

Белов Владислав Алексеевич

**СОПРОТИВЛЕНИЕ РАЗРУШЕНИЮ МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЦИРКОНИЕВЫХ
СПЛАВОВ ДЛЯ ОБОЛОЧЕЧНЫХ ТРУБ АТОМНЫХ РЕАКТОРОВ**

Специальность - 05.16.01

«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва - 2011

Диссертационная работа выполнена на кафедре
Металловедения и физики прочности
в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС»

Научный руководитель: доктор технических наук,
профессор НИТУ «МИСиС»
Никулин Сергей Анатольевич

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор НИЯУ «МИФИ»
Калин Борис Александрович

кандидат технических наук,
ведущий научный сотрудник ОАО «ВНИИНМ»
Шишов Вячеслав Николаевич

Ведущая организация: ОАО «Чепецкий Механический Завод» (г. Глазов)

Защита диссертации состоится « 24 » ноября 2011г. в 15.30 часов на заседании Диссертационного совета Д 212.132.08 при Национальном Исследовательском Технологическом Университете «МИСиС» по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д.4, в аудитории Б-436.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Национального исследовательского технологического университета «МИСиС»

Автореферат разослан « 24 » октября 2011 г.

Учёный секретарь диссертационного совета Д 212.132.08

профессор, доктор физ.-мат. наук



Мухин С.И.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Сопротивление разрушению является важнейшей характеристикой оболочек ТВЭЛов – наиболее ответственных элементов тепловыделяющих сборок (ТВС) атомных реакторов. Растрескивание циркониевых изделий при изготовлении повышает процент брака на производстве, а при эксплуатации - снижает ресурс, эксплуатационную надежность и безопасность работы реакторов. Поэтому задача получения новых знаний о деформации и разрушении циркониевых сплавов для повышения их технологической пластичности и сопротивления разрушению чрезвычайно актуальна.

Основным из направлений совершенствования сплавов циркония для ТВС является создание новых модификаций промышленных сплавов, в которых за счет изменения химического состава по легирующим и примесным элементам достигается повышение прочностных характеристик, коррозионной и радиационной стойкости. Основной целью совершенствования промышленных циркониевых сплавов и разработки их новых модификаций является для сплава Э110 повышение прочности, а для сплава Э635 – повышение коррозионной стойкости.

Для обоснования использования новых модификаций циркониевых сплавов в качестве конструкционных материалов активной зоны помимо экспериментально-подтвержденных закономерностей влияния химического состава сплавов на коррозионную стойкость и радиационную ползучесть необходимо оценить их влияние на пластичность и сопротивление разрушению в различных условиях нагружения.

При эксплуатации ТВЭЛов в составе ТВС в реакторах, возможны ситуации, при которых сопротивление разрушению является наиболее критическим параметром. Это различного рода аварии (аварии с потерей теплоносителя, реактивностные аварии, скачки мощности при маневренных режимах работы реактора и др.). При авариях с потерей теплоносителя (аварии типа LOCA), циркониевые оболочки нагреваются до высоких температур (900 - 1100 °C) и активно окисляются в паре, после чего резко охлаждаются системой аварийной защиты. Это приводит к охрупчиванию, в результате чего трубы могут разрушиться при последующей выгрузке ТВС из активной зоны реактора. Наиболее крупными авариями типа LOCA, произошедшими на атомных станциях в мире являются авария на АЭС «Три-майл-Айленд» (США, 1979 г.) и авария на АЭС «Фукусима-1» (Япония, 2011 г.).

Не менее опасным процессом, ограничивающим эксплуатационную надежность элементов ТВС особенно после достаточно глубокого выгорания топлива, является коррозионное растрескивание под напряжением (КРН) оболочек ТВЭЛов под воздействием механических напряжений, возникающих в результате расширения топлива, и воздействия йода, выделяющегося в качестве продукта деления топлива. Процесс КРН может привести к образованию сквозных трещин в оболочках и их разгерметизации.

Поэтому важной задачей является выявление основных факторов определяющих сопротивление разрушению оболочек ТВЭЛов в условиях КРН и LOCA определение параметров, адекватно характеризующих степень охрупчивания труб из различных модификаций сплавов.

Для определения сопротивления разрушению тонкостенных труб из достаточно пластичных циркониевых сплавов в различных условиях необходимы новые нестандартные высокочувствительные методы, позволяющие не только исследовать механизмы и кинетику разрушения на разных (особенно на начальных) стадиях, но и определять характеристики вязкости разрушения.

Актуальность диссертационной работы подтверждается её выполнением в рамках договоров и контрактов НИТУ «МИСиС», с предприятиями Госкорпорации «Росатом» и Топливной компании «ТВЭЛ» по направлениям, определенным ФЦП «Развитие атомного энергопромышленного комплекса России на 2007-2010 годы и на перспективу до 2015 года», корпоративной Программой «Обеспечение потребностей атомной энергетики и промышленности конкурентоспособными циркониевыми материалами и изделиями», рассчитанной на 2009-2015 годы, а также при финансовой поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (проект № 08-03-00490-а) и Министерства образования и науки Российской Федерации (проект № 2.1.2/14024).

Цель работы

Исследование деформации и сопротивления разрушению тонкостенных оболочечных труб из модифицированных сплавов циркония в сравнении со сплавами штатных составов в различном структурном состоянии, определение характеристик сопротивления разрушению при различных условиях нагружения для уточнения химического состава и деформационно-термической обработки оболочечных труб.

Основные задачи:

1. Разработать методики и провести испытания по оценке запаса пластичности и трещиностойкости тонкостенных оболочечных труб из циркониевых сплавов Э110 и Э635 различного химического состава, определить характеристики пластичности и трещиностойкости новых модификаций сплавов циркония в различных условиях нагружения.

2. Определить факторы, ограничивающие пластичность и трещиностойкость оболочечных труб из циркониевых сплавов Э110, Э635 и их модификаций в состоянии поставки, при КРН в среде метанол-йод, а также после высокотемпературного окисления в паре (испытания типа LOCA).

3. Изучить механизмы и кинетику КРН модифицированных сплавов циркония и определить влияние коррозионных повреждений на вязкость разрушения оболочечных труб.

Научная новизна работы:

1. Разработаны новые методики определения характеристик и трещиностойкости тонкостенных труб из циркониевых сплавов, что позволило выявить основные факторы, ограничивающие их пластичность и трещиностойкость,

в том числе, после агрессивного воздействия коррозионной среды и высокотемпературного окисления.

2. Впервые при испытании образцов труб внутренним давлением с измерением акустической эмиссии от старта трещины определены характеристики вязкости разрушения тонкостенных труб из новых модификаций циркониевых сплавов в состоянии поставки, после КРН-испытаний и высокотемпературного окисления в паре.

3. Показано, трубы из сплава Э110М в состоянии поставки при прочности в 1,3 раза выше, чем для труб из сплава Э110, характеризуются сравнимой с ним деформационной способностью. При этом вязкость разрушения труб из сплава Э110М в 3 раза ниже, чем для сплава Э110.

4. Показано, что при одинаковых условиях КРН-испытаний для труб из сплава Э110М время до начала разрушения в 2 раза меньше, а количество и площадь коррозионных дефектов в 1,5 раза больше, чем для сплава Э110 при одинаковом механизме разрушения. Образование и накопление коррозионных дефектов в образцах труб из сплавов Э110 и Э110М при КРН-испытаниях в течение 8 часов не повлияло на их трещиностойкость.

5. Впервые определены количественные характеристики структуры, изломов и трещиностойкости K_{IC} образцов труб из модифицированных сплавов Э110М, Э635М и Э110Г после высокотемпературного окисления в паре в сравнении со штатными составами сплавов.

6. Показано, что основными факторами, ограничивающими пластичность и трещиностойкость сплавов после высокотемпературного окисления являются: доля крупных участков обогащенной кислородом α -Zr-фазы, доля структуры типа «корзиночное плетение» и содержание выделений водородосодержащей гидридной фазы в «ex- β »-слое. Уменьшение суммарного содержания примесей в сплавах уменьшает степень охрупчивания труб.

Практическая ценность работы:

1. Разработанные методики испытаний на растяжение и статическую трещиностойкость с измерением АЭ использованы при исследовании механических свойств и разрушения циркониевых оболочечных труб для оптимизации их химического состава и микроструктуры, обеспечивающих необходимую технологическую пластичность и трещиностойкость при сохранении комплекса коррозионных и других механических свойств.

2. Результаты работы использованы для совершенствования режимов деформационно-термической обработки труб из новых модификаций циркониевых сплавов Э110 и Э635.

3. Результаты исследований будут использованы при разработке новых усовершенствованных модификаций циркониевых сплавов для элементов ТВС, что позволит обеспечить высокое сопротивление разрушению при их изготовлении и эксплуатации в реакторах нового поколения в условиях запланированных высоких нагрузок.

Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы доложены и обсуждены на следующих научных конференциях:

1. Научная сессия МИФИ 2005. IV Научно - Техническая конференция «Научно-инновационное сотрудничество», 24-28 января 2005, Москва, МИФИ.
2. III-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур, ПРОСТ 2006», 18-20 апреля 2006 г. Москва, МИСиС.
3. Российская научная конференция. Материалы ядерной техники «От фундаментальных исследований к инновационным решениям», 3-7 октября 2006 г., Краснодарский край, г. Туапсе.
4. V-я Научно-практическая конференция материаловедческих обществ России «Цирконий: металлургия, свойства, применение», 24-28 ноября, 2008, г. Звенигород.
5. 9-th International Symposium of Croatian Metallurgical Society «Materials and metallurgy», June 20 - 24, 2010, Sibenik, Croatia.
6. IX-я Российская конференция по реакторному материаловедению, 14–18 сентября 2009 г., г. Дмитровград.
7. V-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», 20-22 апреля 2010 г., Москва, НИТУ «МИСиС».
8. Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2010), 26 сентября-02 октября 2010 г., Краснодарский край, г. Туапсе.
9. Научная сессия НИЯУ МИФИ-2011. Техническая конференция «Инновационные ядерные технологии» 1-5 февраля 2011. г. Москва. НИЯУ МИФИ.
10. 8-th International Congress «Machines, Technologies, Materials», September 19-21, 2011, Varna, Bulgaria.

Публикации

По материалам диссертационной работы опубликовано 7 статей в изданиях, включенных в перечень журналов рекомендованных ВАК, 17 работ в сборниках трудов научных конференций.

Структура и объём работы

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы из 100 наименований. Работа изложена на 145 страницах, содержит 67 рисунков и 15 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель и поставлены задачи исследования, показана научная новизна и практическая значимость работы.

Глава 1. Аналитический обзор литературы

В обзоре дан сравнительный анализ химического состава, структуры и свойств применяемых промышленных циркониевых сплавов для оболочек ТВЭЛов атомных реакторов и их новых модификаций, в том числе в условиях коррозионного воздействия и высокотемпературного окисления, имитирующего аварии типа

LOCA. Сопоставлены основные подходы и методы оценки запаса пластичности и трещиностойкости материалов. Анализируется влияние различных факторов на процессы охрупчивания и трещиностойкость сплавов.

Глава 2. Материал и методики исследования

Исследования проводили на материале оболочечных труб из циркониевых сплавов Э110 и Э635 штатного состава и их модификаций. Сравнительно испытывали между собой образцы труб из сплава Э110 штатного и Э110М модифицированного химического состава, а также сплав Э110Г на губчатой шихте (с пониженным содержанием примесей) и образцы труб из сплавов Э635 штатного и Э635М модифицированного состава (таблица 1).

Таблица 1 – Химический состав образцов труб

Сплав	Химический состав, масс. доля, % (основа)
Э110	Zr-1%Nb (электролитический цирконий)
Э110М	Zr-1%Nb-0,13%O-0,12%Fe (электролитический цирконий)
Э110Г	Zr-1%Nb (губка циркониевая + йодидный цирконий)
Э635	Zr-1,3%Sn-0,3%Fe-1%Nb (электролитический цирконий)
Э635М	Zr-0,8%Sn-0,3%Fe-1%Nb (электролитический цирконий)

Микроструктура труб из бинарных сплавов Э110 и Э110Г в рекристаллизованном состоянии представляла собой α -Zr матрицу с частицами выделений β -Nb – фазы. В сплаве Э110М в α -Zr матрице кроме выделений β -Nb – фазы существуют выделения частиц интерметаллидов типа $Zr(Nb,Fe)_2$ (ГПУ) и $(Zr,Nb)_2Fe$ (ГЦК). В структуре труб из многокомпонентных сплавов Э635 и Э635М в α -Zr матрице присутствуют выделения частиц интерметаллидов типа $Zr(Nb,Fe)_2$ (ГЦК), $(Zr,Nb)_2Fe$, $(Zr,Nb)_3Fe$, а в сплаве Э635М присутствуют еще частицы β -Nb – фазы.

Анализ микроструктуры образцов оболочечных труб проводили на оптических микроскопах Carl Zeiss «Axioskop 40 Pol», «Метам РВ-23» в поляризованном свете (рекристаллизованное состояние) и в светлом поле (охрупченном) при увеличениях $\times 100$ - $\times 2000$, поверхность образцов после КРН-испытаний исследовали на оптическом микроскопе «УИМ-21» при увеличениях $\times 30$ - $\times 50$ и на электронном просвечивающем микроскопе «JEM2000FX» при ускоряющем напряжении 160 кВ и увеличениях до $\times 20000$.

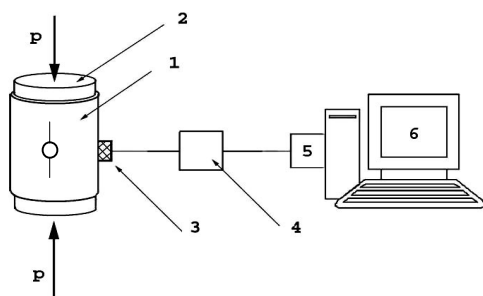
Оценку пластичности труб проводили при испытаниях на одноосное растяжение плоских образцов, вырезанных вдоль оси трубы. Образцы изготавливались из труб диаметром 16,6 мм с толщиной стенки - 0,35 мм.

Оболочечные трубы из циркониевых сплавов в состоянии поставки, после коррозионного воздействия и высокотемпературного окисления обладают разной пластичностью и вязкостью. Это потребовало разработать оригинальные методики испытаний на статическую трещиностойкость, позволяющие определять параметры вязкости разрушения сплавов.

Определение характеристик статической трещиностойкости оболочечных труб из циркониевых сплавов проводили на образцах труб с внешним диаметром $D = 9,13$ мм (с толщиной стенки $0,7$ мм) и длиной рабочей части $L = 30$ мм (или 6 мм) с различными концентраторами напряжений: наведенными трещинами на острых надрезах для образцов труб в состоянии поставки и после КРН-испытаний, с центральным отверстием диаметром $0,8 \pm 0,1$ мм после высокотемпературного окисления. Испытания проводили по специально разработанной методике с нагружением трубчатых образцов внутренним давлением до момента образования трещины в вершине надрезов и измерением сигналов акустической эмиссии (АЭ) от стартующих трещин.

При испытаниях на статическую трещиностойкость малогабаритных образцов оболочечных труб, создавалось внутреннее распирающее давление, путем сжатия помещенного в образец цилиндрического вкладыша из фторопласта. Сжатие трубчатого образца проводили на универсальной испытательной машине Instron 150 LX со скоростью $0,06$ мм/мин. Образование трещины на надрезе в стенке оболочечной трубы регистрировалось по сигналам акустической эмиссии (АЭ).

Блок-схема многоканальной компьютерной системы для измерения АЭ и механических параметров нагружения показана на рисунке 1.



1 – трубчатый образец с концентратором напряжений; 2 – фторопластовый вкладыш; 3 – акустический пьезодатчик; 4 – блок аналоговой обработки сигналов; 5 – контроллер ввода-вывода L-154; 6 – ПК

Рисунок 1 - Блок-схема компьютерной измерительной установки для определения параметров статической трещиностойкости

Измерительный тракт АЭ системы состоял из закрепленного на трубчатом образце акустического пьезодатчика, блока аналогового обработки сигналов АЭ, 12-битного контроллера ввода/вывода L-154 с АЦП.

Совмещенные по меткам времени диаграммы «нагрузка - смещение» ($\langle P-\Delta l \rangle$) и АЭ регистрировались в режиме реального времени. После регистрации сигнала АЭ от старта трещины нагружение образца останавливали.

На рисунке 2 показаны типичные диаграммы $\langle P-\Delta l \rangle$ и АЭ, регистрируемые при испытаниях образцов труб в состоянии поставки.

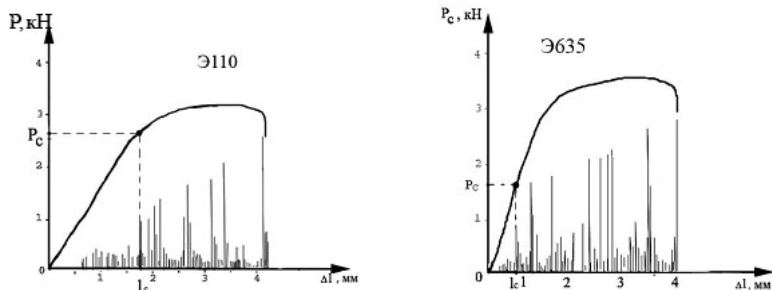


Рисунок 2 - Диаграммы «нагрузка P –смещение Δl » и АЭ при испытаниях сплавов Э110 и Э635 штатного состояния: точка c – старт трещины

Трещину декорировали быстрым долотом образца в жидком азоте для измерения ее подроста и анализа поверхности разрушения. При испытании образцов образованию магистральной трещины и разрушению образца (рисунок 3) предшествует образование вязкой трещины на надрезе (рисунок 4). Как показали измерения трещины после остановки испытания и долота образца, первым сигналам АЭ соответствует подрост трещины в среднем на $\Delta L \sim 100\text{--}200$ мкм. Измеряемые на диаграмме « $P\text{--}\Delta l$ » по АЭ значения нагрузки P_c и смещения l_c , соответствующие началу распространения трещины, использовались для определения характеристик трещиностойкости материала оболочечных труб по параметрам K_c и J_c .



Рисунок 3 - Вид образца с трещиной после испытаний

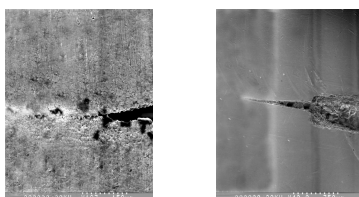


Рисунок 4 - Образование вязкой трещины на надрезе

Расчет параметров трещиностойкости проводили по специально разработанным программам на основании измерений длины надреза, подроста трещины и энергии деформации трубчатого образца к моменту страгивания трещины.

Оценка трещиностойкости проводилась по двум параметрам. По параметру линейной механики разрушения – критическому коэффициенту интенсивности напряжений K_c и по параметру нелинейной механики разрушения – J -интегралу.

Критический коэффициент интенсивности напряжений K_c для труб в состоянии поставки определяли как для материала тонкостенного цилиндра в условиях плосконапряженного состояния со сквозной трещиной (растяжение перпендикулярно трещине):

$$K_C = \sigma_{cm} \cdot \sqrt{\pi \cdot \frac{l_H}{2}} = \frac{P_C}{\pi \cdot R \cdot h} \cdot \sqrt{\pi \cdot \frac{l_H}{2}}, \quad (1)$$

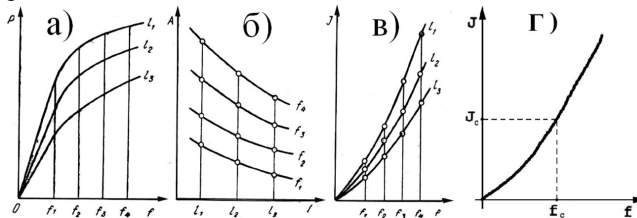
где: l_H – длина надреза; σ_{cm} – окружные напряжения в стенке, P_C – нагрузка в момент регистрации по АЭ от старта трещины.

Значения J -интеграла образцов труб в состоянии поставки и после КРН-испытаний определяли по методике Бигли и Лендиза. Механическая работа A (энергия деформации), затраченная при деформации трубчатого образца до его разрушения измерялась по диаграмме деформации, как площадь под кривой « P - f » (рисунок 5а). По проведенным измерениям строили зависимость работы от длины исходного надреза для различных выбранных смещений f (рисунок 5б). По этим зависимостям графически в точках, соответствующих разным длинам надреза определялось отношение (производная) « $\frac{dA}{dl}$ » – т.е. механическая энергия,

затрачиваемая на единицу длины трещины. Расчет J -интеграла по данной методике для каждого выбранного смещения f с учетом толщины стенки трубы h , проводили по формуле:

$$J = -\left(\frac{1}{h}\right) \cdot \left(\frac{dA}{dl}\right) \quad (2)$$

Были получены градуировочные зависимости J - интеграла от смещения f « J - f » для разных длин надрезов (рисунок 5в). Критические значения J_c определяются по величине смещения f_c на градуировочных зависимостях « J - f » (рисунок 5г) в момент начала роста трещины.



- а) измерение работы деформации образца по диаграммам « P - f »;
 - б) измерение работы деформации на длину трещины;
 - в) построение градуировочных зависимостей « J -интеграл – смещение f » для разных длин надрезов;
 - г) определение критического значения параметра трещиностойкости J_c
- Рисунок 5 - Экспериментальная методика определения J -интеграла

Оценку трещиностойкости по критическому коэффициенту интенсивности напряжений K_C для хрупких образцов труб после высокотемпературного окисления проводили по формуле:

$$K_C = \sigma_{cm} \cdot \frac{\sqrt{\pi \cdot l}}{E_2}, \quad (3)$$

где σ – окружные напряжения в стенке, Па; l – радиус отверстия, м;

E_2 – полный эллиптический интеграл $= \frac{\pi}{2}$ (круглое отверстие).

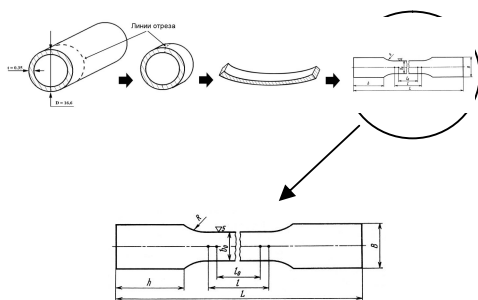
Величина K_c определенная в условиях нагружения трубчатых образцов, использована для сравнительной характеристики трещиностойкости материалов оболочечных труб.

Испытания на растяжение образцов труб проводили при комнатной температуре на универсальной испытательной машине Instron 150 LX со скоростью перемещения активного захвата 1,5 мм/мин.

Анализ изломов образцов после испытаний проводили на сканирующем электронном микроскопе Hitachi S – 800 при увеличениях $\times 70 - \times 17000$.

Глава 3. Пластичность и статическая трещиностойкость оболочечных труб в состоянии поставки

Сравнительный анализ пластичности труб из сплавов штатного и модифицированного составов проводили при испытаниях, вырезанных из труб образцов на одноосное растяжение с регистрацией АЭ. Схема изготовления образцов показана на рисунке 6.



$L=50$ мм, $l=17$ мм, $l_0=15$ мм, $b_0=3,7$ мм, $h=12$ мм, $B=6$ мм

Рисунок 6 - Схема раскроя труб и изготовления образцов для испытаний

Диаграммы деформации в условных напряжениях $\sigma = \frac{P}{F_0}$, где P – нагрузка и F_0

– начальная площадь поперечного сечения образца, и деформациях $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \cdot 100\%$ (l_0

– расчетная длина образца), перестраивали в истинные координаты $S(\varepsilon)$.

Значения истинных напряжений $S = \frac{P_i}{F_i} = \sigma(1+\varepsilon)$ и деформаций $e = \ln \frac{F_0}{F_i} =$

$\ln(1+\varepsilon)$ определяли в 110 – 150 точках (после проведения оцифровки) до момента начала спада нагрузки на диаграмме $P-\Delta l$. Полученные истинные диаграммы деформации для испытанных образцов всех сплавов соответствовали зависимости Людвига-Холломоны:

$$S = k \cdot e^n, \quad (4)$$

где, n - показатель степени деформационного упрочнения

Значения n определяли методом наименьших квадратов, как коэффициенты линейной регрессии:

$$\ln S = \ln k + n \cdot \ln e \quad (5)$$

Для обработки диаграмм деформации с целью расчета параметров n и e_p , использовали компьютерный метод оцифровки диаграмм деформации в программном пакете Grafula 3.0, с последующей обработкой полученных численных данных в математическом пакете Origin Pro 7.5.

По формуле (4) рассчитывали потерю устойчивости течения и образование шейки на образце при растяжении из-за «геометрического» разупрочнения при равномерной деформации $e_p = n$. Поэтому, сравнивая эти две величины при испытании образцов разных сплавов и разных структурных состояний можно проводить оценку их технологической пластичности.

Проводили сравнительный анализ пластичности образцов труб из сплавов Э110 и Э635 штатного состава и их модификаций в состоянии поставки (рекристаллизованное состояние) и исследовали влияние степени рекристаллизации на пластичность сплавов.

На одноосное статическое растяжение испытывали образцы из труб сплавов Э110 и Э635 штатного состава с различной степенью рекристаллизации, достигаемой разными режимами отжига после холодной деформации (х/д; х/д + отжиг 530 °С и х/д + отжиг 580 °С), а также образцы труб из модифицированных сплавов Э110М и Э635М в рекристаллизованном состоянии (таблица 2).

В таблице 2 представлены механические свойства сплавов Э110 и Э635 и их модификаций, а также значения параметров n и e_p для всех испытанных состояний.

Таблица 2 – Механические свойства испытанных состояний образцов труб

Сплав	Степень рекристаллизации, %	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	n	e_p
Э110	0	463±10	589±10	14,4±1,5	0,60 ± 0,01	0,030 ± 0,001
	70	289±5	383±6	27,9±1,1	0,32 ± 0,01	0,080 ± 0,001
	> 90	274±7	348±7	31,1±1,0	0,28 ± 0,01	0,090 ± 0,002
Э110М	> 90	381±15	484±13	26,0±1,5	0,41 ± 0,01	0,070 ± 0,001
Э635	0	559±9	690±8	11,9±1,0	0,62 ± 0,02	0,030 ± 0,002
	70	455±5	570±6	23,2±1,3	0,42 ± 0,01	0,070 ± 0,001
	> 90	438±7	548±6	28,0±1,5	0,33 ± 0,02	0,090 ± 0,001
Э635М	> 90	444±5	539±5	28,1±1,0	0,25 ± 0,02	0,110 ± 0,002

Из таблицы 2 видно, что в рекристаллизованном состоянии (состояние поставки) сплавы Э110М и Э110 характеризуются близкими значениями равномерной деформации при показателе степени деформационного упрочнения n для сплава Э110М в 1,5 раза большим, чем для сплава Э110. Сплавы Э635 и Э635М в рекристаллизованном состоянии характеризуются практически одинаковой прочностью и пластичностью. Наибольшие значения показателя деформационного

упрочнения сплавов наблюдаются в холоднодеформированном состоянии, при этом их равномерная деформация e_p в три раза ниже, чем в рекристаллизованном состоянии. С повышением степени рекристаллизации значения равномерной деформации повышаются в 2-3 раза, а показатель деформационного упрочнения понижается в 2 раза. При растяжении образцов всех сплавов и состояний $e_p < n$. Разница между этими характеристиками уменьшается с повышением степени рекристаллизации, что свидетельствует о возможности значительного повышения запаса пластичности сплавов с повышением температуры отжига после холодной деформации.

Значения характеристик трещиностойкости K_c и J_c для образцов труб из сплавов Э110 и Э635 и их модификаций приведены в таблице 3.

Наибольшей трещиностойкостью обладают образцы труб из сплава Э110 штатного состава. Легирование сплава Э110М кислородом и железом приводит к значительному упрочнению (σ_B , $\sigma_{0,2}$ повышаются в 1,3 – 1,4 раза, соответственно) и понижению K_c в 1,7 раза и J_c - 2,9 раза по сравнению с вязкостью разрушения сплава Э110 штатного состава.

Таблица 3 – Трещиностойкость сплавов циркония

Сплав	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	J_c , кДж/м ²	K_c , МПа√м
Э110	345 ± 6	375 ± 7	62,8 ± 8,7	81,4 ± 5,6
Э110М	470 ± 5	505 ± 6	21,4 ± 5,2	46,9 ± 6,2
Э635	450 ± 4	490 ± 5	31,2 ± 3,3	57,7 ± 3,7
Э635М	453 ± 5	485 ± 6	33,1 ± 4,8	58,9 ± 4,5

Значения характеристик трещиностойкости образцов труб из сплавов Э635 и Э635М близки и лежат в пределах $K_c = 57,7 - 58,9$ МПа√м и $J_c = 31,2 - 33,1$ кДж/м². С уменьшением условного предела текучести с 470 МПа до 345 МПа на сводной зависимости для всех испытанных сплавов увеличивается их трещиностойкость J -интеграл с 21,4 кДж/м² до 62,8 кДж/м² (рисунок 7).

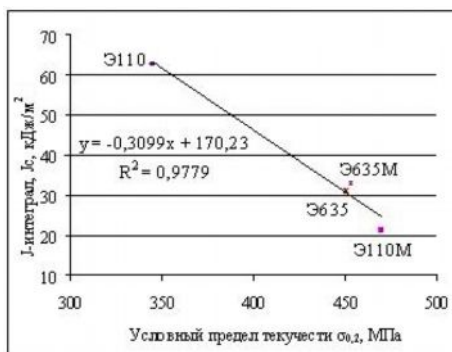


Рисунок 7 - Зависимость параметра трещиностойкости J_c от прочности сплавов

При разнице в пределах текучести сплавов Э110М и Э110 в 1,4 раза значения J_c сплава Э110М в 3 меньше, чем для сплава Э110.

Анализ поверхности разрушения образцов в плоской зоне ее развития показал, что изломы образцов труб всех состояний характеризуются смещенным вязко - квазихрупким механизмом разрушения.

Количественные характеристики поверхности разрушения в зоне старта трещины определяли по измерениям размера характерных элементов изломов «мезо-ямок» - областей излома с квазихрупким разрушением, окаймленных вязкими перемычками. Мезо-ямки объединяют (5 - 7) зерен, разрушенных квазисколом по плоскостям двойникования, покрывая всю поверхность излома. Диаметры мезо-ямок измеряли для всех сплавов по 10 полям на одинаковой площади наблюдения в зоне старта трещины при увеличении $\times 1000$.

Размер мезо-ямок хорошо коррелирует со значениями параметра трещиностойкости J_c образцов труб (коэффициент корреляции $q = 0,94$). Образцы труб из сплава Э110М имеют менее вязкий излом, по сравнению с образцами сплава Э110 в штатном состоянии.

Изломы образцов труб из сплава Э635 и сплава Э635М по характеру разрушения и параметрам излома практически не различаются. Нет статистически значимой разницы и в трещиностойкости этих сплавов.

Хорошая корреляция характеристик изломов со значениями J_c показывает, что значения параметров трещиностойкости, определенные при испытаниях по описанным выше методикам, однозначно характеризуют вязкость разрушения материала и могут быть использованы для характеристики сопротивления разрушению оболочечных труб.

Таким образом, повышение прочности сплава Э110М не привело к значительному понижению его пластичности при растяжении по сравнению со сплавом Э110, что свидетельствует о достаточно высоком запасе технологической пластичности. Однако, понижение показателей статической трещиностойкости образцов труб сплава Э110М более чем 1,7 раза по сравнению со сплавом Э110 может отрицательно сказаться на их сопротивлении разрушению.

Глава 4. Сопротивление коррозионному разрушению и трещиностойкость образцов труб после КРН-испытаний

Сопротивление коррозионному разрушению труб из модифицированных сплавов изучали при испытаниях на КРН трубчатых образцов в среде «1 % раствора йода в метаноле».

Механизм и кинетику процесса КРН исследовали при испытаниях на КРН с локальной зоной коррозии по ранее разработанной методике с измерением по АЭ времени до начала коррозионного разрушения и количественной оценке коррозионной повреждаемости сплавов. По АЭ определяли время Т1 до начала разрушения окисной пленки на поверхности образца и время Т2 до образования и начала развития микродефектов – питтингов, поверхностных трещин и ЗЗР.

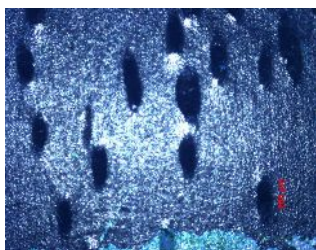
Исследование показало, что образцы труб из всех изученных сплавов характеризуются одинаковыми механизмами разрушения при КРН-испытаниях с

образованием на поверхности образцов сначала «питтингов» и микротрещин, и их дальнейшим развитием в зоны зернограницного разрушения (рисунок 8).

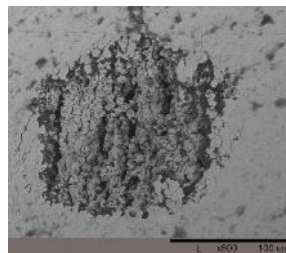
Для оценки влияния коррозионных повреждений на трещиностойкость труб образцы подвергали испытаниям на КРН с предварительным нагружением внутренним давлением в упругой области до $(0,8 - 0,9)\sigma_{0,2}$ и с их полным погружением в коррозионный раствор и выдержкой в растворе в течение 8 часов.

После выдержки в растворе проводили нагружение сжатием образцов с внутренним вкладышем на испытательной машине Instron 150 LX вплоть до момента потери его механической жесткости - образования крупной сквозной трещины. Значения параметра J_c рассчитывали по описанной выше методике (см. главу 2).

После проведения испытаний на трещиностойкость с раскрытием дефектов образцы извлекались из оснастки и изучалась их поверхность на оптическом микроскопе Carl Zeiss Axioskop 40 Pol при увеличениях $\times 100 - \times 500$, как показано на рисунке 8а. При этом проводили фотосъемку всей поверхности образца для последующего анализа фотографий в программе количественного анализа изображения Image Expert Pro 3.5 для определения размеров и количества дефектов.



а)



б)

а) оптическая микроскопия, $\times 200$; б) сканирующая микроскопия, $\times 600$

Рисунок 8 - Питтинги в зоне воздействия коррозионной среды

Качественный и количественный анализ зон зернограницного разрушения (рисунок 9) проводили на поперечных сечениях образцов труб.

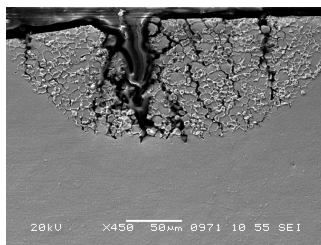


Рисунок 9 - Вид зоны зернограницного разрушения на поперечном шлифе

В таблице 4 представлены результаты локальных КРН-испытаний.

Таблица 4 – Характеристики коррозионной повреждаемости и кинетики разрушения при КРН-испытаниях образцов труб

Сплав	Параметры коррозионных дефектов					J_c , кДж/м ² (до / после КРН- испытаний)	Время, мин	
	Питтинги		Трещины		3ЗР (Н/Л), мкм		Т1	Т2
	S, мкм ²	N, шт	L, мкм	N, шт				
Э110	2961±980	156,2±33,9	870±151	11,0±1,4	786±110/ 890±130	62,8±8,7/ 59,4±9,2	22±7	158±15
Э110М	4262±1060	3,8±1,7	2541±270	3,8±1,8	949±150/ 998±160	21,4±5,2/ 19,3±6,3	4±2	80±5
Э110Г	2030±590	25,3±4,1	405±216	6,20±2,5	710±96/ 804±110	-/ 60,5±7,4	27±6	156±18
Э635	1235±69	25,6±10,3	1657±307	16,5±1,8	890±75/ 430±97	31,2±3,3/ 28,3±3,8	17±4	94±7
Э635М	1103±98	14,8±2,1	1720±198	10,6±2,1	1128±109/ 1130±147	33,1±4,8/ 29,6±4,1	6±1	112±10

Из таблицы 4 видно, что для образцов сплава Э110М площадь питтингообразования в 1,4 раза и размеры ЗЗР больше, а количество питтингов существенно меньше по сравнению со сплавом Э110. Низкие значения параметров коррозионной повреждаемости наблюдаются для образцов сплава Э110Г. Коррозионное разрушение в сплаве Э110М начинается и развивается значительно быстрее - время Т1 и Т2 в ~6 и в 1,9 раз меньше, чем в сплавах Э110 и Э110Г.

В сплаве Э635М разрушение оксидной пленки происходит раньше, а образование и развитие микродефектов происходит практически за то же время, что у сплава Э635. Однако, значения других параметров коррозионной повреждаемости при одинаковых условиях КРН-испытаний для образцов из сплавов Э635 и Э635М близки.

Таким образом, повышение прочности труб из сплава Э110М по сравнению со сплавом Э110 существенно изменило кинетику процесса КРН при том же механизме зарождения и развития коррозионных дефектов. Накопление коррозионных повреждений при КРН-испытаниях труб из всех сплавов не привело к значительному снижению их трещиностойкости.

Глава 5. Факторы охрупчивания и трещиностойкость оболочечных труб после высокотемпературного окисления

Исследованы характеристики трещиностойкости, структуры и изломов труб из сплавов циркония Э110 и Э635 и их модификаций после высокотемпературного окисления, имитирующего аварию типа LOCA ($T=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, 18 % ЛГО).

Микроструктура охрупченных циркониевых сплавов представляет собой слоистую структуру с оксидным слоем на поверхности, подповерхностным α -слоем и внутренним « α - β »-слоем. Структура α -слоя состоит из пластин насыщенной кислородом и прослоек остаточной β -Zr-фазы (с повышенным содержанием ниобия), а « α - β »-слой представляет структуру мартенситного типа, в которой пластинки превращенной α' -Zr-фазы либо переплетаются (структура типа «корзиночного плетения»), либо расположены параллельно друг другу (структура параллельных пластинок). Между пластинами α' -Zr-фазы расположены прослойки остаточной β_{Zr} – фазы. Пластины α' -Zr и прослойки β_{Zr} – фазы расположены внутри границ бывших β -зерен. Размер зерна « α - β »-слоя, в пределах которого расположены пластины мартенситоподобной структуры, достигает 600 мкм и более. В структуре « α - β »-слоя присутствуют достаточно крупные выделения обогащенной кислородом «светлой» α -Zr-фазы и выделения «темной» водородосодержащей фазы (гидридов) преимущественно пластинчатой формы.

Проведенное исследование структуры и изломов образцов труб показало, что слой оксида и α -Zr фазы на поверхности разрушаются хрупко, а « α - β »-слой разрушается по смешанному хрупко-вязкому механизму. При этом участки «светлой» α -Zr-фазы и структуры типа «корзиночное сплетение» разрушаются хрупким сколом с образованием крупных фасеток, а выделения «темной» водородосодержащей фазы в « α - β »-слое с образованием хрупких вторичных трещин. Поэтому, вязкость труб после высокотемпературного окисления полностью контролируется химическим составом и структурой « α - β »-слоя.

Долю скола в « α - β »-слое на поверхности разрушения образца после испытаний на трещиностойкость рассчитывали в программе количественного анализа изображений Image Expert Pro 3.5, как отношение общей площади, занимаемой фасетками скола, к общей площади всех полей наблюдения изломов для каждого образца. Также определялась средняя площадь фасетки скола для каждого сплава. По полученным данным в математическом пакете Origin Pro 7.5, строили гистограммы распределения фасеток по площади и определяли долю крупных фасеток скола (площадью от 1500 мкм^2) в изломе.

Трещиностойкость всех состояний характеризуется крайне низкими значениями K_{IC} (2,4 - 5,7 МПа $\sqrt{\text{м}}$), что связано с высокой степенью охрупчивания оболочек при высокотемпературном окислении.

Из таблицы 5 видно, что трещиностойкость K_{IC} образцов из сплава Э110М после высокотемпературного окисления в 1,5 раза ниже, а сплава Э110Г в 1,6 раз выше, чем сплава Э110. Значения K_{IC} сплавов Э635 и Э635М значимо между собой не различаются.

Различия в степени охрупчивания и в вязкости разрушения сплавов после высокотемпературного окисления связаны, прежде всего, с различиями в

содержании водорода и кислорода, и как следствие с различиями в структуре и изломах «ex-β»-слоя образцов труб. Результаты металлографического и фрактографического анализа образцов труб приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Характеристики структуры, изломов и трещиностойкости сплавов после высокотемпературного окисления

Сплав	Трещиностойкость K_{IC} , МПа√м	Доля α-включений в «ex-β»-слое, %	Плотность гидридной фазы в «ex-β»-слое, N , $10^8/\text{м}^2$	Доля «корзиночного плетения» в «ex-β»-слое, %	Общая доля площади крупных (1500 мкм ²) фасеток скола в «ex-β»-слое, %
Э110	$3,6 \pm 0,5$	$14,0 \pm 2$	$4,2 \pm 0,7$	$47,3 \pm 2,7$	$2,5 \pm 0,3$
Э110М	$2,4 \pm 0,3$	$7,0 \pm 1,0$	$7,4 \pm 1,1$	$72,5 \pm 2,5$	$4,7 \pm 0,3$
Э110Г	$5,7 \pm 0,3$	$6,0 \pm 1,5$	$2,4 \pm 0,9$	$37,6 \pm 1,9$	$0,6 \pm 0,1$
Э635	$4,2 \pm 0,5$	$10,0 \pm 1,5$	$7,5 \pm 1,4$	$75,6 \pm 2,0$	$3,3 \pm 0,6$
Э635М	$4,7 \pm 0,4$	$7,3 \pm 1,0$	$3,8 \pm 1,6$	$73,5 \pm 2,3$	$2,9 \pm 0,5$

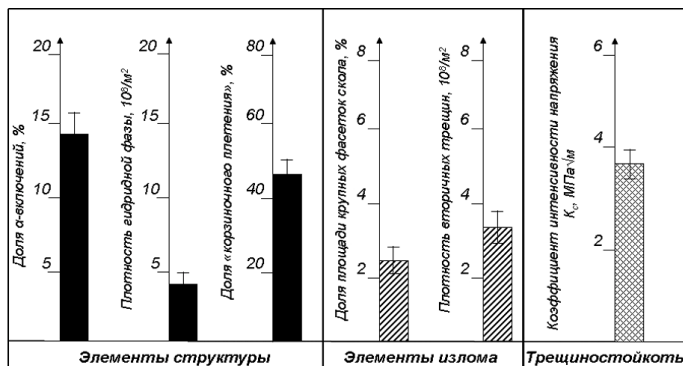
Определение содержания водорода в «ex-β»-слое сплавов циркония, измеренное методом газового анализа, показало, что в образцах сплава Э110М содержание водорода в «ex-β» - слое выше, а в сплаве Э110Г ниже, чем в сплаве Э110. Это привело к увеличению плотности выделений водородосодержащей фазы в структуре и образованию вторичных трещин в изломе «ex-β» - слоя для сплава Э110М в 1,8 раза по сравнению со штатным составом сплава Э110. В сплаве Э110Г плотность водородосодержащей фазы и вторичных трещин в 1,8 раза меньше, чем в образцах сплава Э110 (рисунок 10).

Для образцов сплава Э110М доля структуры типа «корзиночного плетения» и участков α-Zr-фазы в «ex-β» - слое больше, соответственно больше и доля крупных (от 1500 мкм²) фасеток скола в изломе. Как следствие значения K_{IC} для сплава Э110М в 1,5 раза ниже по сравнению со сплавом Э110.

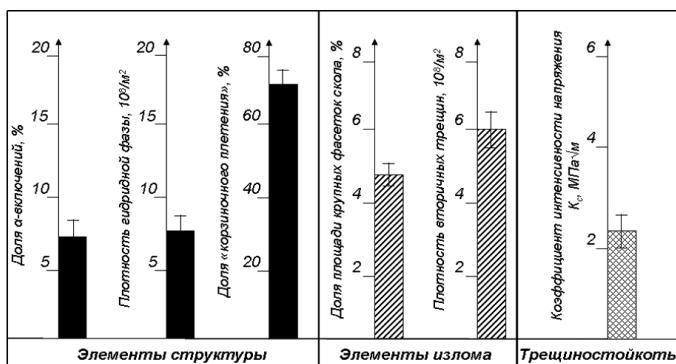
Для образцов сплава Э110Г, напротив, доля структуры типа «корзиночного плетения» и участков α-Zr-фазы в «ex-β» - слое ниже, и соответственно меньше доля крупных фасеток скола, чем для сплава Э110. При этом значения K_{IC} сплава Э110Г в 1,6 раза выше, чем для сплава Э110.

Микротвердость в «ex-β» - слое образцов труб из сплава Э110М на 80 НВ выше по сравнению с другими сплавами, что так же свидетельствует о его большем охрупчивании.

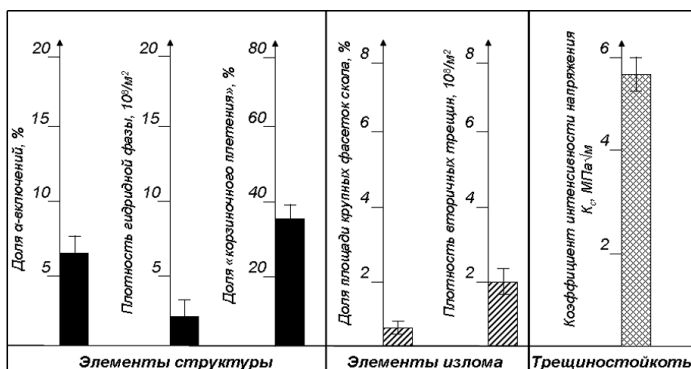
Модифицирование сплава Э635М приводит по сравнению со сплавом Э635 к незначительному уменьшению, как доли «корзиночного плетения», так и крупных фасеток скола. Уменьшается и плотность, как водородосодержащей фазы, так и вторичных трещин в изломе. Значения K_{IC} сплавов Э635 и Э635М после высокотемпературного окисления значимо не различаются.



а)



б)



в)

а) сплав Э110; б) сплав Э110М; в) сплав Э110Г

Рисунок 10 - Количественные характеристики элементов структуры, изломов в «α-β»-слое и трещиностойкости сплавов после высокотемпературного окисления

Таким образом, совместный количественный анализ структуры, изломов в « α - β »-слое и коэффициента интенсивности напряжения K_c показывает, что трещиностойкость окисленных образцов труб определяется следующими основными структурными факторами: наличием в « α - β »-слое разрушающихся хрупко сколом крупных (площадь от 1500 мкм²) участков α -Zr-фазы, структуры типа «корзиночное сплетение» и плотностью вторичных хрупких трещин от разрушения гидридов. Степень охрупчивания образцов труб после высокотемпературного окисления при одинаковых условиях зависит, в основном, от содержания в « α - β »-слое водорода и образования хрупких выделений водородосодержащей «темной» фазы, содержания кислорода и, соответственно, образования крупных участков хрупкой обогащенной кислородом α -Zr-фазы, и содержания примесей в сплаве, влияющих на долю более хрупкой структуры типа «корзиночного плетения».

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Разработаны и применены методики определения характеристик пластичности и трещиностойкости тонкостенных оболочечных труб из циркониевых сплавов при нагружении образцов внутренним давлением и регистрации старта трещины по измерениям акустической эмиссии. Определены значения вязкости разрушения K_c и J_c оболочечных труб из сплавов Э110 и Э635 и их модификаций в состоянии поставки, после испытаний на КРН в йодсодержащей среде и после высокотемпературного окисления в паре.

2. Прямым сопоставлением значений истинной равномерной деформации и показателя степени деформационного упрочнения при растяжении образцов труб показано, что в состоянии поставки образцы труб из сплава Э110М при прочности в 1,4 раза выше, чем для труб из сплава Э110, характеризуются сравнимой с ним деформационной способностью. При этом вязкость разрушения K_c труб из сплава Э110М в 1,5 раза ниже, чем для сплава Э110.

Образцы труб из сплавов Э635 и Э635М в состоянии поставки имеют близкие характеристики пластичности и статической трещиностойкости.

3. Совместным анализом АЭ и коррозионной повреждаемости определены различия в сопротивлении коррозионному разрушению под напряжением (КРН) в среде метанол-йод образцов труб из сплавов штатного и модифицированного составов. Показано, что при одинаковых условиях КРН-испытаний для труб из сплава Э110М время до начала разрушения в 2 раза меньше, а количество и площадь коррозионных дефектов (питтингов, трещин и зон ЗГР) в 1,5 раза больше, чем для сплава Э110 при одинаковом механизме разрушения.

Образование и накопление коррозионных дефектов в образцах труб из сплавов Э110 и Э110М при КРН-испытаниях в течение 8 ч не повлияло на значения вязкости разрушения J_c .

4. Определены количественные характеристики структуры, изломов и трещиностойкости K_c образцов труб из модифицированных сплавов Э110М, Э110Г и Э635М в сравнении со штатными составами сплавов после высокотемпературного

окисления в паре при $T = 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ и ЛГО = 18 %. Показано, что основными структурными факторами ограничивающими пластичность и трещиностойкость сплавов после высокотемпературного окисления являются: доля крупных участков обогащенной кислородом α -Zr-фазы, доля структуры типа «корзиночное плетение» и содержание выделений водородосодержащей гидридной фазы в « α - β »-слое. Уменьшение суммарного содержания примесей в сплаве Э110Г на основе губки уменьшает степень охрупчивания труб.

5. Установлено, что трещиностойкость K_{IC} труб из сплава Э110М после высокотемпературного окисления в 1,5 раза ниже, а из сплава Э110Г в 1,6 раза выше по сравнению со сплавом Э110 штатного состава.

6. Показано, что изменение химического состава сплавов Э635М и содержания примесей в сплаве Э110Г по сравнению со сплавами штатного состава не повлияло на пластичность и трещиностойкость труб в состоянии поставки и после КРН-испытаний.

7. Установленные зависимости пластичности и статической трещиностойкости, структуры и изломов образцов труб из новых модификаций циркониевых сплавов использованы для совершенствования химического состава и технологии их деформационно-термической обработки при изготовлении тонкостенных труб.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЕ

1. С.А. Никулин, В.Г. Ханжин, А.Б. Рожнов, А.В. Бабукин, В.А. Белов. Методы анализа процессов деформации и разрушения тонкостенных изделий из сплавов с низкой прочностью. *Металловедение и термическая обработка металлов*, 2005, №5, с. 43-50.

2. S.A. Nikulin, A.B. Rozhnov, V.A. Belov, N.V. Lyaschenko, A.V. Nikulina, A.V. Mal'gin. Influence of Structure Changes in E110 Alloy Claddings on Ductility Loss Under LOCA Conditions. *Journal of ASTM International*, Vol. 5, No. 8, 2008, pp.231-247.

3. Никулин С.А., Ханжин В.Г., Рожнов А.Б., Белов В.А. Поведение циркониевых оболочечных труб твэлов атомных реакторов в экстремальных эксплуатационных условиях. *Металловедение и термическая обработка металлов*, №5 2009, с. 32-40.

4. Рожнов А.Б., Белов В.А., Никулин С.А., Ханжин В.Г. Коррозионное растрескивание под напряжением циркониевых оболочечных труб. Часть I. Экспресс-метод локальных КРН – испытаний. Деформация и разрушение материалов, №6, Москва, 2009. с. 44-48.

5. А.Б. Рожнов, В.А. Белов, С.А. Никулин, В.Г. Ханжин. Коррозионное растрескивание под напряжением циркониевых оболочечных труб. Часть II. Механизмы и кинетика. Деформация и разрушение материалов, №7, 2009. с. 42-48.

6. Рожнов А.Б., Белов В.А., Никулин С.А., Ханжин В.Г. Коррозионное растрескивание под напряжением циркониевых оболочечных труб. Часть III. Влияние прочности сплавов. Деформация и разрушение материалов, №4, Москва, 2010. с. 42-45.

7. S.A. Nikulin, A.B. Rozhnov, V.A. Belov, E.V. Li, V.S. Glazkina. Influence of chemical composition of zirconium alloy E110 on embrittlement under LOCA conditions – Part 1: Oxidation kinetics and macrocharacteristics of structure and fracture. *Journal of Nuclear Materials* 418 (2011) 1–7.

8. С.А. Никулин, В.Г. Ханжин, А.В. Бабукин, А.Б. Рожнов, В.А. Белов. Влияние химического состава циркониевых сплавов на трещиностойкость оболочечных труб тепловыделяющих элементов. Научная сессия МИФИ 2005, 24–28 января 2005, Москва, IV Научно - Техническая конференция «Научно-инновационное сотрудничество», Сборник научных трудов, с. 70–71.

9. С.А. Никулин, В.Г. Ханжин, А.Б. Рожнов, А.В. Бабукин, В.А. Белов. Акустико-эмиссионные технологии мониторинга качества и сопротивления разрушению материалов ядерной техники. Российская конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2), 19–23 сентября 2005 г., Краснодарский край, г. Туапсе. Тезисы докладов, с. 182.

10. В.А. Белов, С.А. Никулин, М.Г. Григорьев. Оценка технологической пластичности и трещиностойкости циркониевых сплавов. Российская научная конференция. Материалы ядерной техники «От фундаментальных исследований к инновационным решениям», 3–7 октября 2006 г., Краснодарский край, г. Туапсе. Тезисы докладов, с. 49.

11. S.A. Nikulin, A.B. Rozhnov, V.A. Belov, N.V. Lyaschenko, A.V. Nikulina, A.V. Mal'gin. Influence of Structure Changes in E110 Alloy Claddings on Ductility Loss Under LOCA Conditions. *Zirconium in the Nuclear Industry: 15th International Symposium*, Sunriver, OR, USA, June 24 2007 - June 28 2007, Book of Abstracts.

12. С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, А.Г. Мальгин, В.А. Белов, Н.В. Лященко. Изменение структуры и охрупчивание оболочечных труб из сплава Э110 в условиях, моделирующих LOCA. IV-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», 8–10 апреля 2008 г., Москва, МИСиС, Тезисы докладов, с. 235.

13. С.А. Никулин, В.Г. Ханжин, А.Б. Рожнов, В.А. Белов. Методы оценки пластичности и трещиностойкости циркониевых сплавов. Материалы научно-практической конференции материаловедческого общества России. Цирконий: металлургия, свойства, применение. Москва, 2008. с. 73.

14. Nikulin Sergey, Khanzhin Vladislav, Rozhnov Andrey, Belov Vladislav, Koteneva Maria, Li Elina. Development of non-local method of scc-tests of thin-walled tubes using loading by internal pressure. 9-th International Symposium of Croatian Metallurgical Society Sibenik 2010, June 20 - 24, Croatia, *Metalurgija* 48 (2009) 1, 3–8.

15. С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, В.А. Белов. Влияние кислорода на структуру и разрушение циркониевых сплавов в условиях аварий с потерей теплоносителя. IX Российская конференция по реакторному материаловедению, г. Димитровград, ОАО «ГНЦ НИИАР», 14–18 сентября 2009 года, Тезисы докладов, с. 150.

16. Sergey A. Nikulin, Vladislav G. Khanzhin, Andrey B. Rozhnov, Vladislav A. Belov, Elina V. Li, Maria V. Koteneva. Influence of zirconium alloy strength on stress corrosion cracking susceptibility of cladding tubes. *CORROSION 2010, Corrosion in*

Nuclear Symposium, Conference and expo, March 14-18 2010, San Antonio, TX, USA. Conference proceedings. Paper number 10239.

17. С.А. Никулин, В.Г. Ханжин, А.Б. Рожнов, В.А. Белов, Э.В. Ли, М.В. Котенева. Технологическая пластичность и трещиностойкость оболочечных труб из сплавов циркония. V-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», 20-22 апреля 2010 г., Москва, МИСиС, Сборник трудов конференции, с. 221.

18. С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, В.А. Белов, Э.В. Ли, А.В. Веретенникова. Взаимосвязь характеристик структуры и разрушения в интенсивно окисленных циркониевых оболочках ТВЭЛов из сплавов разного состава. V-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», 20-22 апреля 2010 г., Москва, МИСиС, Сборник трудов конференции, с. 229.

19. С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, В.А. Белов, В.Г. Ханжин, М.В. Котенева. Методика КРН-испытаний трубчатых образцов из циркониевых сплавов при нагружении внутренним давлением с последующим компьютерным анализом. V-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», 20-22 апреля 2010 г., Москва, МИСиС, Сборник трудов конференции, с. 232.

20. А.Б. Рожнов, С.А. Никулин, В.А. Белов, Э.В. Ли. Факторы охрупчивания оболочек твэлов из модифицированных сплавов циркония в условиях имитации аварий с потерей теплоносителя. Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2010), 26 сентября - 02 октября 2010 г., Краснодарский край, г. Туапсе. Тезисы докладов, с. 35.

21. В.А. Белов, С.А. Никулин, В.Г. Ханжин, А.Б. Рожнов, Э.В. Ли. Оценка сопротивления разрушения модифицированных циркониевых сплавов. Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2010), 26 сентября - 02 октября 2010 г., Краснодарский край, г. Туапсе. Тезисы докладов, с. 39.

22. М.В. Котенева, С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, В.А. Белов, В.Г. Ханжин. Определение сопротивления КРН оболочек твэлов из сплавов Э110 и Э635 при испытаниях под внутренним давлением. Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2010), 26 сентября - 02 октября 2010 г., Краснодарский край, г. Туапсе. Тезисы докладов, с. 40.

23. М.В. Котенева, С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, В.А. Белов, В.Г. Ханжин. Определение сопротивления КРН трубчатых образцов из циркониевых сплавов. Научная сессия НИЯУ МИФИ-2011, 1-5 февраля 2011. г. Москва. Аннотации докладов. Том 1. Инновационные ядерные технологии, с. 145.

24. Э.В. Ли, В.А. Белов, С.А. Никулин, В.Г. Ханжин, А.Б. Рожнов. Определение параметров трещиностойкости оболочечных труб тепловыделяющих элементов после испытаний, имитирующих аварию типа ЛОСА. Научная сессия НИЯУ МИФИ-2011, 1-5 февраля 2011. г. Москва. Аннотации докладов. Том 1. Инновационные ядерные технологии, с. 146.

