размер топливного сердечника увеличился от 0,5 мм до 0,7 мм, толщина оболочки уменьшилась от 0,45мм до 0,3 мм. При этом завод-изготовитель ТВС дает гарантию до 40% выгорания U-235, в то время как экономически целесообразно довести выгорание до максимального безопасного уровня 65% [62; с. 7-10].

Исходя из вышеизложенного, целью настоящей работы является изучение влияния нейтронного облучения на механические свойства и структуру конструкционных материалов ядерного реактора.

Для решения поставленной необходимо было решать следующие задачи:

- определить влияние нейтронов на поверхностную и на объемную структуру сплава САВ-1;
- определить микротвердости образцов алюминиевых сплавов типа САВ-1 и АМГ-2 до и после облучения флюенсами нейтронов от 10^{16} до 10^{20} н/см^2, при различных нагрузках на индентор;
- определить вклад о влияния нейтронного облучения на ряд прочностных характеристик конструкционных материалов ядерных реакторов из сплава САВ-1;
- провести анализ и выявить закономерности изменения микротвердости и прочности алюминиевых сплавов в зависимости от величины флюенса быстрых нейтронов;
- определить эмпирическую формулу, связывающую микротвердость с пределом текучести образцов САВ-1 в диапазоне от 10^{16} до $3{,}5\cdot10^{22}$ н/см^2.

ГЛАВА II. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

§ 2.1. Характеристики объекта исследования

Объектами исследования являлись образцы конструкционных алюминиевых сплавов САВ-1 и АМГ-2.

Алюминиевые сплавы находят все большее применение в реакторостроении, т.к. обладают целым рядом полезных свойств. Они экономичны, легкодоступны, прочны при низких температурах, устойчивы к коррозии, имеют большой запас ползучести и легко обрабатываются. У этих сплавов хорошие электропроводность, теплопроводность, высокая отражательная способность, немагнитны, взрывобезопасны и хорошо поглощают ударные нагрузки. В их числе сплавы АМГ-2 и САВ-1 относятся к группе алюминиевых деформируемых сплавов тройной системы Al−Mg−Si. Физические свойства этих сплавов зависят, прежде всего, от соотношения концентраций алюминия и основных легирующих элементов – магния и кремния. Поэтому основными фазами являются (Al)+Mg_2Si + Si [62; с. 7-10]. Кроме того, в таких сплавах могут быть различные интерметаллические соединения, например, AlSiMnFe, AlSiFe, $CuAl_2$, Mg_2Si и другие [28; с.78-83, 61- 63]. Эффекты воздействия радиации на алюминиевые сплавы интенсивно исследуются, однако в открытой печати мало информации по этому вопросу. Поэтому исследование изменения их механических характеристик под действием радиации является весьма актуальным [29; с. 3-9]. В связи с этим, становится актуальным изучение влияния реакторного облучения различными флюенсами на физико-механические и другие свойства сплавов в целях прогнозирования их при длительной эксплуатации реактора [11; с. 105-109].

Как и все сплавы системы Al-Mg-Si, сплавы САВ-1 и АМГ-2 менее всего подвержены радиационному повреждению при воздействии больших

нейтронных потоков. В таблице 2.1 приведен химический состав сплавов САВ-1 (ОСТ 1-90048-90, ТУ 1-5-140-78) и АМГ-2 [62; с. 7-10].

Таблица 2.1

Химический состав алюминиевых сплавов САВ-1, АМГ-2

Сплав	Состав, масс %										
	Основные компоненты			Примеси, не более							
	Al	Mg	Si	Fe	Mn	Cu	Cr	Ti	Ni	Cd	Zn
САВ-1	97,6–98,6	0,45–0,9	0,7–1,2	0,2	0,012	0,012	–	0,012	0,03	0,001	0,03
АМГ-2	95,7–98,2	1,7–2,4	0,4	0,5	0,1–0,5	0,15	0,04–0,35	0,15	–	–	0,15

Важная проблема современного реакторного материаловедения — изучение процессов изменения структуры и физико-химических свойств конструкционных материалов (стали, сплавы, керамики, полимеры специального назначения, полупроводники и т. д.) под действием интенсивных нейтронных и гамма-полей в условиях накопления флюенса до ~ 10^{22}н/см^2 и выше в связи с необходимостью оценки ресурса ядерных установок [30; с. 388, 31; с. 34].

При облучении сплава САВ-1 в результате ядерных реакций, вызванных нейтронами, меняются содержания кремния и других элементов, соответственно, соотношение фаз в сплаве [16; с.934-936, 11; с.105-109, 32; с.1705-1709], способствующие появлению микропор (трещин) и ухудшению не только прочностных, но и тепловых свойств материала.

В результате многолетнего опыта эксплуатации в качестве основного конструкционного материала исследовательских ядерных реакторов (ИЯР) типа ВВР-С выбран сплав САВ-1 [33; с.3-9]. В исследовательском реакторе ВВР-СМ (г. Ташкент, Узбекистан) сплав САВ-1 служит основным материалом активной зоны, из него изготовлены ТВЭЛы и элементы внутрикорпусных устройств.

§ 2.2. Облучение образцов

Для облучения нейтронами в диапазоне флюенсов от 10^{16} до 10^{20} н/см^2 были подготовлены образцы конструкционных материалов САВ-1 и АМГ-2.

Для облучения быстрыми нейтронами образцы размещались в одном из вертикальных каналов исследовательского реактора ВВР-СМ ИЯФ АН РУ с изменяемой схемой загрузки при мощности 10 МВт. Использовался вертикальный канал в 3-2 активной зоне реактора. Плотность потока быстрых нейтронов (E_n> 0,1*МэВ*) в канале составляла $3{,}3 \cdot 10^{13}$ н/(см^2·с) [62; с. 7-10]. Определялись изменения микротвердости при облучении быстрыми нейтронами, предварительная термообработка образцов не была предусмотрена.

Нейтроны вызывают смещение атомов и радиационное повреждение, в САВ-1 происходит образование дефектов: при этом формируются первичные и вторичные дефекты. Первичный эффект повреждения радиацией кристаллической решётки САВ-1 – это, когда одному из атомов решётки передают достаточно большую кинетическую энергию и одновременно передают дополнительную энергию системе коллективизированных и связанных электронов. Атом, который получил дополнительную кинетическую энергию (возбужденный) движется сквозь решётку, при этом расталкивая атомы и, оставляя за собой трек, то есть область повреждения, которую составляют смещенные атомы, окруженные облаком возбуждённых электронов. Результатом первичных эффектов взаимодействия ионизирующих излучений с веществами является образование вакансий и междоузельных атомов в решетке.

Нейтронное облучение приводит к увеличению наблюдаемой подвижности дефектов, которые существовали до облучения, и вновь образованных радиационных точечных дефектов. Это объясняет происхождение образований ассоциации точечных дефектов в виде петли

дислокаций, или кластеров, подвергнутых воздействию облучения даже в области низких температур [27; 33-38].

Нарушением смещения называются рассмотренные эффекты, которые возникают при смещении атомов в каскаде столкновений. Примесные нарушения – это совсем другой тип нарушений, связанный с примесными атомами, которые введены в результате превращения ядер мишени, либо при торможении бомбардирующего иона в образце.

На рис. 2.1 показана активная зона реактора ВВР-СМ и вертикальные каналы.

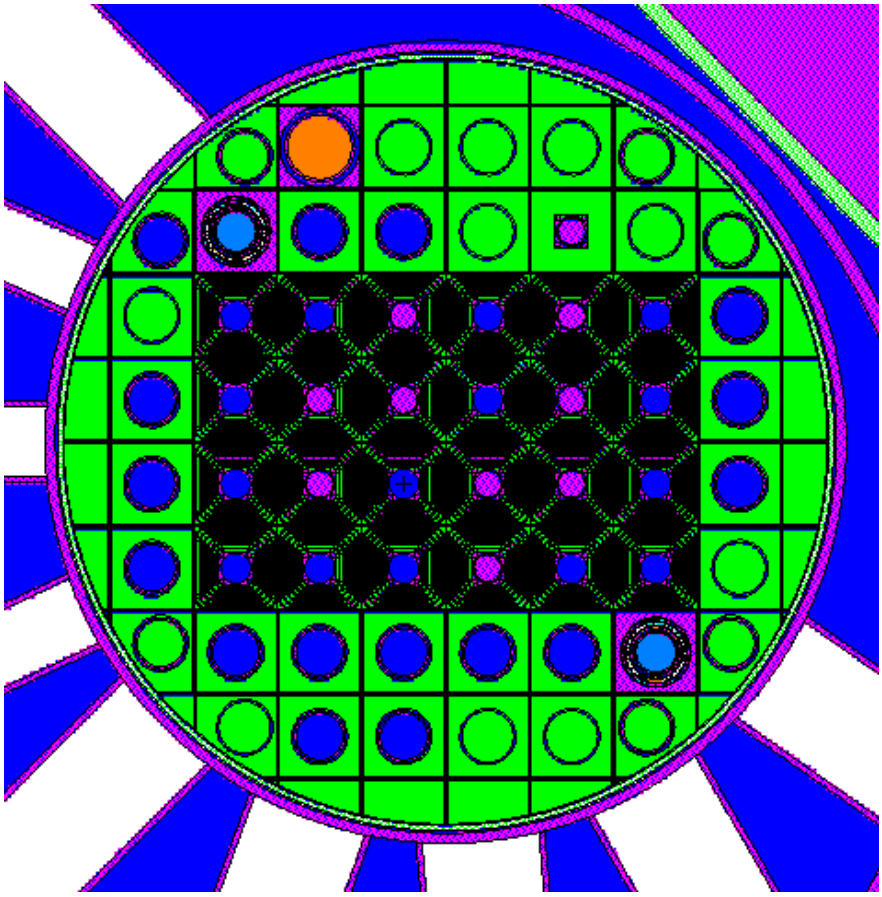


Рис. 2.1. Активная зона реактора ВВР-СМ АН РУз

Рис. 2.2 (а). Измеряемые образцы (САВ – 1 и АМГ - 2) и контейнер. Ø(диаметр)-17 мм, толщина 3 мм

Рис. 2.2 (б). Горячая камера реактора ВВР-СМ

Время выдержки образцов в канале в зависимости от суммарной дозы облучения (флюенсы нейтронов от 10^{16} н/см^2 до 10^{20} н/см^2) варьировалось от двух часов до года. Температура в канале придерживалась около 318 К. Отвод тепла, выделяющегося вследствие радиационного нагрева, осуществлялся за счет циркуляции воды первого контура объемной скоростью 1250 м^3/час [62; с. 7-10].

Некоторые образцы облучались на реакторе ИБР-2 (ОИЯИ, Дубна, Россия) в горизонтальном канале №3, средняя мощность реактора 2МВт, плотность потока тепловых нейтронов (E≤0,625эВ) с поверхности замедлителя: усредненная по времени ~ 10^{13} н/см^2·с, максимум в импульсе ~ 10^{16} н/см^2·с. У этих образцов предварительная термообработка также не проводилась. С этими образцами проведен ряд исследований состояния и радиационных повреждений сплава алюминия до и после облучения нейтронами с дозами 10^{16} – 10^{18} н/см^2 с помощью комплекса результатов, объемными методами (дифракция рентгенов и дифракция нейтронов) с целью определения корреляции структурного состояния с макроскопическими измерениями прочности, полученными с помощью нагрузочной машины.

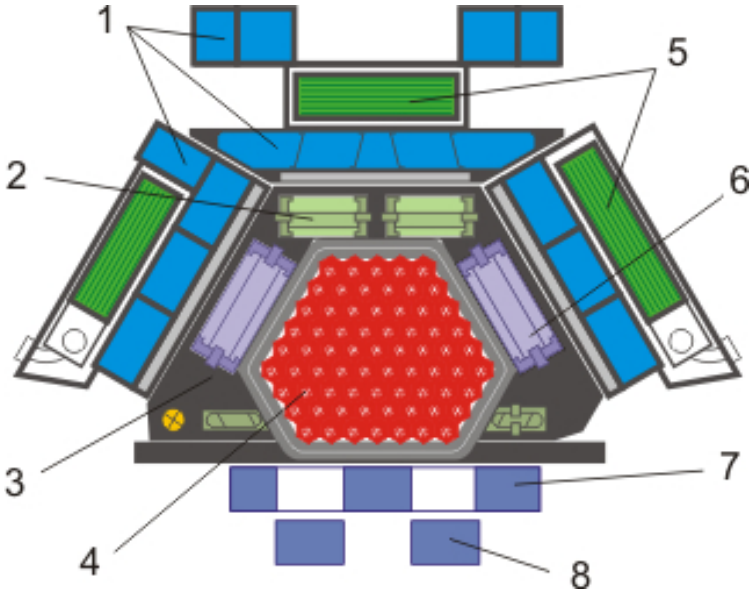
ИБР-2 со своими уникальными техническими решениями имеет один из самых высоких потоков нейтронов у замедлителя в мире: ~10^{16} н/см^2/с с 1850 МВт пиковой мощностью. Несмотря на это, реактор экономически выгоден: он потребляет гораздо меньше энергии, чем другие исследовательские реакторы и использует очень мало топлива (меньше чем 20 л), которое служит около 15-20 лет. Реактор работает непрерывно в двенадцатидневном цикле и потом останавливается для подготовки следующих экспериментов. Существует также летняя, более длительная остановка реактора для технической профилактики. Обычно реактор работает 9 циклов в году.

ИБР-2 – это быстрый импульсный реактор периодического действия. Его главное отличие от других реакторов состоит в механической модуляции реактивности с помощью подвижного отражателя. Подвижный отражатель является сложной механической системой, обеспечивающей надежную работу двух частей, определяющих модуляцию реактивности: основной подвижный отражатель (ОПО) и дополнительный подвижный отражатель (ДПО). Роторы основного и дополнительного подвижного отражателя вращаются в противоположных направлениях с разными скоростями. В момент совмещения обоих отражателей у зоны реактора генерируется импульс мощности. Топливные элементы собраны из таблеток двуокиси плутония с центральным отверстием, что позволяет увеличить глубину выгорания в 1.5 раза. В таблице 2.2 приведены основные параметры импульсного реактора ИБР-2, а на рис. 2.3 показано устройство активной зоны реактора ИБР-2.

Таблица 2.2

Параметры ИБР-2

Средняя мощность, МВт	2
Тип топлива	PuO_2
Количество ТВС	69
Максимальное выгорание, %	9
Частота импульсов, Гц	5; 10
Полуширина импульса, мкс: быстрые нейтроны тепловые нейтроны	 200* 340
Скорость вращения, оборотов в минуту: основной отражатель дополнительный отражатель	 600 300
Материал ОПО и ДПО	никель + сталь
Эксплуатационный ресурс ПО, часы	55000
Фон, %	7.5
Плотность потока тепловых нейтронов с поверхности замедлителя: - усредненная по времени - максимум в импульсе	 ~ 10^{13} н/см^2·сек ~ 10^{16} н/см^2·сек



1 - Водяные замедлители
2 - Система аварийной защиты
3 - Стационарный отражатель
4 - Тепловыделяющие сборки
5 - Холодные замедлители
6 - Регулирующие стержни
7 - Основной подвижный отражатель
8 - Дополнительный подвижный отражатель

Рис. 2.3 Устройство активной зоны реактора ИБР-2

На рисунке 2.4 приведена схема расположения оборудовании лаборатории нейтронной физики ОИЯИ.

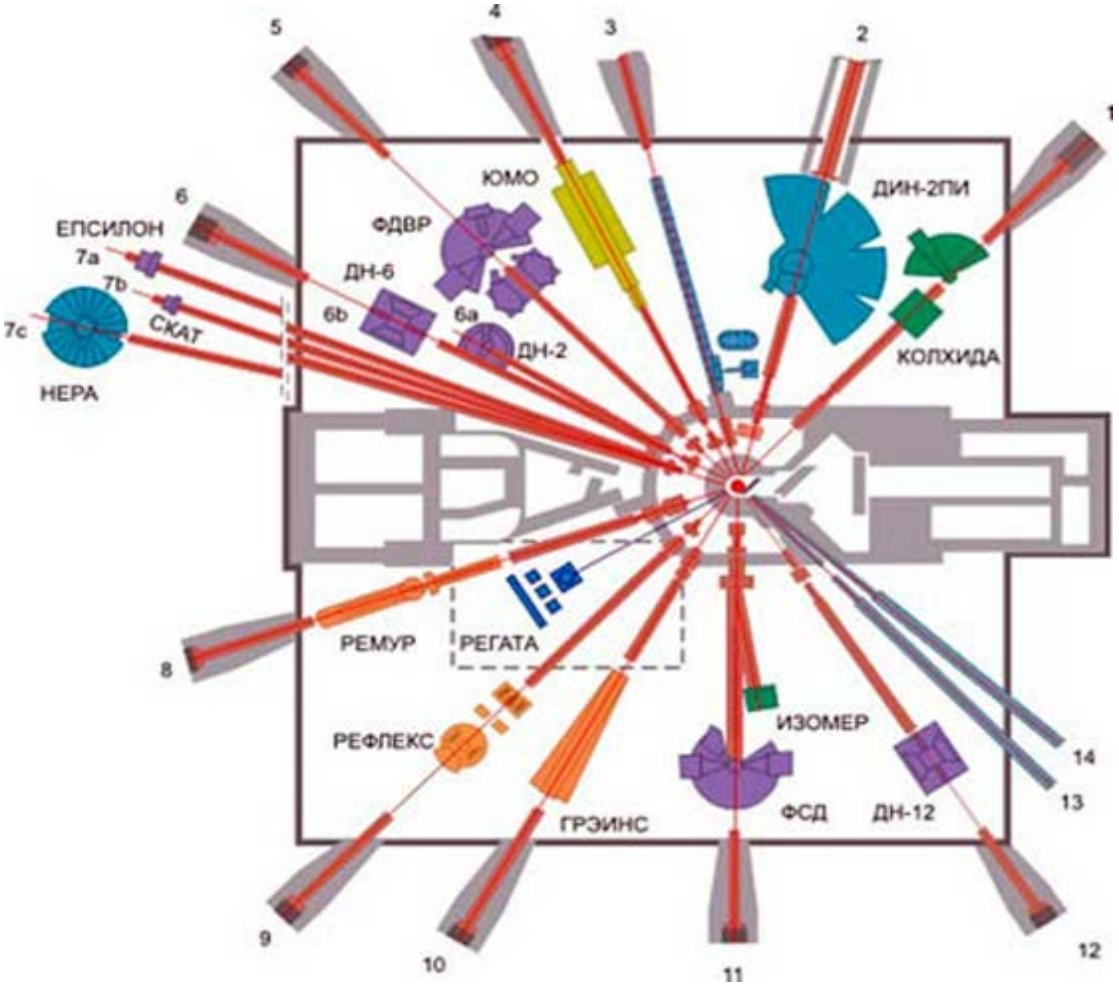


Рис. 2.4. Реактор ИБР-2 лаборатории нейтронной физики Объединённого института ядерных исследований

Доля гамма излучения при реакторном излучении составляет менее 1% нейтронного облучения. Это лежит в интервале ошибки определения плотности потока нейтронов в активной зоне реактора. Поэтому при облучении внутри активной зоны образцов нейтронами можно не учитывать вклад гамма излучения.

§ 2.3. Методика исследования структуры образцов

Исследования проводились на образцах алюминиевого сплава САВ-1 промышленной поставки, имеющих цилиндрическую форму, с разными диаметрами и длинами. Изучение структуры образцов проводилось на двух

установках: рентгеновский дифрактометр – EMPYREAN PANanalytical (Malvern, Worcestershire, United Kingdom) с излучением CuKα (λ = 1,54 Å) (рис 2.5); нейтронный дифрактометр - Фурье-стресс-дифрактометр.

Рис. 2.5 Рентгеновский дифрактометр –Empyrean

Для провидения измерения на рентгеновском дифрактометре были приготовлены три образца сплава САВ-1 размерами: Ø(диаметр)-17 мм, толщина 3 мм. Сначала три образца измеряли в необлученном виде, после этого образцы облучались: образец №1 - флюенсом10^{16} н/см^2, образец №2 – флюенсом -10^{17} н/см^2 и образец №3 - флюенсом10^{18} н/см^2.

Параметры рентгеновского дифрактометра –Empyrean при проведении экспериментов были следующие: Co-излучения, Step_0.026, Маска 15, Щель: 1/1; 1/2. Погрешность прибора составляет 10^{-4}.

Для исследования внутренних напряжений на канале № 11А реактора ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ (г. Дубна) создан специализированный фурье-дифрактометр ФСД (Рис. 2.6) [36; 37; с. 86-88].

Данный прибор создавался с учетом накопленного мирового опыта в постановке исследований внутренних механических напряжений в объемных образцах и изделиях. Использовался опыт ПИЯФ, Гатчина (дифрактометр мини-СФИНКС [38; с. 453]), GKSS, Геестхахт (дифрактометр FSS [39; с. 129])

и ЛНФ ОИЯИ, Дубна (дифрактометр ФДВР [40; с. 181]) в применении корреляционной фурье-техники в дифракции нейтронов.

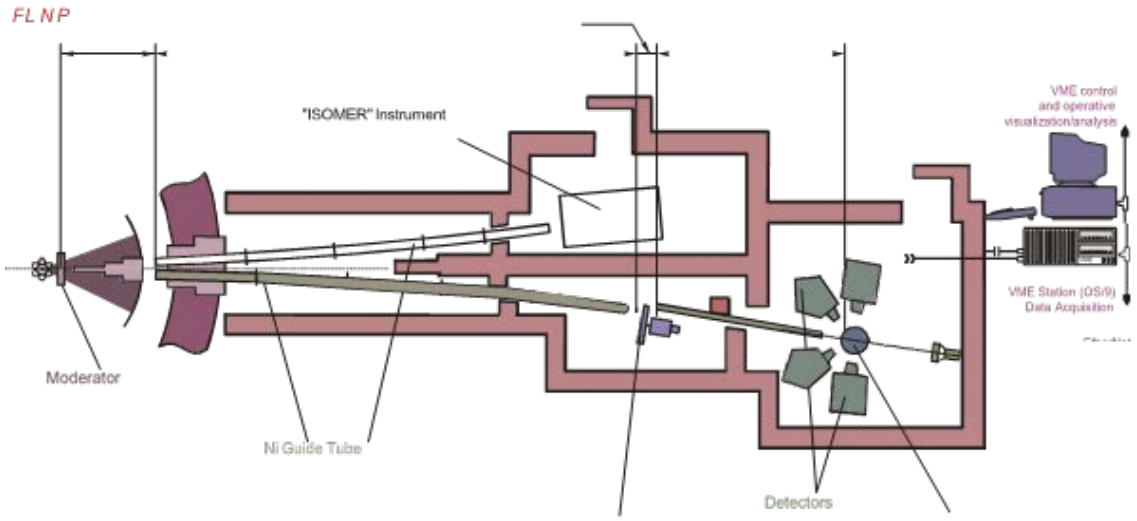


Рис. 2.6 Схема фурье- дифрактометра ФСД на реакторе ИБР-2 [41; с. 181, 42; с. 5-11]

Источником тепловых нейтронов является реактор ИБР-2 с водяным гребенчатым замедлителем, производящий импульсы тепловых нейтронов с частотой 5 Гц и длительностью ~320 мкс.

Н этом фурье-дифрактометре ФСД проведены эксперименты для серии образцов из алюминиевого сплава САВ-1 (Табл.2.3). Специальная корреляционная методика – использование быстрого фурье-прерывателя для модуляции интенсивности первичного нейтронного пучка и RTOF-метода для накопления данных – позволяет получать на ФСД дифракционные спектры с высоким разрешением ($\Delta d/d \approx 2\cdot10^{-3}$ при угле рассеяния $2\theta=140°$ и $\Delta d/d \approx 4\cdot10^{-3}$ при $2\theta=\pm90°$) в широком диапазоне межплоскостных расстояний, что обеспечивает необходимую точность регистрации небольших смещений дифракционных пиков и их уширений, погрешность прибора ФСД составляет 10^{-2} [41; с. 181, 42; с. 5-11].

Таблица 2.3

Параметры облученных и необлученных образцов сплава САВ-1 измереные на приборе ФСД

№	Флюенс, н/см$^{-2}$	Примечания
1	0	Цилиндр (∅6 мм, h =50 мм)
2	0	Цилиндр (∅6 мм, h=50 мм)
3	0	Порошок (ванадиевый контейнер, ∅5 мм, h=50 мм)
4	0	Диск (∅ 17 мм, h=3,2 мм)
5	10^{16}	Диск (∅ 17 мм, h=3,5 мм)
6	10^{17}	Диск (∅ 17 мм, h=2,9 мм)
7	10^{18}	Диск (∅ 17 мм, h=3,2 мм)

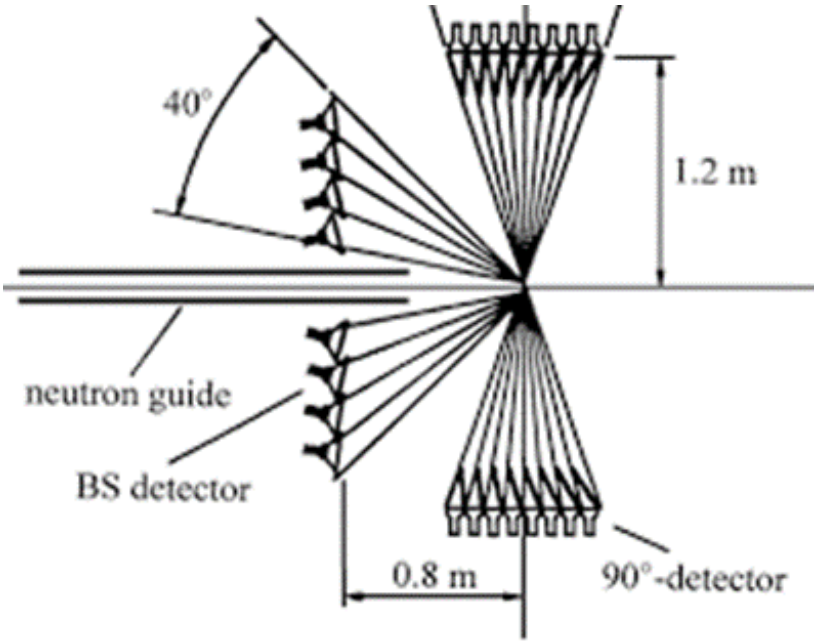


Рис. 2.7 Детекторная система дифрактометра ФСД

Для обеспечения высокой светосилы дифрактометра необходимо иметь большой телесный угол детекторной системы, при этом вклад детекторной системы в геометрическую компоненту функции разрешения не должен превышать временную компоненту для сохранения высокой разрешающей способности. С этой целью в ЛНФ ОИЯИ были проведены методические исследования, которые позволили разработать принципиально новый тип широко апертурных детекторов для дифрактометров высокого разрешения на

основе сцинтилляционных экранов ZnS (Ag)/Li_6F. Отличительной особенностью новой детекторной системы являются два многоэлементных детектора с комбинированной электронно-геометрической фокусировкой при средних углах рассеяния ±90°. В финальном варианте детекторная система ФСД будет состоять из двух детекторов с телесными углами ~0.16 стерадиан при углах рассеяния 2θ=±90° (Рис.2.7). При этом каждый из детекторов включает 7 независимых элементов с отдельным выводом электронного сигнала (в настоящее время установлено по 3 элемента в каждом детекторе). За счет гибкости сцинтилляционного экрана поверхность каждого элемента детектора с необходимой точностью аппроксимирует поверхность временной фокусировки рассеянных нейтронов. При этом электронная аппаратура обеспечивает суммирование сигналов от отдельных элементов детектора в единую шкалу времени пролета. Такое комбинированное использование электронной и временной фокусировок рассеянного пучка нейтронов приводит к резкому увеличению телесного угла детекторной системы и, соответственно, ее светосилы при сохранении высокого разрешения по межплоскостному расстоянию на уровне $\Delta d/d \approx 4\times10^{-3}$ [41; с. 181, 42; с. 5-11].

В методе рентгендифракционного анализа используется только дифрагированное излучение. Таким образом, XRD-анализ – один из дифракционных методов исследования структуры вещества, в основе которого лежит явление дифракции рентгеновских лучей на трёхмерной кристаллической решётке [37; с. 86-88].

Использование данного метода осуществляется с помощью проходных дифрактометров, которые состоят из источника рентгеновского излучения (рентгеновской трубки), связанного с высоковольтным генератором, рентгеновского гониометра, в который помещают исследуемый образец, детектора излучения и электронного измерительно-регистрирующего устройства. Детектором излучения служит счётчик квантов (ионизационная камера, пропорциональные, сцинтилляционные и полупроводниковые счётчики). На счётчик выводится последовательно каждый дифракционный

луч, что достигается перемещением счётчика в процессе измерения. Простейшая структурная схема работы рентгеновского дифрактометра приведена на рис. 2.8, максимумы пика (Kα, Kβ) являются характеристической частью спектра [43; 108-133]..

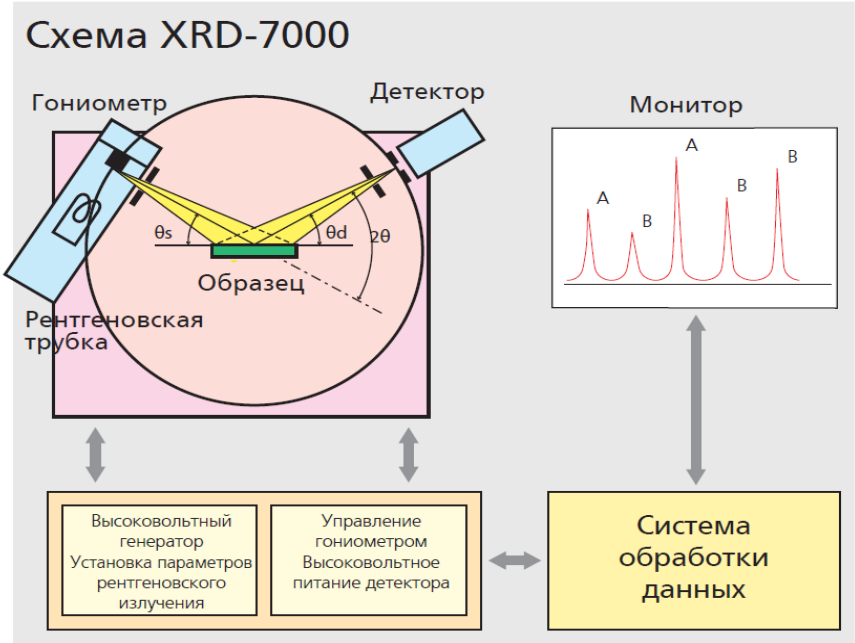


Рис. 2.8. Простейшая структурная схема работы рентгеновского дифрактометра [43; 108-133]

Особенность генерируемого рентгеновского излучения в том, что оно включает в себя широкий спектр длин волн (рис. 2.9).

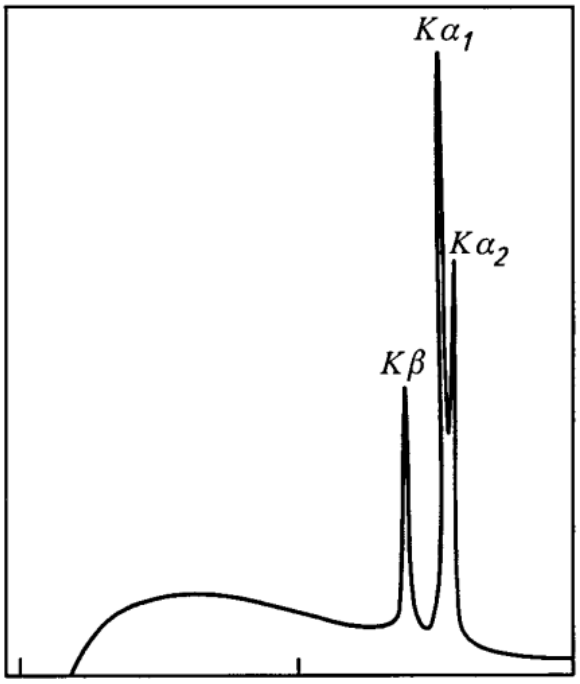


Рис. 2.9 - Спектр I(λ) луча, выходящего из рентгеновской трубки [43; 108-133]

Однако гораздо удобнее работать с рентгеновскими дифрактограммами, полученными с помощью монохроматического излучения. Для выделения такого рода излучения используются монохроматоры и рентгеновские фильтры, представляющие собой материалы, способные ослаблять интенсивность β-волн. Их поглощение характеризуют линейным (μ) или массовым (μ*) коэффициентами поглощения. Для уменьшения расходимости пучка используют различные оптические щели [43; 108-133].

Для решения ряда задач, связанных с изучением твердого тела, необходимо предельно точное определение периодов кристаллической решетки [44; с. 38-53].

Они зависят от температуры, от концентрации примеси, напряжений, возникающих при упругой деформации. Измеряя с большой точностью периоды решетки при постоянной температуре, можно определить содержание растворенного элемента в твердом растворе, структурный тип твердого раствора, измерить упругие напряжения в материале. Сопоставляя периоды решетки одного и того же вещества, измеренные при разных температурах, находят коэффициенты термического расширения [45; с. 140].

По периодам решетки кристаллов, закаленных высокой температурой, можно оценить концентрацию вакансий при температуре нагрева под закалку. Анализируя изменение периодов пересыщенного твердого раствора при его распаде, можно установить закономерности кинетики этого процесса, вызывающие существенные изменения свойств сплава. Это далеко не полный перечень задач, которые можно решать путем точных измерений периодов решетки. Параметры ячейки определяются путем измерения межплоскостных расстояний для ряда линий с известными индексами отражения hkl [45; с. 140]. Число линий должно быть по крайней мере равно числу неизвестных параметров. Однако часто достаточная информация (например, о составе твердого раствора) может быть получена путем измерений межплоскостного расстояния по какой-либо одной линии. В любом случае важно измерить межплоскостные расстояния с возможно большей точностью. Зная точное значение межплоскостного расстояния и воспользовавшись квадратичными формами, связывающими d^2 и периоды решеток [46; с. 107], можно вычислить периоды решеток для всех кристаллографических систем.

Межплоскостные расстояния определяют экспериментально, а индицирование рентгенограммы (то есть приписывание индексов hkl дифракционным пикам) известных структурных типов проводят путем сопоставления экспериментально полученной рентгенограммы с литературными данными или при расчете теоретической дифрактограммы. Индицирование неизвестных структур по порошковым данным является очень сложной и не всегда однозначно решаемой задачей для специального исследования. Для кристаллов всех сингоний, кроме кубической, межплоскостные расстояния в общем случае зависят от всех линейных параметров решетки, и для определения периодов необходимо использовать не менее стольких линий, сколько различных линейных параметров в решетке данной сингонии. Для расчета параметров ячейки выбирают соответствующее число про индицированных, наиболее четких, неперекрывающихся, достаточно интенсивных линий. Желательно выбирать линии в области

больших углов, так как при одной и той же точности измерения углов Δθ точность определения межплоскостных расстояний возрастает с увеличением угла отражения в соответствии с уравнением [47;12 с.]:

$$\frac{\Delta d}{d} = -ctg\theta \cdot \Delta\theta \qquad (2.1)$$

В таблице 2.4 приведены значения Δd/d при Δθ = ±0,001 радиан для измерений, проведенных по линиям с разными углами.

Таблица 2.4

Значения Δd/d [47;12 с.]

θ	20	40	50	60	70	80	85
Δd/d	0,275	0,12	0,084	0,058	0,036	0,018	0,009

Высокой точности определения периодов (погрешность 0,01– 0,001 %) можно достигнуть, применяя особые методы съемки и обработки результатов измерения рентгенограмм – так называемые прецизионные методы. Достижение максимальной точности в определении периодов решетки возможно следующими методами: 1) использование значений межплоскостных расстояний, определенных из углов в прецизионной области; 2) уменьшение погрешности в результате применения точной экспериментальной техники; 3) использование методов графической или аналитической экстраполяции. Минимальная погрешность Δd / d получается при измерениях под углами $\theta = 80^0 \div 83^0$. К сожалению, далеко не все вещества дают на рентгенограмме линии под такими большими углами. В этом случае для измерений следует использовать линию под возможно большим углом θ. Увеличение точности определения параметров ячейки связано также с уменьшением случайных ошибок, которые можно учесть только усреднением, и с учетом систематических погрешностей, если известны причины их

возникновения. Учет систематических погрешностей при определении параметров решетки сводится к нахождению зависимости систематических погрешностей от Береговского угла θ, что позволяет провести экстраполяцию к углам θ=90°, при которых погрешность определения межплоскостных расстояний становится малой. К случайным погрешностям относятся погрешности измерения, связанные с определением положения дифракционной линии на рентгенограмме. К систематическим относятся погрешности, обусловленные геометрией съемки и физическими факторами [47; 12 с.]

§ 2.4. Методика измерения углов отражения при дифрактометрической регистрации

В дифрактометре щель счетчика движется по окружности. При пересечении щелью счетчика конуса дифрагированных лучей возникает пик на дифракционной диаграмме. На дифракционной диаграмме угол 2θ, являющийся углом поворота счетчика, отсчитывается как координата максимума пика по оси абсцисс. Положение дифракционной линии может быть определено с большой точностью, если ее запись проведена по точкам. Координата линии определяется положением либо ее максимума, либо центра тяжести. В случае симметричных линий максимум находится следующим образом. На записанном профиле дифракционной линии проводят ряд прямых, соединяющих точки с равной интенсивностью (измеряемой от линии фона) и лежащих по разные стороны максимума. Полученные отрезки делят пополам и через середины проводят прямую до пересечения с профилем линии, которое и определяет положение максимума (2 θmax) (рис. 2.10) [47; 12 с.]

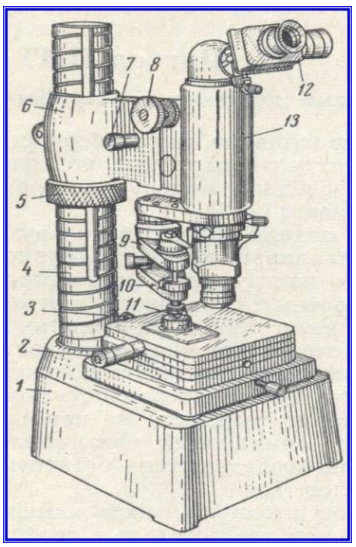
Рис. 2.10. Рентгеновская съемка дифракционного максимума

§ 2.5. Методика измерения микротвердости и прочности образцов

Твердость характеризуется способностью металла противостоять проникновению в него другого, более твердого тела. Испытание на твердость производится большей частью путем вдавливания твердого тела в испытуемый материал. Наиболее распространенными методами измерения твердости являются следующие: измерение твердости по Бринеллю, Роквеллу и Виккерсу [48; с. 13-22].

При измерении твердости металла по Бринеллю под действием плавно увеличивающейся нагрузки в испытуемый металл вдавливают стальной шарик и после снятия нагрузки измеряют диаметр отпечатка, оставшегося на поверхности образца. Деление величины нагрузки (в килограммах) на площадь поверхности сферического отпечатка (в квадратных миллиметрах) дает число твердости НВ [48; с. 13-22].

Замер твердости по Роквеллу производится алмазным конусом стандартного типа или стальным закаленным шариком диаметром 1,588 мм. Твердость по Роквеллу измеряется в условных единицах [48; с. 13-22].



1 – станина;
2 и 3 – винты предметного столика;
4 – стойка;
5 – кольцевая гайка;
6 – кронштейн;
7 – механизм микроподачи;
8 – механизм макроподачи;
9 и 10 –кронштейны механизма нагружения;
11 – индентор (алмазная пирамидка);
12 – окулярный микрометр;
13– тубус.

Рис. 2.11. Прибор ПМТ-3

Замер твердости по Виккерсу производят при помощи алмазного наконечника, имеющего правильную форму четырехгранной пирамиды, который под действием нагрузки вдавливается в испытуемый образец. После снятия нагрузки измеряют диагонали полученного на образце отпечатка. Число твердости определяют путем деления нагрузки на площадь боковой поверхности полученного пирамидального отпечатка [49; с. 272].

Мы проводили измерение по методу Виккерса, для определения микротвердости, в котором испытание на твердость производится вдавливанием алмазной пирамиды под нагрузкой от 2(5) до 200г, погрешность прибора ПМТ-3 составляет 2% [49; с. 272]. Алмазная пирамида имеет квадратное основание и угол при вершине между противолежащими гранями 136°. При испытании измеряли длину диагонали отпечатка; твердость Hμ определяется отношением нагрузки к площади поверхности отпечатка:

$$H_{\mu} = \frac{P}{F} = \frac{2P\,\mathrm{Sin}\frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1{,}854 \cdot \frac{P}{d^2} \qquad (2.2)$$

где P – нагрузка на пирамиду (Н), H_{μ}– микротвердость (ГПа), d – диаметр отпечатка индикатора, (мм).

Измерения микротвердости облученных образцов проводились после спада наведенной радиоактивности до допустимой дозы. Методика измерения отличается простотой и точностью. Образцы: диаметр d=15 мм, высота от h=2,0 мм до h=3,5 мм тщательно шлифовались.

При испытании образцов на растяжение определяют предел прочности (временное сопротивление) $\sigma_в$, предел текучести (физический) $\sigma_т$, предел текучести условный (технический) $\sigma_{0,2}$, предел пропорциональности $\sigma_{пц}$, истинное сопротивление разрыву $S_к$и относительное удлинение и сужение δ,

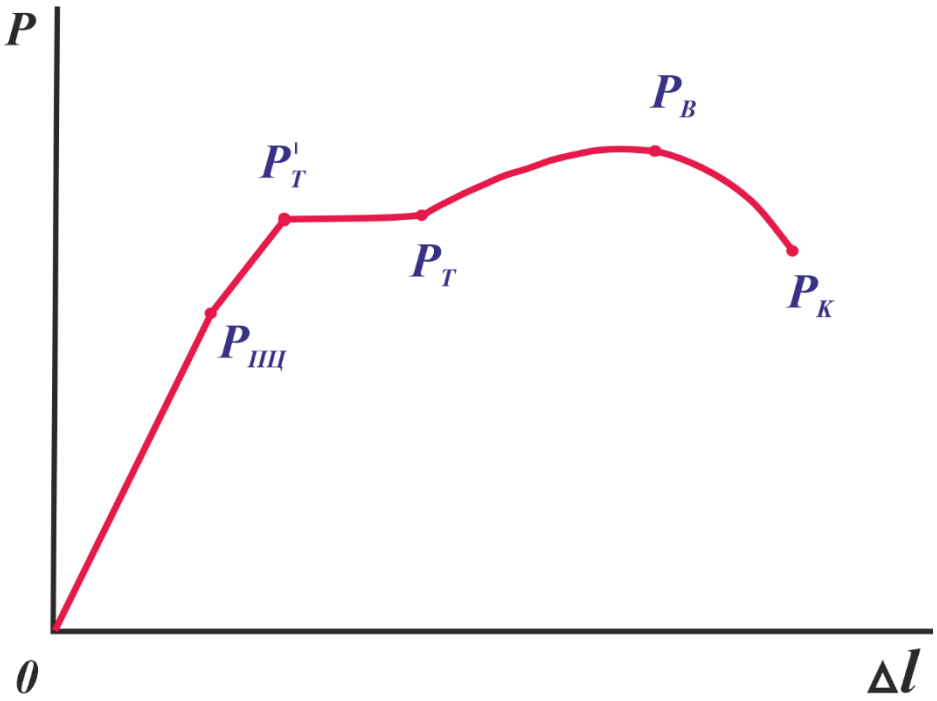


Рис. 2.12. Диаграмма растяжения (зависимость удлинения Δl от нагрузки P) [48; с. 13-22]

Рассмотрим показанную на рис. 2.12 диаграмму, на которой по вертикальной оси отложена приложенная нагрузка P в килограммах (чем выше точка по оси, тем больше нагрузка), а по горизонтальной оси - абсолютное удлинение Δl образца. Такие диаграммы строят по результатам растяжения

образцов на специальных испытательных разрывных машинах. Полученная кривая позволяет судить о прочности образца на растяжение [48; с. 13-22].

Начальный прямолинейный участок 0-Рпц характеризует упругость образца, пропорциональность между удлинением материала и нагрузкой (Рпц - нагрузка при пределе пропорциональности) [48; с. 13-22].

Точка Р'т резкого перегиба кривой определяет величину нагрузки при верхнем пределе текучести. Участок Р'т-Рт (площадка текучести), параллельный горизонтальной оси 0-Δl, в пределах которого образец удлиняется при постоянной внешней нагрузке [48; с. 13-22].

Точка Рв отмечает наибольшую растягивающую силу - нагрузку при пределе прочности, по которой рассчитывают предел прочности материала образца.Точка Рк определяет величину растягивающей силы в момент разрушения образца [48; с. 13-22].

Предел прочности при растяжении (временное сопротивление) - это напряжение, отвечающее наибольшей нагрузке, предшествовавшей разрушению образца:

$$\sigma_B = \frac{P_B}{F_0} \tag{2.3}$$

где F_0 - площадь поперечного сечения образца перед испытанием, мм^2 (м^2); Рв - наибольшая растягивающая сила, кгс (Н) [48; с. 13-22].

Предел текучести (физический) - это наименьшее напряжение, при котором происходит деформация испытуемого образца без увеличения нагрузки (нагрузка не увеличивается, а образец удлиняется):

$$\sigma_T = \frac{P_T}{F_0} \tag{2.4}$$

где Рт -нагрузка растяжения, вызывающая удлинение образца на площадке текучести, кгс (Н) [48; с. 13-22].

Предел текучести условный (технический) $\sigma_{0.2}$ - это напряжение, при котором остаточная деформация образца достигает 0,2%:

$$\sigma_{0.2} = \frac{P'_T}{F_0} \quad (2.5)$$

где Р'т - нагрузка растяжения в начале площадки текучести, кгс (Н) [48; с. 13-22].

Предел пропорциональности $\sigma_{пц}$ - условное напряжение, при котором отступление от линейной зависимости между напряжениями и деформациями достигает определенной степени, устанавливаемой техническими условиями:

$$\sigma_{ПЦ} = \frac{P_{ПЦ}}{F_0} \quad (2.6)$$

где $P_{пц}$ -нагрузка в конце площадки упругости, кгс (Н) [48; с. 13-22].

Истинное сопротивление разрыву - это напряжение в шейке растягиваемого образца, определяемое как отношение растягивающей силы, действующей на образец непосредственно перед его разрывом, к площади поперечного сечения образца в шейке:

$$S_K = \frac{P_K}{F} \quad (2.7)$$

где Рк-нагрузка в момент разрыва образца, кгс (Н); F - истинное сечение образца в момент разрыва, мм^2 (м^2).

Относительное удлинение δ и относительное сужение ψ определяются по формулам:

$$\delta = \Delta l / l_0 \cdot 100\% \quad (2.8)$$

$$\psi = (F_0 - F)/F \cdot 100\% \quad (2.9)$$

где $\Delta l = l_1 - l_0$- абсолютное удлинение образца при разрыве; l_1 - длина образца в момент разрыва; l_0- первоначальная длина образца; F_0-первоначальная площадь поперечного сечения образца; F - площадь образца после разрыва [48; с. 13-22].

Эксперименты по определению влияния быстрых нейтронов на прочностные характеристики сплава САВ-1 проводились при комнатной температуре на одноосной нагрузочной машине, предназначенной для создания механических воздействий на образец LoadMachine LM-20 (Чехия)

при различной скорости деформации (ПИД регулировка) [63; с. 33-38]. Механическая конструкция машины позволяет развивать усилия как растягивающего, так и сжимающего характера, до максимальной величины 30 кН. Основным достоинством конструкции подвижных частей машины является практически безлюфтовая передача нагрузки на образец. Величина нагрузки выбрана 10 кН, шаг мотора выбран 0.25 мкм в секунду.

Образцы (САВ-1) для механических испытаний:

- на сжатие: цилиндровые стержни с размерами ⌀~6 мм, l_0 ~12 мм,
- на растяжение: цилиндровые стержни с размерами ⌀~ 6 мм, l_0 ~ 72-78 мм.

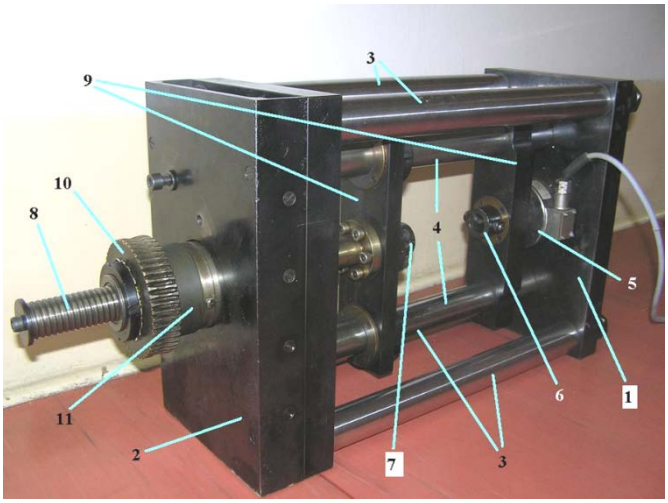


Рис. 2.13. Прибор Load Machine LM-20

Неподвижной частью машины является металлический каркас, представленный двумя расположенными параллельно друг относительно друга платформами (Обозначенные на рис.2.13 цифрами 1, 2), на которых установлены перпендикулярно их плоскостям и жестко связаны с ними шесть цилиндрических стержней. Четыре из них (обозначены цифрой 3, см. Рис.2.13) являются основными несущими конструктивными элементами и размещены креплениями ближе к углам платформ, а два (обозначены цифрой 4 на. Рис.2.13) – ближе к геометрическому центру каркаса и в одной плоскости с осью нагрузки. Как ясно из рисунка, стержни 4 служат для обеспечения более жёсткой фиксации направления оси нагрузки. В центре одной из платформ

(обозначено 1, будем называть ее нижней, как правило, именно на нее вертикально ставится машина при проведении определенного вида экспериментов) закреплено устройство для измерения развиваемого усилия (5). С устройством (5) связан нижний фиксатор крепления держателя образца (6). Верхний фиксатор крепления держателя образца (7) жестко связан с осью нагрузки прибора (8) путем болтовых соединений со своим держателем в форме платформы. Держатели в форме платформ (9) предусмотрены для обоих фиксаторов, но их размеры меньше, по сравнению с основаниями. Эти платформы достаточно плотно насажены своими боковыми отверстиями на стержни (4), как видно из рис. 2.13. Верхняя из этих платформ (9) является подвижной, она движется вместе с фиксатором держателя и держателем образца при передаче нагрузки. Нагрузочная ось (8) также представляет собой систему металлических стержней, проходящую через верхнюю платформу каркаса, с выполненной правовинтовой резьбой на своей наружной части. Передача нагрузки на ось осуществляется от шагового двигателя (крепления для которого предусмотрены на внешней стороне верхней каркасной платформы 2), с помощью шестерни (10), и далее, на ось, при помощи механизма, заключенного в корпусе (11), по принципу «бесконечного винта».

Выводы по второй главе

Таким образом, для изучения структуры и прочностных характеристик алюминиевых сплавов САВ-1 И АМГ-2 были использованы следующие методы и установки:

рентгеновский дифрактометр – EMPYREAN PANanalytical (Malvern, Worcestershire, United Kingdom) с излучением CuKα (λ = 1,54 Å);

нейтронный дифрактометр - Фурье-стресс-дифрактометр;

стандартный прибор ПМТ-3 для определения микротвердости;

нагрузочная машина LM-20 для определения прочностных характеристик.

ГЛАВА III. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ СПЛАВА САВ-1

§ 3.1. Определение параметров элементарной ячейки и фазового состава образца САВ-1, облученного быстрыми нейтронами ядерного реактора, на рентгеновском дифрактометре – Empyrean

При взаимодействии рентгеновского излучения с кристаллическими веществами образуется совокупность вторичного излучения: дифрагированное, флуоресцентное, просвечивающее, тепловое, фотоэлектронное и др.

Условие дифракции выражается формулой Брэгга-Вульфа:

$$2d \cdot \sin\theta = n \cdot \lambda \qquad (3.1)$$

где d – межплоскостное расстояние, θ – угол между пучком рентгеновских лучей и плоскостью образца, λ – длина волны рентгеновского излучения, n – целое число.

В таблице 3.1 приведены результаты экспериментально полученной рентгенограммы необлученных и облученных образцов САВ-1, значения углов отражения и межплоскостные расстояния. Экспериментальная ошибка составляет 10^{-4}.

Таблица 3.1

Результаты рентгеновской дифракции необлученных и облученных образцов САВ-1

Угол [2θ]-0	Угол [2θ]-10^{16} н/см^2	Угол [2θ]-10^{17} н/см^2	Угол [2θ]-10^{18} н/см^2	d-расст.-0 [Å]	d-расст. [Å] - 10^{16} н/см^2	d-расст. [Å]- 10^{17} н/см^2	d-расст. [Å]- 10^{18} н/см^2	hkl
44.9474	44.9696	44.9899	45.5216	2.34005	2.33895	2.33795	2.31207	111
52.3859	52.4123	52.4363	53.0690	2.02654	2.02559	2.02473	2.00231	200
77.2510	77.2938	77.3330	78.3632	1.43298	1.43231	1.43170	1.41585	220
94.1038	94.1614	94.2141	95.6040	1.22205	1.22148	1.22096	1.20744	311
99.7285	99.7921	99.8502	101.3873	1.17002	1.16948	1.16898	1.15603	222
123.9617	124.0625	124.1548	126.6258	1.01327	1.01280	1.01236	1.00116	400

Как видно из таблицы при увеличении дозы облучения быстрыми нейтронами уменьшаются межплоскостные расстояния в образцах САВ-1, при этом значения углов °2θ увеличиваются.

На рис. 3.1 представлена рентгенограмма необлученного образца САВ-1, где четко видны в плоскостях 111 (2θ=44,9474), 200 (2θ=52,4123) и 220 (2θ=77,2510) дифракционные линии алюминия. Кроме того в плоскости 220 (2θ=46,5102) видна вторая фаза дифракционной линии Mg_2Si. В 2θ~40 видно диффузионное отражение из аморфной пленки Al_2O_3.

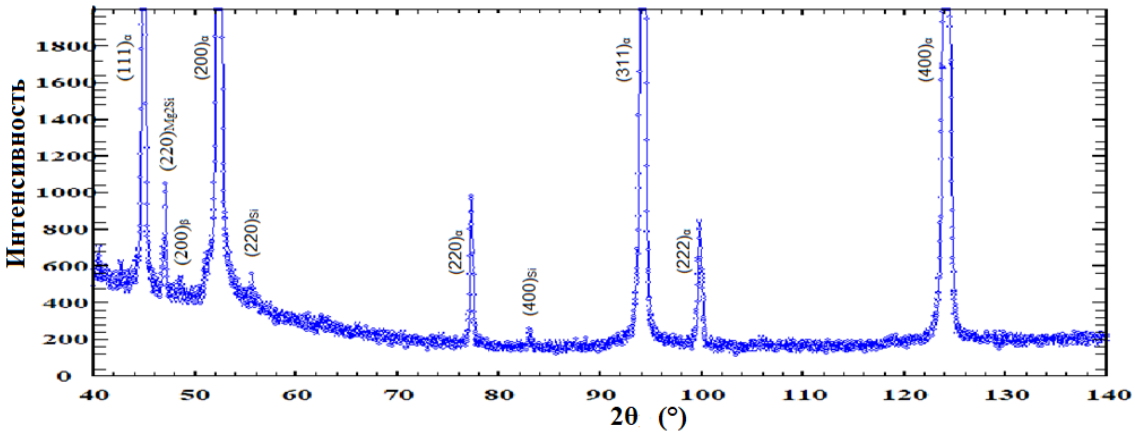


Рис. 3.1. Рентгенограмма необлученного образца САВ-1

На рис. 3.2 представлена рентгенограмма облученного флюенсом 10^{18} н/см^2 образца САВ-1, где видно, что около 2θ~40 диффузионное отражение из аморфной пленки Al_2O_3 уменьшилось. Пики дифракционной линии алюминия сместились в сторону больших градусов по сравнению с необлучёнными образцами. В соответствии с формулой Брэгга-Вульфа при неизменной рентгеновской длине волны сокращается межплоскостное расстояние. При этом увеличивается плотность образца и в результате также увеличивается микротвердость.

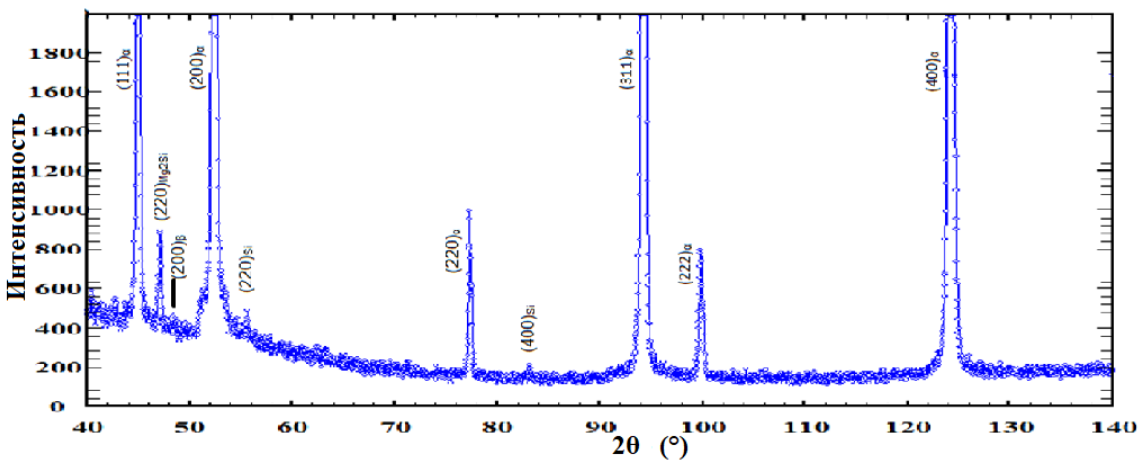


Рис. 3.2. Рентгенограмма облученного флюенсом 10^{18} н/см^2 образца САВ-1

Как известно, алюминиевый сплав САВ-1 является поликристаллом, в котором в результате многотысячного повторения кристаллической решетки появляются разломы (разрушения) решетки, атомы магния обычно располагаются в этих разломах. Ионный размер магния 0,71 Å, поэтому он распологается только в разломах кристалической решетки.

При облучении атомы кремния могут располагаться между атомами алюминия, так как размер между атомами алюминия (ионный размер) 0,67 Å, а кремния 0,4 Å. Это приводит к смешиванию матричной решетки алюминия и уменьшению межплоскостного расстояния, а также увеличению микротвёрдости.

На рис. 3.3 приведены результаты измерения межплоскостных расстояний в плоскости (400) образцов САВ-1 в зависимости от флюенса быстрых нейтронов.

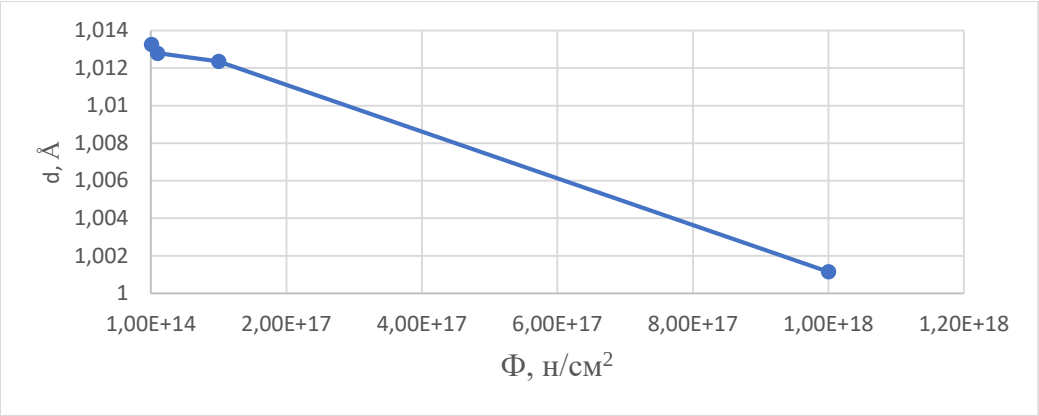


Рис. 3.3. Межплоскостные расстояния в плоскости (400) в образцах САВ-1 в зависимости от флюенса быстрых нейтронов

Причина уменьшения межплоскостного расстояния – образование дефектов (пар Френкеля) при облучении, возникновение кластеров и расположение этих кластеров между плоскостью ГЦК. В таблице 3.2 приведены результаты измерения междуатомных расстояний облученных и необлученных образцов алюминиевого сплава САВ-1.

Таблица 3.2

Междуатомные расстояния образцов САВ-1

$Al_{4.00}$	0	10^{16} н/см^2	10^{17} н/см^2	10^{18} н/см^2
a/ Å	4.0531	4.0512	4.0495	4.0046

Как видно из таблицы, при увеличении дозы облучения быстрыми нейтронами уменьшается междоузельное расстояние в образцах САВ-1 за счет образования дефектов и разрушения кристаллической решетки.

Рентгеноструктурный фазовый анализ (РСФА) образцов выявил существенную разницу в интенсивности пиков образцов до и после облучения. На рис. 3.4 ÷ 3.8 представлены сравнительные дифрактограммы исследованных образцов, последовательно снятые при идентичных настройках дифрактометра. На рис. 3.6 представлено сравнение экспериментальных результатов интенсивностей рефлексов необлучённых образцов САВ-1 (отражение рентгеновского излучения), полученных на

рентгеновском дифрактометре PANanalytical, с результатами моделированной программы FullProf. Ошибки R-factor не превышают 7 %, например у образца №3 ошибки R-factor 6,68%, Rf- factor 4,43%.

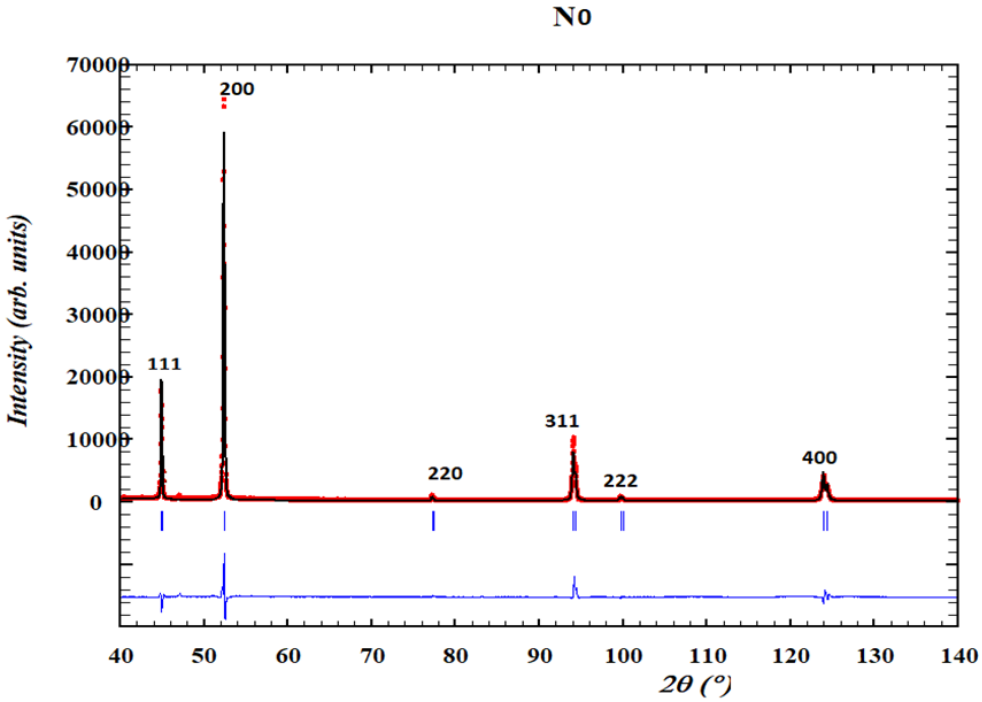


Рис. 3.4. Дифрактограмма необлучённых образцов САВ-1 (черные линии - результаты модельного расчета по программе FullProf, красные точки -экспериментальные данные)

Как видно из рис. 3.4 полученные экспериментальные данные хорошо согласуется с расчетными. Синие линии это разниця между данными эксперимента и расчета по методу Ритвельда.

На рис. 3.5 приведено сравнение экспериментальных результатов интенсивностей рефлексов облучённых флюенсом быстрых нейтронов 10^{17} н/см^2 образцов САВ-1 (отражение рентгеновского излучения), полученных на рентгеновском дифрактометре – Empyrean, с результатами моделированной программы FullProf.

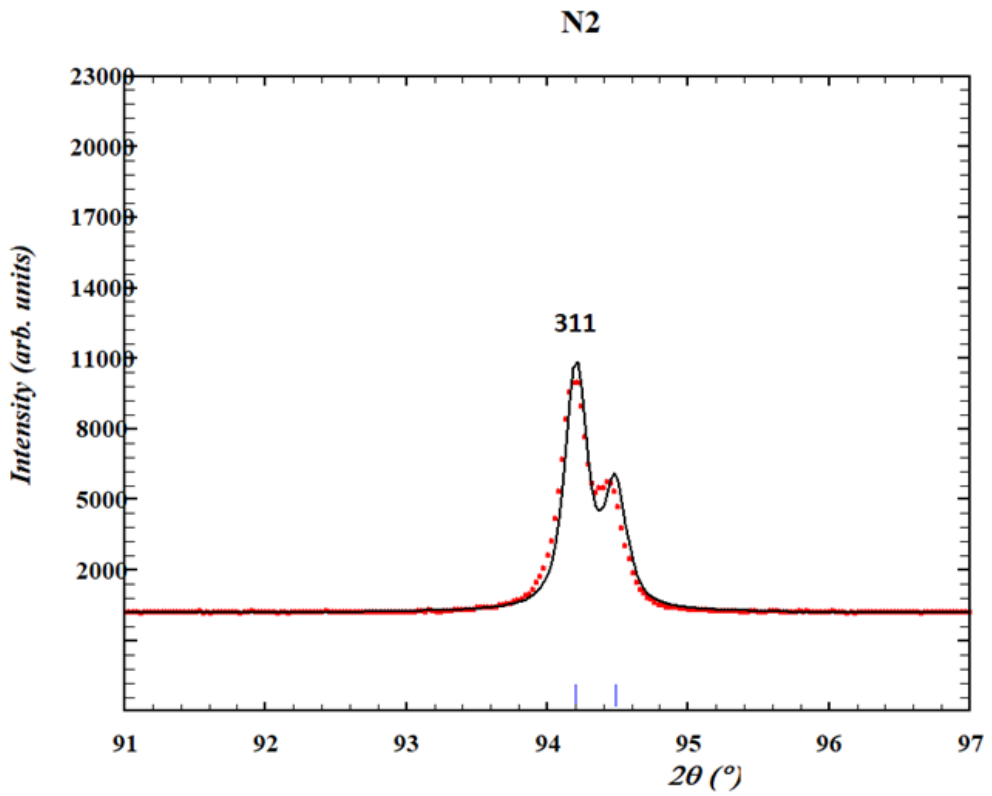


Рис. 3.5. Дифрактограмма облучённых флюенсом быстрых нейтронов 10^{17} н/см^2 образцов САВ-1 (красные точки - экспериментальные результаты, черные линии - результаты модельного расчета по методу Ритвельда)

Как видно из рис. 3.5 полученные экспериментальные данные хорошо согласуется с расчетными.

Представленное на рис. 3.6 сравнение экспериментальных результатов интенсивностей рефлексов облучённых флюенсом быстрых нейтронов 10^{18} н/см^2 образцов САВ-1 с результатами моделированной программы FullProf также показывает хорошее согласие с расчетными данными.

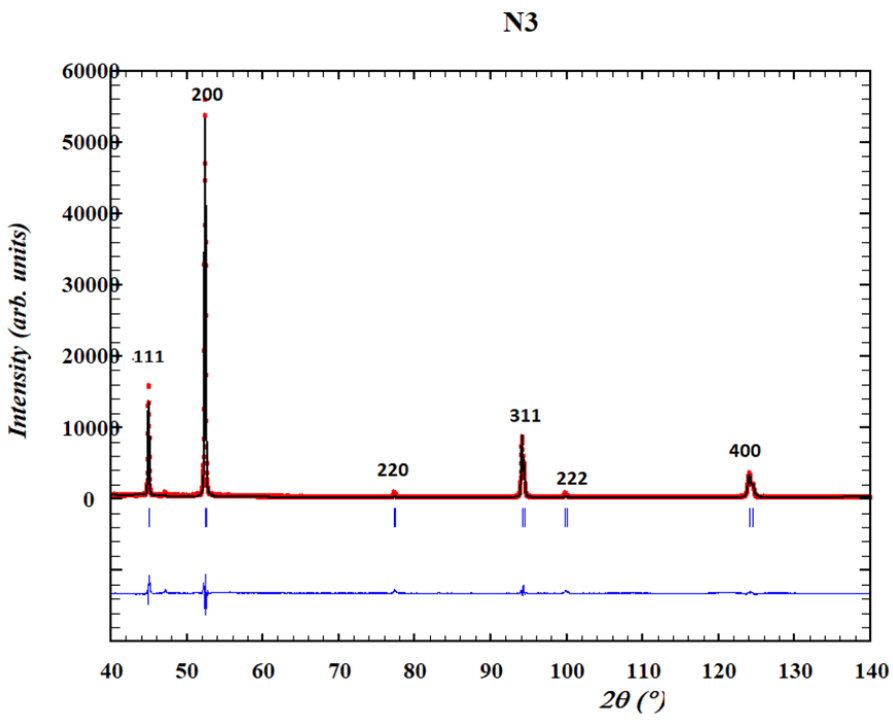


Рис. 3.6. Дифрактограмма облучённых флюенсом быстрых нейтронов 10^{18} н/см^2 образцов САВ-1 (красные точки – экспериментальные результаты, черные линии – результаты модельного расчета по методу Ритвельда)

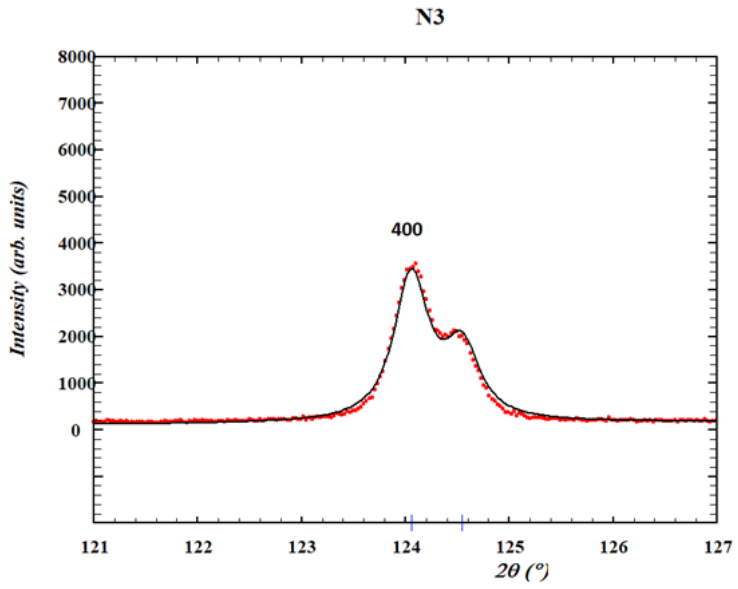


Рис. 3.7. Дифрактограмма облучённых флюенсом быстрых нейтронов 10^{18} н/см^2 образцов САВ-1 в плоскости 400 (красные точки экспериментальные результаты, черные линии – результаты модельного расчета по методу Ритвельда)

Представленное на рис. 3.7 сравнение экспериментальных результатов интенсивностей рефлексов облучённых флюенсом быстрых нейтронов 10^{18} н/см^2 образцов САВ-1 в плоскости 400 с результатами моделированной программы FullProf также показывает хорошее согласие с расчетными данными.

§ 3.2. Определение параметров элементарной ячейки и фазового состава образцов САВ-1 на установке Фурье-стресс-дифрактометр, облученных быстрыми нейтронами в ядерном реакторе

Практически во всех изученных образцах наблюдалась заметная текстура материала, что, по-видимому, обусловлено наличием текстуры в исходном материале заготовки, из которой изготавливались образцы. Измеренные дифракционные спектры были обработаны по методу Паули [50], в результате чего были определены параметры кристаллической решетки материала и параметры зависимости ширин пиков от межплоскостного расстояния (рис.3.8).

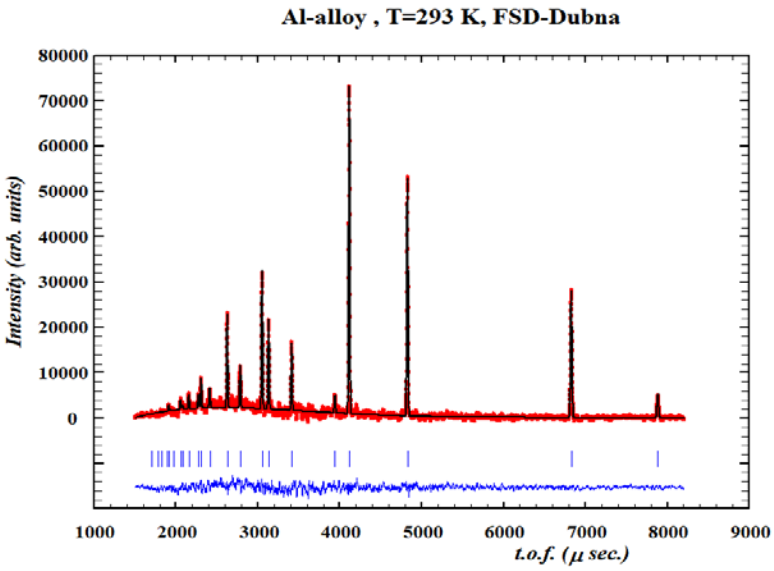


Рис. 3.8 Дифракционный спектр алюминиевого сплава САВ-1 (образец №1), обработанный методом Паули [50]. Показаны экспериментальные точки, расчетная и разностная кривые, положения дифракционных пиков

Поскольку размер элементарной ячейки кристаллической решетки твердого раствора в разных участках решетки различен, поэтому можно говорить лишь о среднем значении периода [48; с. 13-22].

Известно, что в твердых растворах внедрения атомы растворенных элементов располагаются в межатомных промежутках кристаллической решетки и приводят к местным искажениям кристаллической структуры основы сплава [20;с. 1-9]. Эти искажения, относительно велики из-за малых размеров пор, в которых размещаются примесные атомы. Поэтому увеличение объема искаженных ячеек, несмотря на их относительно малую долю, приводит к заметному увеличению среднего периода решетки сплава, и соответствующему возрастанию объема элементарной ячейки при образовании раствора внедрения, что и наблюдается на опыте. Как следствие, конкретная конфигурация кристаллической решетки сплава характеризуется тем, что одни поры заняты, а другие свободны [48; с. 13-22].

Из анализа уширения дифракционных пиков по сравнению с функцией разрешения дифрактометра были определены микродеформации, усредненные по всем наблюдаемым рефлексам (*hkl*) (см. [40; с.181]).

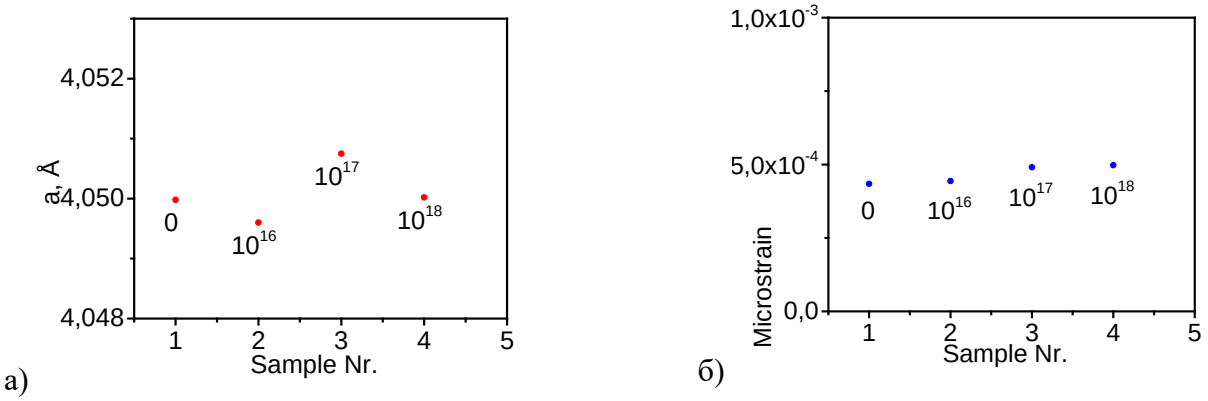


Рис. 3.9 Параметры кристаллической решетки (а) и средняя микродеформация (б) для образцов алюминиевого сплава САВ-1. Для облученных образцов указаны полученные дозы

В результате облучения образцов не происходит диффузия отдельных элементов и выпадение отдельных фаз внутри или на границах зерен. Наблюдаемая разница параметров решетки для цилиндрических образцов и дисков, скорее всего, вызвана деформацией материала в процессе изготовления образцов дисков. Уровень микродеформаций в изученных образцах довольно небольшой и, по-видимому, их присутствие обусловлено появлением микрдеформаций в исходной заготовке при прокатке материала. Четкой зависимости параметра решетки материала и микродеформаций от дозы облучения для образцов №№ 1- 4 не обнаружено, что свидетельствует об отсутствии заметных структурных изменений при невысоких дозах облучения [61; с. 119-120.].

Выводы по третьей главе

С увеличением дозы облучения межплоскостное расстояние уменьшается. На углах около $2\theta_Б \sim 124°$ при облучении флюенсом 10^{18}н/см^2 межплоскостное расстояние и параметр решетки уменьшается на 1,2%. Причина уменьшения межплоскостного расстояния – образование дефектов (пар Френкеля) при облучении, возникновение кластеров и расположение этих кластеров между плоскостью ГЦК.

Параметры структуры, полученные нами рентгеноструктурным фазовым анализом (РСФА), хорошо согласуются с расчётными данными программы Full Prof. Так как РСФА определяет изменение на поверхности материала, этим методом удаётся определить изменение параметров решетки, которые практически не наблюдаются при нейтронном структурном анализе (ФСД) из-за объёмного характера измеряемых величин [27; 33-38].

В итого с увлечением дозы облучении возрастает прочностные характеристики сплава алюминия САВ-1.

ГЛАВА IV. ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ И ПРОЧНОСТИ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ САВ-1 И АМГ-2

§ 4.1. Измерение микротвердости образцов сплавов САВ-1 и АМГ-2 до и после нейтронного облучения

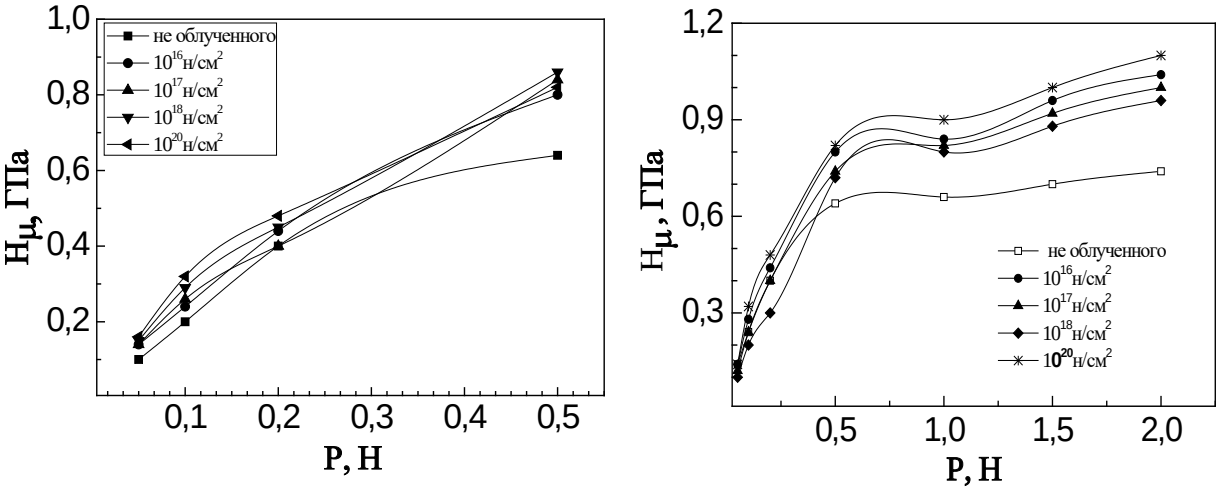
Для определения микротвердости использовали стандартный прибор ПМТ-3, на котором испытание на твердость производится вдавливанием алмазной пирамиды под нагрузкой от 2(5) до 200г [49; с. 272]. Алмазная пирамида имеет квадратное основание и угол при вершине между противолежащими гранями 136°. При испытании измеряли длину диагонали отпечатка; твердость $H\mu$ определялась отношением нагрузки к площади поверхности отпечатка:

$$H_{\mu} = \frac{P}{F} = \frac{2PSin\frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1{,}854 \cdot \frac{P}{d^2} \qquad (4.1)$$

где P – нагрузка на пирамиду (Н), $H\mu$ – микротвердость (ГПа), d – диаметр отпечатка индикатора, (мм).

Измерения микротвердости облученных образцов проводились после спада наведенной радиоактивности до допустимой дозы.

Результаты измерения микротвердости для образцов сплава САВ-1 представлены на рис. 4.1(а, б). Из рисунков видно, что зависимость $H\mu$ (P) можно условно разделить на два интервала: при нагрузках от 0 до 50 г наблюдается резкая зависимость $H\mu$ от нагрузки; с увеличением нагрузки кривые $H\mu$ (P) становятся более пологими и выходят на насыщение.



а) б)

Рис. 4.1(а, б). Зависимость микротвердости образцов сплава САВ-1 от нагрузки: (1) 10^{16} н/см^2, (2) 10^{17} н/см^2, (3) 10^{18} н/ см^2, (4) 10^{20} н/см^2 [60; с. 753-755]

Вследствие наличия трещин и пониженной прочности поверхностного слоя, а также из-за возможности поверхностного наклепа, изменение применяемой нагрузки приводит к проникновению алмазной пирамиды в различные по своим физическим и химическим свойствам слои. Полученные в эксперименте значения H_μ отражают особенности свойств этих слоев. На рис. 4.1 б представлена зависимость H_μ(P) при нагрузках менее 50 г. Можно отметить, что величина микротвердости особенно сильно возрастает с увеличением P для образцов, облученных флюенсами 10^{16}, 10^{17} и 10^{20} н/см^2.

На рис. 4.2 приведены зависимости H_μ образцов сплава САВ-1 от флюенса нейтронов при фиксированной нагрузке. Видно, что для сплава САВ-1 до Ф=10^{18} н/см^2 наблюдается снижение микротвердости, пропорциональное логарифму флюенса, затем, с дальнейшим набором флюенса, H_μ увеличивается и становится равным величине микротвердости Ф=10^{16} н/см^2.

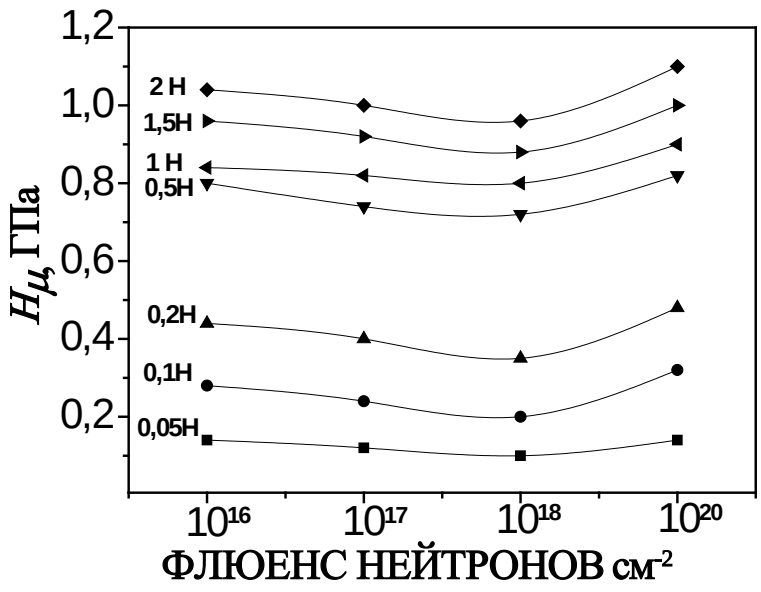


Рис. 4.2. Зависимость микротвердости облученных образцов сплава САВ-1 от флюенса нейтронов [60; с. 753-755]

Следует отметить, что при Р = 0,05 Н микротвердость практически не меняется с дозой; следовательно, имеющаяся дефектность структуры почти не увеличивается при появлении радиационных дефектов. Зависимость H_μ(Ф) усиливается при увеличении нагрузки.

Видно, что для сплава САВ-1 до Ф=10^{18} н/см^2 наблюдается снижение микротвердости, пропорциональное логарифму флюенса, затем, с дальнейшим набором флюенса, H_μ увеличивается. Причина снижения микротвердости до флюенса 10^{18} н/см^2 – это радиационный отжиг. При дальнейшем увеличении флюенса микротвердость возрастает за счет раздробления зоны Гинье-Престона и увеличения количества дефектов в кристаллической решетке [60; с. 753-755].

Радиационное упрочнение сплавов наблюдалось ранее для сталей, где было показано, что при облучении высокоэнергетическими частицами интерметаллидов Ni_3Me в ГЦК сплавов системы Fe-Ni-Mg (Mg-Ti, Al, Si,Zr) фазовые превращения проходят с выделением и растворением фаз в зависимости от флюенса нейтронов, температуры облучения, плотности и размера частиц, а также диффузионной подвижности атомов. Установленные

закономерности отражают общность процесса воздействия точечных дефектов радиационного и деформационного происхождения на вещество и существенно расширяют представления о сложных механизмах диффузионных фазовых превращений в твердом теле при относительно низких температурах [44; с. 38-53, 23; с. 3-7].

На рис. 4.3 и 4.4 приведены зависимости микротвердости облученных образцов сплавов САВ-1 и АМГ-2 от глубины отпечатка.

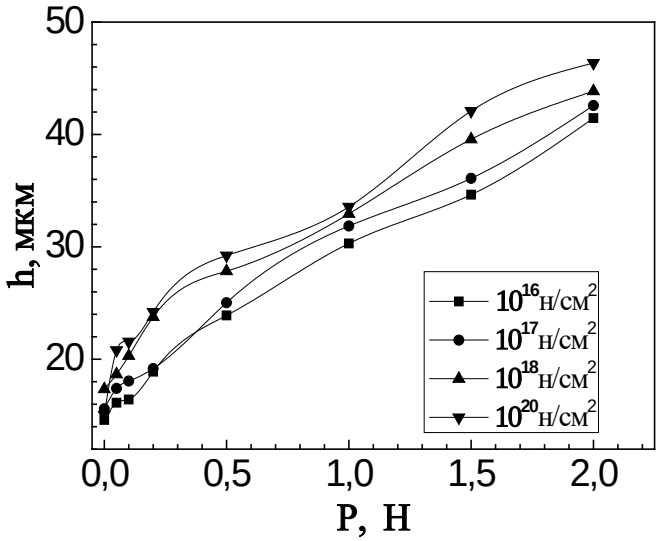


Рис. 4.3. Зависимость микротвердости облученных образцов сплава САВ-1 от глубины отпечатка

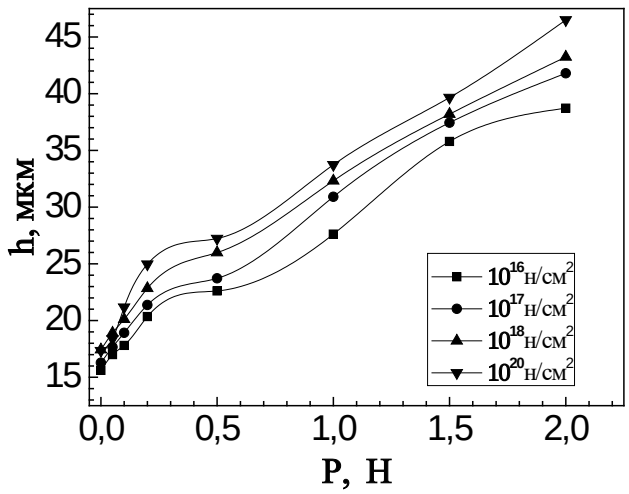
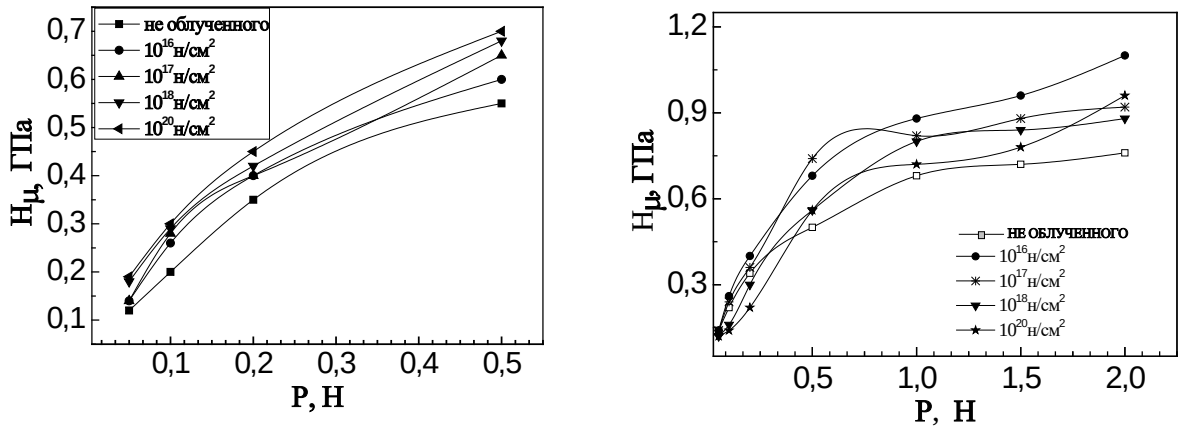


Рис. 4.4. Зависимость микротвердости облученных образцов сплава АМГ-2 от глубины отпечатка

Значения микротвердости облученных различными флюенсами образцов сплава АМГ-2 в зависимости от нагрузки представлены на рис.4.5 (а и б) и 4.6. Как и для сплава САВ-1, H_μ сплава АМГ-2 увеличивается с возрастанием нагрузки, переходя к очень слабому насыщению при Р >100 г. Следует отметить, что до Р = 0,5 Н микротвердость увеличивается приблизительно пропорционально нагрузке, т.е. зависимости H_μ(Р) описываются почти линейной функцией (рис. 4.5б).



а) б)

Рис. 4.5 (а, б). Зависимость микротвердости образцов сплава АМГ-2 от нагрузки: (1) 10^{16} см$^{-2}$, (2) 10^{17} см$^{-2}$, (3) 10^{18} см$^{-2}$, (4) 10^{20} см$^{-2}$ [60; с. 753-755]

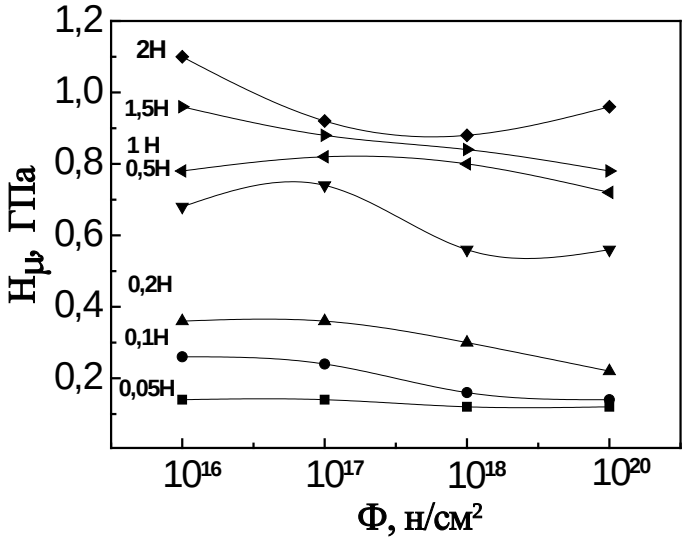


Рис. 4.6. Зависимость микротвердости облученных образцов сплава АМГ-2 от флюенса нейтронов [60; с. 753-755]

Сравнивая рис. 4.2 и 4.6, можно видеть, что облучение нейтронами сильнее сказывается на образцах сплава САВ-1, т.к. у этого сплава дисперсия значений H_μ(Р) больше, чем для АМГ-2.

В отличие от образцов сплава САВ-1, микротвердость АМГ-2 непрерывно уменьшается с набором флюенса, показывая линейную зависимость от логарифма потока нейтронов. Анализируя поведение микротвердости, можно предложить, что облучение приводит к деградации микротвердости АМГ-2, в то время как микротвердость сплава САВ-1 возрастает при флюенсе большем, чем 10^{19} см$^{-2}$[11; 105-109].

Введение дефектов при ядерном облучении приводит к изменению кинетики и механизма изменения структуры твердых тел, чувствительной к нарушениям в сплавах и растворах, т.е. старение материала происходит и при ядерном облучении [51; с. 286-289].

Нами обнаружено изменение микротвёрдости в зависимости от флюенса нейтронов и определена следующая эмпирическая формула:

$$H_\mu = -0{,}11 + 0{,}02 \cdot \ln F \qquad (4.2)$$

Это формула позволяет определить значения микротвёрдости H_μ в труднодоступных местах конструкционных материалов реакторов не разрушая целостность конструкции с достаточной точностью. Для этого достаточно определить расчетным путем флюенс нейтронов в данной точке конструкционных материалов.

В таблице 4.1 приведены наши экспериментальные данные микротвердости H_μ сплава САВ-1 для необлучённых и облученных флюнсами 10^{16} н/см^2, 10^{17} н/см^2, 10^{18} н/см^2 и 10^{20} н/см^2 и расчётные данные с помощью эмпирической формулы для флюнсов 10^{16} н/см^2 -10^{22} н/см^2. Также приведены литературные данные микротвердости H_μ для необлучённых и облученных образцов сплава САВ-1. Наши данные для необлученных образцов совпадают с литературными данными.

Таблица 4.1

Экспериментальное и расчетные данные микротвердости (H_μ) сплава САВ-1 в зависимости от флюенса нейтронов (F), значение микротвердости H_μ при нагрузке 50 г [62; с. 25-32]

Флюенс, F, н/см^2	Эксперимент, H_μ ГПа	Наши расчеты, H_μ ГПа
0	0,64 (Настоящая работа)	
0	0,4 [11]	
0	0,6 [24]	
0	0,7 [23]	
10^{16}	0,80 (Настоящая работа)	0,58
10^{17}	0,74 (Настоящая работа)	0,62
10^{18}	0,72 (Настоящая работа)	0,67
10^{19}		0,71
10^{20}	0,82 (Настоящая работа)	0,76
$5{,}4\cdot10^{20}$	0,87 [23]	0,79
10^{21}	0,9 [24]	0.81
10^{22}	1,2 [24]	0,85

При больших дозах нейтронного облучения экспериментальные значения микротвердости H_μ образцов хорошо согласуются с расчетными.

На рис. 4.7 приведены экспериментальные и расчетные данные микротвердости (H_μ) сплава САВ-1 в зависимости от флюенса нейтронов (F).

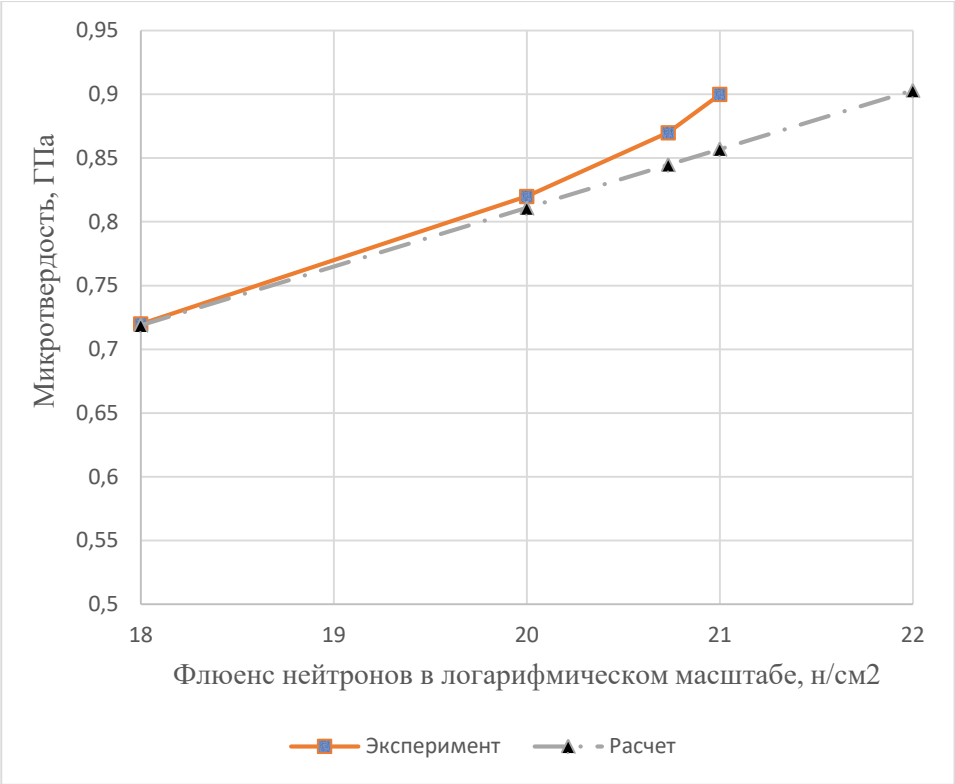


Рис. 4.7. Экспериментальные и расчетные данные микротвердости (Hμ) сплава САВ-1 в зависимости от флюенса нейтронов (F)

Максимальные значение плотности потока быстрых нейтронов (E>0,821 МэВ) на корпусе активной зоны, торцах ГЭКа и торце корпуса тепловой колонны реактора ВВР-СМ.

В работе [52; с.98] доказано, что конструкционный материал САВ-1 может эксплуатироваться в активной зоне реактора до флюенса $2{,}0 \cdot 10^{22}$ н/см^2.

В таблице 4.2 приведены плотности потока быстрых нейтронов в конструкционых частях активной зоны реактора ВВР-СМ.

Таблица 4.2

Расчёт флюенса быстрых нейтронов на корпусе, опорной решетке и торцах горизонтальных экспериментальных каналов (гэк) реактора ВВР-СМ

Наименование узла	Допустимый флюенс нейтронов Е $\geq 0{,}8 Мэв$	Флюенс на конец 2020 года, н/см^2	Ожидаемый Флюенс на конец 2030 года, н/см^2	Ожидаемый Флюенс на конец 2040 года, н/см^2
Корпус активной зоны 22,6 мм от границ акт. зоны	$2\cdot10^{22}$	$1{,}24\cdot10^{22}$	$1.63\cdot10^{22}$	$1.87\cdot10^{22}$
Торец ГЭК	$2\cdot10^{22}$	$7{,}21\cdot10^{21}$	$9{,}7\cdot10^{21}$	$1{,}11\cdot10^{22}$
Максимальное значение на верха опорной решетки $6.54\cdot10^{11}$	$2\cdot10^{22}$	$4{,}45\cdot10^{21}$	$5{,}71\cdot10^{21}$	$6{,}56\cdot10^{21}$
Среднее значение по высоте опорной решетки $3{,}13\cdot10^{11}$	$2\cdot10^{22}$	$2{,}13\cdot10^{21}$	$2{,}74\cdot10^{21}$	$3{,}15\cdot10^{21}$

Максимальное значение плотности потока быстрых нейтронов на уровне верха опорной решетки равно.

$$\varphi = 6{,}54\cdot10^{11} н / см^2 \cdot с \cdot МВт$$

Среднее по высоте опорной решетки значение плотности потока быстрых нейтронов равно.

$$\varphi = 3{,}13\cdot10^{11} н / см^2 \cdot с \cdot МВт \text{. [53]}$$

В экспериментальной линии графика до дозы 10^{16} н/см^2 микротвердость резко возрастает за счет образования точечных дефектов типа пары Френкеля и дробления интерметаллической фазы зон Гинье-Престона.

Начиная с дозы 10^{16} н/см^2 до 10^{18} н/см^2 в экспериментальной линии графика можно увидеть в уменьшение микротвердости за счет аннигиляции дефектов (как процесс отжига).

При дозе более 10^{18} н/см^2 можно увидеть увеличение микротвердости Hμ за счет дозированного введения дефектов в их кристаллическую и реальную структуры. Также Al−Mg−Si благодаря выделению частиц Mg_2Si и кремния в Al-матрице, повышению содержания кремния, который нарабатывается в процессе облучения в реакторе по реакции Al (n, γ) Si, присутствие Si вызывает увеличение прочности сплавов. Изменения микропрочности сплава могут быть также связаны со значительным увеличением количества надатомных структур меньших размеров при разрушении более крупных и с образованием имеющих меньшие размеры фаз Mg_2Si в Al-матрице [11,16,48,51].

Существенное уменьшение размеров (раздробление) и рассеяние локальных нерастворимых интерметаллических фаз по большому объему сплавов после реакторного облучения и радиационные дефекты, по-видимому, приводят к дополнительному закреплению дислокаций, что обуславливает увеличение микротвердости образцов [11; с. 83-88].

Обнаруженная закономерность изменения микротвёрдости в зависимости от флюенса нейтронов, и выведенная эмпирическая формула дают возможности оценить значение микротвердости конструкционных материалов по количеству полученных флюенсов быстрых нейтронов.

Так как при определении срока эксплуатации конструкционных материалов ядерных реакторов определяющую роль играют большие дозы нейтронов, мы выбрали эмпирическую формулу, которая хорошо согласуется при больших дозах нейтронов (более 10^{18} н/см^2).

§ 4.2. Прочностные характеристики алюминиевого сплава САВ-1, облученного быстрыми нейтронами в ядерном реакторе

Обнаружены зависимости предела текучести САВ-1 от флюенса нейтронов, а также определена эмпирическая формула для расчета предела текучести образцов в зависимости от флюенсов нейтронов в диапазоне от 10^{16} до $3{,}5\cdot10^{22}$ н/см^2.

$$\sigma_{0.2} = 49{,}8097 \cdot F^{0{,}0322} \tag{4.3}$$

Таблица 4.3

Экспериментальные и расчетные значения предела текучести ($\sigma_{0.2}$) сплава САВ-1 в зависимости от флюенса нейтронов (F) [62; с. 25-32]

Флюенс, F, н/см^2	Эксперимент, $\sigma_{0.2}$, МПа	Расчет, $\sigma_{0.2}$, МПа
1,00E+16	180 (Настоящая работа)	151,47
1,00E+17	159 (Настоящая работа)	163,12
1,00E+18	162 (Настоящая работа)	175,68
1,00E+19		189,20
1,00E+20		203,76
1,00E+21	240 [55]	219,44
1,00E+22	255 [54]	236,33

На рис. 4.8 приведены экспериментальное и расчетные данные предела текучести ($\sigma_{0.2}$) сплава САВ-1 в зависимости от флюенса нейтронов (F).

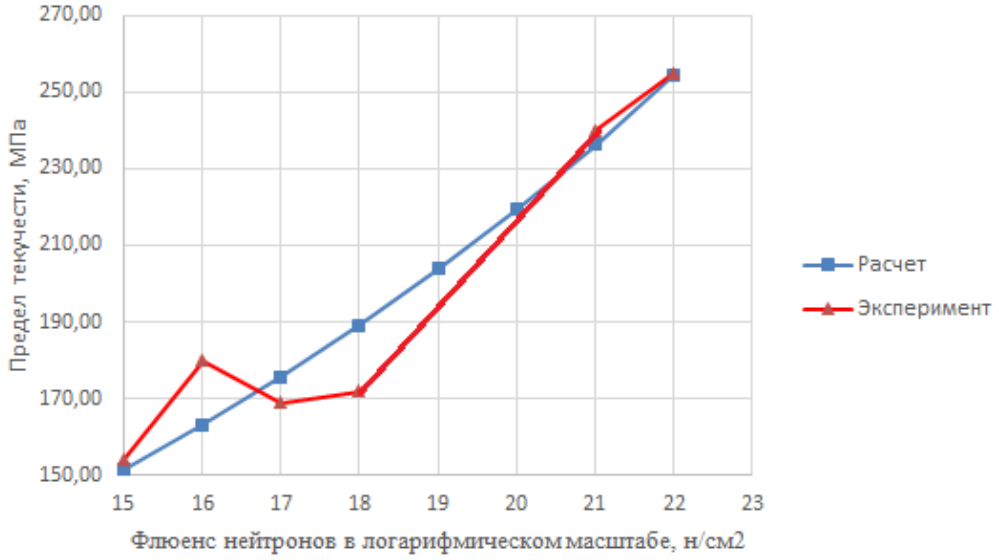


Рис. 4.8. Экспериментальные и расчетные данные предела текучести ($\sigma_{0.2}$) сплава САВ-1 в зависимости от флюенса нейтронов (F)

На рис. 4.8 приведено изменение предела текучести $\sigma_{0,2}$ алюминиевого сплава САВ-1 от флюенса нейтронов. При дозе 10^{16} н/см^2 можно увидеть резкое увеличение предела текучести $\sigma_{0,2}$, при 10^{17} н/см^2 предел текучести уменьшается за счет радиационного отжига и зоны Гинье-Престона. В соответствии с [56; pp. 1223-1231], в исследуемом сплаве в результате облучения должно накопиться около 0,7 вес. % трансмутационного Si. Алюминий образует с Mg и Si твердые растворы с ограниченной растворимостью, что дает возможность применения термической обработки закалки и старения. Это приводит к упрочнению в результате выделений и изменению механических свойств.

Облучение, как и старение, приводит к выделению фазы Mg_2Si, а также к наработке Si из Al в результате реакции Al(n, γ)Si.

Увеличение концентрации Si также должно приводить к возрастанию прочности из-за образования дополнительных выделений фазы Mg_2Si или Si в Al [20; с. 1-9].

Здесь также выбрали эмпирическую формулу, которая хорошо согласуется при больших дозах нейтронов (более 10^{19} н/см^2), потому что при определении срока эксплуатации конструкционных материалов ядерных реакторов определяющую роль играют большие дозы нейтронов.

При испытании образцов на растяжение определяют предел прочности (временное сопротивление) $\sigma_в$, предел текучести (физический) $\sigma_т$, предел текучести условный (технический) $\sigma_{0,2}$, предел пропорциональности $\sigma_{пц}$, предел упругости $\sigma_{уп}$, истинное сопротивление разрыву $S_к$, относительное удлинение δ и сужение ψ.

В таблице 4.4 приведены основные характеристики механических свойств при растяжении образцов САВ-1 до и после облучения в реакторе ИБР-2 при разных флюенсах быстрых нейтронов.

В таблице 4.4 приведены экспериментальные данные предела текучести $\sigma_{0,2}$ для необлучённых и облученных флюенсами 10^{16}, 10^{17}, 10^{18} н/см^2 образцов сплава САВ-1 и расчётные данные с помощью эмпирических формул предела

текучести $\sigma_{0,2}$ при флюенсах 10^{19}, 10^{20}, 10^{21} и 10^{22} н/см^2, а также литературные данные (три) предела текучести $\sigma_{0,2}$ сплава САВ-1 для необлучённых и облученных образцов. Наши результаты для необлученных образцов совпадают с литературными данными. При больших дозах все литературные и расчетные данные не согласуются. Это можно объяснить следующим образом:

1. Все образцы получали дозы по-разному (энергетические спектр нейтронов, поток нейтронов, длительность облучения, температура);
2. Разные методы и методики для получения значений предела текучести $\sigma_{0,2}$ сплава САВ-1;
3. По-разному изготавливался конструкционный материал из сплава САВ-1;
4. Неоднородно распределены примеси (Si, Mg, Cu…) во время приготовления алюминиевого сплава САВ-1.

Таблица 4.4

Основные характеристики механических свойств при растяжении образцов САВ-1 до и после облучения в реакторе ИБР-2 при разных флюенсах быстрых нейтронов

Флюенс, н/см^2	$\sigma_в$, МПа	$\sigma_т$, МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	$\sigma_{пц}$, МПа	$\sigma_{уп}$, МПа	S_k. МПа	δ,%	ψ,%	Примечание
0	160,4	154,8	154,3	108,6	117,9	147,4	18	15	[63]
0							16,5		[57]
0			162				16.4		[58]
0	214,8		156,4						[54]
0	225		155				18		[55]
10^{16}	190,7	185	180	83.4	110	119	16	16	[63]
10^{17}	165	159	159	83.4	100	107	17	16	[63]
10^{18}	175	162	162	84	105	110	13,5	7	[63]
$0.5\cdot10^{21}$	290		210				16		[55]
$0.83\cdot10^{21}$	310		240				11		[55]
$1.37\cdot10^{21}$	350		295				7.3		[55]
$2.43\cdot10^{21}$	340		315				2.5		[55]
$1.9\cdot10^{22}$	277,6		255						[54]
$2.16\cdot10^{22}$			275.0				7.3		[58]
$2.78\cdot10^{22}$			261.7				6.7		[58]
$3.13\cdot10^{22}$			282.9				5.8		[58]
$3.48\cdot10^{22}$			275.8				5.1		[55]
$3.5\cdot10^{22}$							2,5		[57]

Обнаруженное различие между прочностью кристаллической решетки облученного и необлученного сплава можно объяснить, если предположить, что сплав САВ-1 представляет собой твердый раствор внедрения, поскольку

кремний и магний не образуют химических соединений с алюминием [20; с. 10]. Соответственно, атомы основных легирующих элементов кремния и магния увеличивают размер тех элементарных ячеек, в междоузлиях которых они располагаются.

Рассмотрим показанную на рис. 4.9 диаграмму, на которой по вертикальной оси отложена приложенная сила F в килоньютонах, а по горизонтальной оси - абсолютное удлинение ΔL образца. Такие диаграммы строят по результатам растяжения образцов на специальных испытательных разрывных машинах. Полученная кривая позволяет судить о прочности образца на растяжение.

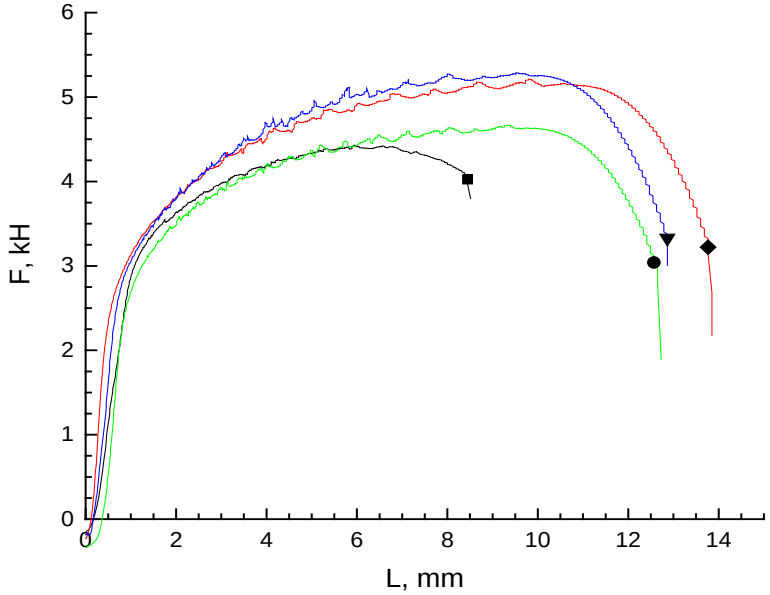


Рис. 4.9. F-нагрузка растяжения, вызывающая удлинение образца на площадке текучести (kH), L - длина образца в момент разрыва.Образцы: ■-необлученный;♦ - 10^{16} н/см^2; ● - 10^{17} н/см^2; ▼-10^{18} н/см^2.

В таблице 4.5 приведены условные напряжения деформация образцов сплава САВ-1 при статическом растяжении до и после облучения в реакторе ИБР-2 при разных флюенсах в сравнении с литературными данными [59; с. 108-115]

Таблица 4.5

Условные напряжения деформация сплава САВ-1 при статическом растяжении до и после облучения в реакторе ИБР-2 [62; с. 25-32]

Флюенсы н/см^2	Относительное удлинение δ%	Напряжение- деформация Q кг/мм^2
0	16	18,16
10^{16}	16,4	19,3
10^{17}	16,8	16,9
10^{18}	13,5	19,1
0[59]	22,1	14
10^{17}[59]	25,2	15,2
10^{22}[59]	18,5	20,1

Нами обнаружена зависимость предела текучести от величины микротвердости в диапазоне флюенса быстрых нейтронов от 10^{16} н/см^2 до 10^{23} н/см^2.

$$\sigma_{0.2} = -3515.77 H_{\mu}^{3} + 9461.31 H_{\mu}^{2} - 8044.081 H_{\mu} + 2358.82 \qquad (4.4)$$

В таблице 4.6 приведены результаты расчетов предела текучести в зависимости от микротвердости по вышеуказанной формуле до флюенса 10^{23} н/см^2. Расчетные данные предела текучести $\sigma_{0.2}$ определялись по экспериментальным значениям микротвердости H_{μ} согласно формуле (4.4). Полученные расчеты согласуются с экспериментальными данными. При малых дозах ($10^{16} \div 10^{19}$ н/см^2) разница между значениями в пределах 2%, а при больших дозах ($10^{20} \div 10^{23}$ н/см^2) разница доходит до 5%.

Таблица 4.6

Результаты расчетов предела текучести в зависимости от микротвердости по формуле 4.4 до флюенса 10^{23} н/см^2 [62; с. 25-32]

Флюенс, н/см^2	Эксперимент, H_μ, ГПа	Эксперимент, $\sigma_{0.2}$, МПа	Расчеты $\sigma_{0.2}$ через H_μ, МПа
1,00E+16	0,8	180 (Настоящая работа)	178,72
1,00E+17	0,74	159 (Настоящая работа)	162,54
1,00E+18	0,72	162 (Настоящая работа)	159,57
1,00E+19	0,88		210,97
1,00E+20	0,9		219,81
1,00E+21	0,95	240 [55]	228,63
1,00E+22	1,2	255 [54]	241,44
1,00E+23			249,46

По этим данным можно сказать, что для определения предела текучести $\sigma_{0.2}$ по значениям микротвердости H_μ формула (4.4) правильно построена. С помощью этой формулы можно будет предсказать срок эксплуатации конструкционного материала реактора согласно значениям микротвердости. Микротвердость можно определять мобильными приборами твердомерами, не разрушая конструкцию реактора, это позволяет в свое время определить срок эксплуатации конструкционного материала реактора.

Выводы по четвертой главе

В результате исследования были обнаружены два интервала изменения микротвердости в зависимости от нагрузки на индентор, которые сохраняются во всем диапазоне набранных флюенсов. Сильная зависимость H_μ(P), вероятнее всего, обусловливается физико-химическим состоянием приповерхностного слоя. При нагрузках на индентор от 50 г и выше, зависимость микротвердости становится почти линейной. Из этого видно, что

основные физико-химические процессы происходят на поверхности, поэтому большое внимание уделялось измерениям поверхности образцов.

Анализ зависимостей H_μ от набранного флюенса нейтронов для сплава САВ-1 показал, что до 10^{18} н/см^2 наблюдается уменьшение микротвердости (на 33%), с увеличением флюенса значения микротвердости вновь возрастают. Для сплава АМГ-2 также наблюдается снижение H_μ, но меньше (на 10%), чем для сплава САВ-1, оно сохраняется во всем исследованном диапазоне флюенсов. Это, по-видимому, связано с различным фазово-химическом составом сплавов. Ошибки экспериментальное расчета составляют 7%.

Полученные экспериментальные результаты, а также закономерности, имеют важное значение как для практики, так и для фундаментальной науки. Эти данные позволят построить модели воздействия нейтронного облучения на алюминиевые сплавы, выявить механизм деградации их механических свойств и, в конечном счете, прогнозировать эксплуатационные характеристики исследуемых сплавов.

Выявленные закономерности позволяют определить предел текучести (срок эксплуатации) конструкционных материалов в высокоактивных и труднодоступных частях конструкционных материалов ядерных реакторов неразрушающим методом с достаточной точностью. Это позволяет уменьшить риск получения больших доз персонала и повышает ядерную безопасность реакторов при эксплуатации.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основе результатов исследования, проведенного по теме диссертации на соискание ученой степени доктора философии (PhD) по физико-математическим наукам «Влияние нейтронного облучения на структуру и прочностные характеристики конструкционных материалов САВ-1 и АМГ-2 ядерного реактора», сделаны следующие выводы:

1. Определено уменьшение интенсивности отражения пика второй фазы Mg_2Si на 16% в рентгенограмме образцов САВ-1 при флюенсе нейтронов 10^{18} н/см^2.
2. Впервые обнаружено, что с увеличением дозы облучения межплоскостное расстояние в угле около 2θ~124° уменьшается от 1,0132 Å до 1,0011 Å при облучении флюенсом 10^{18} н/см^2, угол отражения (2θ) увеличивается за счет перемещения ионов кремния в междоузельном пространстве САВ-1.
3. Рентгеноструктурным фазовым анализом (РСФА) определены параметры структуры, которые хорошо согласуются с расчётными данными по программе FullProf. Так как РСФА определяет изменение на поверхности материала, то этим методом удаётся определить изменение параметров решетки, которые практически не наблюдаются при нейтронно-структурном анализе (ФСД) из-за объёмного характера измеряемых величин.
4. Выявлено, что нейтронное облучение при флюенсе нейтронов 10^{20} н/см^2 приводит к изменению параметров кристаллической решетки образцов в результате увеличения микротвердости для образцов САВ-1 на 33% и АМГ-2 на 10%;
5. Проведено сравнение экспериментальных данных предела текучести $\sigma_{0,2}$, предела прочности (временное сопротивление) $\sigma_в$, предела текучести (физический) $\sigma_т$, предела пропорциональности $\sigma_{пц}$, предела упругости $\sigma_{уп}$, истинного сопротивления разрыву $S_к$, относительного удлинения δ и сужения ψ для необлучённого и облученного флюенсами 10^{16}, 10^{17}, 10^{18}

н/см^2 сплава САВ-1 с расчётными данными с помощью эмпирической формулы для предела текучести $\sigma_{0,2}$ при флюенсах 10^{19}, 10^{20}, 10^{21} и 10^{22} н/см^2. Результаты для необлученных образцов совпадают с литературными данными.

6. Получена эмпирическая формула для расчета предела текучести и микротвердости образцов в зависимости от флюенса нейтронов, а также взаимосвязь микротвердости и предела текучести для образцов САВ-1 в диапазоне от 10^{16} до $3{,}5 \cdot 10^{22}$ н/см^2.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шеметов Г.Ф. Алюминиевые сплавы: составы, свойства, применения. – Санкт-Петербург, 2012. – 155 с.
2. Мондольфо Л.Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов. – М., Металлургия, 1979. – 640 с.
3. Арчакова З.Н., Балаховцев Г.А., Басова И.Г. Структура и свойства полуфабрикатов из алюминиевых сплавов. – М., Металлургия, 1984. – 408 с.
4. Хэтч Дж.Е. Алюминий: свойства и физическое металловедение / Пер. с англ. под ред. Дж.Е.Хэтча. - М.: Металлургия, 1989. – 422 с.
5. Мавлютов А.М., Касаткин И.А., Мурашкин М.Ю. и др. Влияние микроструктуры на физико-механические свойства алюминиевого сплава системы Al−Mg−Si, наноструктурированного интенсивной пластической деформацией // Физика твердого тела. – Санкт-Петербург, 2015. – том 57, вып. 10. – С. 1998-2004.
6. Valiev R.Z., Murashkin M.Yu., Sabirov I. A nanostructural design to produce high-strength Al alloys with enhanced electrical conductivity // Scripta Materialia. – Saint Petersburg, 2014. – Vol. 76. – pp. 13-16. http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2013.12.002
7. Mondolfo L.F. Aluminum Alloys: Structure and Properties. // Aluminum Alloys. – Butterworths, London, 1976. – 971p.
8. Лебедев В.М., Лебедев В.Т., Орлов С.П. и др. Исследование наноразмерной структуры сплава САВ-1, облученного быстрыми нейтронами до высоких флюенсов, методом малоуглового рассеяния нейтронов. – Физика твердого тела. – С.Петербург, 2014. - Т. 56, вып. 1. – С. 160-164.
9. Holmestad R., Marioara C.D., Ehlers F.J.H. et al. Осаждение в алюминиевых сплавах 6XXX // Материалы 12-й Международной конференции по алюминиевым сплавам. –Yokohama, 2010. – С. 30–39.

10. Колобнев Н.И., Бер Л.Б., Хохлатова Л.Б., Рябов Д.К. Структура, свойства и применение сплавов системы Al–Mg–Si–(Cu) // Металловедение и термическая обработка металлов. – Москва, 2011. –№9. – С. 1-11.
11. Салихбаев У.С., Байтелесов С.А., Хидиров И.Г., Кунгуров Ф.Р., Саидов А.С., Сандалов В.Н. Влияние реакторного облучения на микроструктуру и микротвердость алюминиевых сплавов САВ-1 и АМГ-2 // Альтернативная энергетика и экология. – Саров, 2008. – №9(65). – С. 105-109.
12. Беляев А.И., Романова О.А., Бочвар О.С. и др. Алюминиевые сплавы // Справочное руководство. – М.: Металлургия, 1971.– 352 с.
13. Альтовский И.В. Радиационный отжиг пар Френкеля –Москва, Институт атомной энергии, 1971. – С. 3-10.
14. Чумаков Е.В., Жансеркеева З.А. Экспериментальное изучение деформационного упрочнения циркония и алюминиевого сплава САВ на неустановившейся стадии ползучести //Алматы, Вестник КазНТУ, 2007. – №3(60). – С. 151.
15. Лебедев В.М., Лебедев В.Т., Орлов С.П., Марголин Б.З., Морозов А.М. Исследование наноразмерной структуры сплава САВ-1, облученного быстрыми нейтронами до высоких флюенсов, методом малоуглового рассеяния нейтронов // Физика твердого тела. – С.Петербург, 2014. – Т. 56, вып. 1. – С. 160-164.
16. Лебедев В.М., Лебедев В.Т., Иванова И.Н., Орлов С.П., Орлова Д.Н. Структура алюминиевых сплавов, облученных нейтронами реактора. Физика твердого тела. – С.Петербург, 2010. – Т. 52, вып. 5. – С. 934-936.
17. Johnson A.B. and Burke S.P. Uranium Oxidation Rate Summary for the Spent Nuclear Fuel Project // Basin Corrosion Program Report (WHC-EP-0877). – USA, 1995. – pp. 1-8.
18. Maksimkin O.P., Turubarova L.G., Sherbinina N.V., Chakrov P.V., Garner F.A., Johnson A.B. Microstructural and Mechanical Studies of the Stainless Steel/ Aluminum Alloy Control Rod of the WWR-K Research Reactor // Tenth

International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Energy Systems – Water Reactors. – Lake Tahoe NV, USA, 2001. – pp. 1-8.

19. Ueyama D., Saitoh Y., Hori F., Kaneno Y., Nishida K., Dohi K., Soneda N., Semboshi S., Iwase A. Effects of energetic heavy ion irradiation on hardness of Al–Mg–Si alloys // Nuclear Instruments and Method sin Physics Research Bxxx. – Japan, 2013. – pp. 1-5.
20. Хофман А., Дидык А.Ю., Штеке В. и др. Влияние ядерных реакций на свойства сплавов Al–Mg–Si после длительной эксплуатации в исследовательских реакторах // Краткие сообщения Объединенного института ядерных исследований. – Дубна, 2004. – С. 1-9.
21. Murray G.T., Taylor W.E. Effect of neutron irradiation on a supersaturated solid solution of beryllium in copper // Materials Science, Acta Metallurgica. – Russia, 1954. – p. 52.
DOI:10.1016/0001-6160(54)90094-2
22. Фейнберг С.М. Исследовательский реактор СМ. Использование его для целей металловедения и исследования твердого тела. Действие ядерных излучений на материалы. – Издательство АН. – СССР, 1962. – 21 с.
23. Вотинов С.Н., Шаров Б.В., Ярковой С.В., Шамардин В.К., Серняев Г.А., Раецкий В.М., Покровский А.С. Ускорение структурных изменений в алюминиевом сплаве под действием реакторного облучения. Мелекесс. – СССР, 1970. – С. 3-7.
24. Максимкин О.П., Цай К.В., Рофман О.В., Сильнягина Н.С. Влияние нейтронного облучения и пострадиационного отжига на микроструктуру и свойства сплава Al–Mg–Si // Физика металлов и металловедение. – Екатеринбург, 2016. – Т. 117, № 9. – С. 1–8
25. Максимкин О.П., Яровчук А.В., Аулова Д.С., Турубарова Л.Г., Карбышева С.В. Коррозионная стойкость алюминиевого сплава САВ-1 после эксплуатации в активной зоне реактора ВВР-К и хранения в водном бассейне // Вопросы атомной науки и техники. – Москва, 2010. – № 5. – С. 78-83.

26. Максимкин О.П., Яровчук А.В., Турубарова Л.Г., Аулова Д.С., Карбышева С.А., Русакова А.В. Влияние нейтронного облучения на межкристаллитную коррозию и коррозионное растрескивание низколегированного алюминиевого сплава САВ-1 // Вопросы атомной науки и техники. – Москва, 2011. – № 2. – С. 108-115.
27. Alikulov Sh.A., Baytelesov S.A., Kungurov F.R., Tadjibaev D.P., Tojiboev D.D. Effect of neutron irradiation on the structure and strength of the SAV-1 aluminum alloy // Journal of Nuclear Physics At. Energy. – Ukraine, 2022. – № 23. – pp. 033-038.
28. Максимкин О.П., Яровчук А.В., Аулова Д.С. и др. Коррозийная стойкость алюминиевого сплава САВ-1 после эксплуатации в активной зоне реактора ВВР-К и хранения в водном бассейне // Вопросы атомной науки и техники, – Москва, 2010. – №5. – С. 78-83.
29. Аден В.Г., Карташев Е.Ф., Лукичев В.А. и др. Российская программа снижения обогощения топлива в исследовательских реакторах // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – Харьков (Украина), 2005. – № 5. – С. 3-9.
30. Д. Броек. Основы механики разрушения / Пер. с англ. – М.: Высшая школа, 1980. – 388 с.
31. Штромбах А.Я. Нанотехнологии функциональных материалов // Третей Международный научно-технический конференция. С. Петербург, 2012. – С. 34.
32. Беляев С.П., Волков А.Е., Коноплева Р.Ф., Назаркин И.В., Разов А.И., Соловей В.Л., Чеканов В.А. Влияние нейтронного облучения на мартенситные превращения и эффект памяти формы в сплаве TiNi // Физика твердого тела. – С. Петербург, 1998. – Т. 40, вып. 9. – С. 1705-1709.
33. Аден В.Г., Карташев Е.Ф., Лукичев В.А. и др. Российская программа снижения обогащения топлива в исследовательских реакторах // Вопросы

атомной науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – Россия, 2005. – №5. – С. 3-9.

34. Фистуль В.И. Новые материалы (состояние, проблемы и перспективы): Учебное пособие для вузов. / Фистуль В.И. – М.: МИСИС. 1995. – 142 с
35. Рузиева Г. У., Ильин А. П., Исмаилов Д. В. Действие электронного и гамма облучений на микропорошки алюминия // IV Международные Фарабиевские чтения: Международная научная конференция студентов и молодых ученых. – Алматы, 2017. – С. 336
36. Аксенов В.Л., Балагуров А.М., Бокучава Г.Д. и др. Нейтронный фурье - дифрактометр ФСД для анализа внутренних напряжений: первые результаты // Сообщение ОИЯИ. – Дубна, 2001. – С. 1-15.
37. Bokuchava G.D., Aksenov V.L., Balagurov A.M. et.al. Neutron Fourier diffractometer FSD for internal stress analysis: first results // Applied Physics A: Materials Science & Processing. – Moscow, 2002. – v.74. – pp 86-88.
38. P. Hiismaki, V.A. Trounov, O. Antson et al. Experience of the Fourier time-of-flight (TOF) neutron techniques for high-resolution neutron diffractometry. // Neutron Scattering in The ‘Nineties, Conf. Proc.. – Vienna, IAEA, 1985. – pp.453-459.
39. J. Schroder, V.A. Kudryashev, J.M. Keuter et al. A novel RTOF-diffractometer optimized for residual stress investigations. // J. Neutron Research. – Moscow, 1994. – No. 2(4). – pp.129-141.
DOI: 10.1080/10238169408200025
40. Aksenov V.L., Balagurov A.M., Simkin V.G., Trounov V.A., Hiismaki P. Performance of the high resolution fourier diffractometer at the IBR2 pulsed reactor. // J. Neutron Research. – Moscow, 1997. – No. 5(4). – pp.181-200.
DOI:10.1080/10238169708200223
41. Bokuchava G. Neutron Fourier Stress Diffractometer FSD at the IBR-2 pulsedreactor. – Crystals, 2018. – No. 8(8). – id. 318 (25p). http://doi.org/10.3390/cryst8080318

42. Бокучава Г.Д., Папушкин И.В. Нейтронная стресс-дифрактометрия по времени пролета // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – Наука. – Москва, 2018. № 2. – С. 5-11. http://doi.org/10.7868/S0207352818020014.
43. Никитин Д.С., Шаненков И.И., Леонов А.П. Исследование состава перспективных электротехнических материалов с помощью метода рентгеновской дифрактометрии // Современные материалы и технологии в электроэнергетике и лектротехнике. – Издательство Томского политехнического университета. – Томск, 2022. – С. 108-133.
44. Шабашов В.А., Литвинов А.В., Мукосеев А.Г., Сагарадзе В.В., Вильданова Н.Ф. Деформационно-индуцированные фазовые переходы в системе оксид железа – металл // Физика Металлов и Металловедение. - 2004. Т. 98. - № 6. - С. 38-53
45. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный контроль машиностроительных материалов: Справочник. – М.: Изд-во МГУ, 1976. – 140 с.
46. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронооптический анализ. Приложения. – М: Металлургия, 1970. – 107 с.
47. Панова Т.В., Блинов В.И. Определение параметров элементарной ячейки кристаллов: Описание лабораторной работы по курсу «Рентгеноструктурный анализ» / Сост.:– Омск: Омск. гос. ун-т, 2004. – 12 с.
48. Михайлова Н.А., Завьялова Г. Н. Механические свойства металлов при испытании на растяжение // Механические свойства материалов. – УрГУПС. – Екатеринбург, 2016. – С. 13-22.
49. Глазов В.М., Вигдорович В.Н. Прибор и метод измерения микротвердости // Микротвердость металлов. – М.: Металлургиздат. – Москва 1962. – С. 14-36
50. Pawley G. S. Unit-cell refinement from powder diffraction scans // Journal of Applied Crystallography. – United Kingdom, 1981. – No.14. – pp. 357-361.

51. Краст Х.Б., Лайвиньш, Бялобжеский А.В., Тиликс Ю.Е. Исследование алюминиевой оболочки отработанных твэлов реактора ИТР-200 // Атомная энергия. – Москва,1969. – Т. 27, в. 4. – С. 286-289
52. Гончаров В.В., Глухов А.М., Егоренков П.М. и др. Создание ТВС типа ИРТ-3М для бассейновых реакторов и опыт их использования // Труды совещания специалистов по обмену опытом реконструкции исследовательских реакторов в странах — членах СЭВ. – Москва, 1982. – С.98.
53. Егоренко П.М. Расчет флюенса быстрых нейтронов на корпусе, опорной решетки и торцах горизонтальных экспериментальных каналов реактора ВВРСМ ИЯФ АН РУз. - Инв. № 60/213. - Москва, 1986. – С.7.
54. Hajewska E. Investigation of the properties of aluminium alloys used in the construction of nuclear research reactors // Raport IAE-2155/VI, Institute of Atomic Energy, Department of Reactor Materials 05-400. - Otwock-Świerk, Poland, 1993. – pp. 1-48.
55. Диденко В.И., Коноплев К.А., Полтавский А.С., Якорев О.П., Материаловедческие проблемы оценки срока службы конструкций исследовательских ядерных реактров ВВР-М и ПИК // http://www.pnpi.nw.ru/nrd-arch/base/material.html
56. Farrell K., King R.T. Radiation-induced atrengthening and embrittlement in aluminium // Metallurgical Iranaactiona. – USA, 1973. – Vol. 4, No. 5. – pp. 1223-1231
57. Карасев В.С., Зарецкий Н.С., Мамчич С.Д., Чирко Л.И., Охота Н.А., Хуров В.И., Гарачук О.К. Пластические свойства сплава САВ-1 после длительной эксплуатации в реакторе ВВР-М // Вопросы атомной науки и техники, сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – Москва, 1989. – № 2(49). – С.39-40.
58. Лебедев В.М., Лебедев В.Т., Орлов С.П., Марголин Б.З., Морозов А.М. Исследование наноразмерной структуры сплава САВ-1, облученного быстрыми нейтронами до высоких флюенсов, методом малоуглового

рассеяния нейтронов // Физика твердого тела. – С.Петербург, 2014. – Т. 56, вып. 1. – С.160-163.

59. Максимкин О.П., Яровчук А.В., Турубарова Л.Г., Аулова Д.С. и др. Влияние нейтронного облучения на межкристаллитную коррозию и коррозионное растрескивание низколегированного алюминиевого сплава САВ-1 // Вопросы атомной науки и техники. – Москва, 2011. – №2. –С. 108-115.
60. Baitelesov S.A., Kungurov F.R., Tadzhibaev D.P., Rakhimov E.T., Alikulov Sh.A. Effectof Reactor Irradiation on the Microhardnessof SAV1 and AMG2 Structural Materials // Journal of Surface Investigation. Xray, Synchrotron and Neutron Techniques. – Russia, 2013. – No 7(4), P. 753–755. IF 0.577, DOI:10.1134/S1027451013040290.
61. Байтелесов С.А., Таджибаев Д.П., Кунгуров Ф.Р., Аликулов Ш.А. Тожибоев Д.Д Изменение структуру и прочности алюминиевых сплавов САВ-1 облученное быстрыми нейтронами // «Ядерная наука и технологии»: IV Международный научный форум. – Алматы 2022. – С. 119-120.
62. Аликулов Ш.А. Влияние нейтронного облучения на тепло- и электрофизические свойства конструкционных материалов ядерного реактора // Диссертационный работа. – Ташкент 2020. – С. 7-10.
63. Alikulov Sh.A., Baytelesov S.A., Kungurov F.R., Tadzhibaev D.P., Tojiboev D.D. Effect of neutron irradiation on the structure and strength of the SAV-1 aluminum alloy // Nuclear physics and atomic energy. – Kiev (Ukraine), 2022. - Vol.23. – No. 1. – pp. 33-38.

СПИСОК УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ, ЕДИНИЦ ИЗМЕРЕНИЯ, СИМВОЛОВ И ТЕРМИНОВ

H_μ – Микротвердость, ГПа;

P- вес нагрузки, Н;

d- диагональ отпечатка, μ;

S – площадь поперечного сечения образца, м^2;

h– толщина образца, м;

d – диаметр образца, м;

$\sigma_в$- прочности (временное сопротивление), МПа;

$\sigma_т$- предел текучести (физический), МПа;

$\sigma_{0,2}$-предел текучести условный (технический), МПа;

$\sigma_{пц}$- предел пропорциональности, МПа;

$\sigma_{уп}$- предел упругости, МПа;

$S_к$- истинное сопротивление разрыву, МПа;

δ- относительное удлинение, %;

ψ- сужение, %;

L- длина образца в момент разрыва, мм;

ΔL- абсолютное удлинение образца, мм;

F- нагрузка растяжения, кН;

Q- напряжение деформация, кГ/мм^2;

d- межплоскостной расстояние, Å;

a- параметр кубический решетки, Å;

θ — угол скольжения (брэгговский угол), ^{o};

λ — длина волны, Å;

n — порядок дифракционного максимума;

m_0 – масса образца, кг;

САВ-1– алюминиевый деформируемый сплав (система A1(97,6 - 98,6) - Mg (0,45 - 0,9) – Si (0,7 - 1,2))

АМГ - 2 – алюминиевый деформируемый сплав (система А1(95,7 - 98,2 –Mg (1,7 - 2,4) – Si (0,4))

ТВС − тепловыделяющая сборка

твэл − тепловыделяющий элемент

ГЦК − гранецентрированная кубическая решетка

Сплав — макроскопический однородный металлический материал, состоящий из смеси двух или большего числа химических элементов с преобладанием металлических компонентов. Сплавы состоят из основы (одного или нескольких металлов), малых добавок, специально вводимых в сплав легирующих и модифицирующих элементов, а также из не удалённых примесей (природных, технологических и случайных).

Леги́рование— добавление в состав материалов примесей для изменения (улучшения) физических и/или химических свойств основного материала.