ISSN: 0368-0797. Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2018. Том 61. № 11. С. 907 – 913. © 2018. Кудрявцев А.С., Охапкин К.А.

УДК 669.15-194:621.78

# ВЛИЯНИЕ ДЛИТЕЛЬНОГО ТЕПЛОВОГО СТАРЕНИЯ В СОСТАВЕ ТЕПЛООБМЕННОГО ОБОРУДОВАНИЯ РЕАКТОРНОЙ УСТАНОВКИ НА БЫСТРЫХ НЕЙТРОНАХ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА АУСТЕНИТНОЙ ХРОМОНИКЕЛЕВОЙ СТАЛИ

## Кудрявцев А.С., к.т.н., начальник сектора

**Охапкин К.А.**, к.т.н., старший научный сотрудник (kirill.okhapkin@mail.ru)

#### ЦНИИ КМ «Прометей» имени академика И.В. Горынина НИЦ «Курчатовский институт» (Россия, 191015, Санкт-Петербург, ул. Шпалерная, 49)

Аннотация. В работе исследовано влияние длительной эксплуатации при температуре 515 °C на структуру и свойства стали 09X18H9. Данные по структуре и фазовому составу стали получены с помощью оптической и растровой электронной микроскопии. Фазовый состав стали в равновесном состоянии определен путем термодинамического моделирования в программном пакете FactSage. В результате исследования установлено, что в процессе эксплуатации при температуре 515 °C продолжительностью 195 тыс. ч в стали 09X18H9 происходит изменение структуры с образованием вторичных фаз, инициированное выделением элементов с ограниченной растворимостью из пересыщенного твердого раствора. Обнаружено присутствие в структуре твердого раствора аустенита следующих вторичных выделений: карбид хрома Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, феррит (α), G-фаза. На основании сопоставления данных термодинамического моделирования и экспериментального определения фазового состава установлено, что структура стали находится в состоянии, близком к равновесному. Выявлен и описан механизм протекания структурных превращений, последовательность образования вторичных фаз. На начальном этапе происходит образование карбида хрома, затем вблизи карбидов происходит образование α-феррита и, затем, формируется G-фаза. Результаты испытаний на ударную вязкость и статическое растяжение показали, что изменение фазового состава в процессе теплового старения приводит к охрупчиванию стали - снижению пластичности и энергии удара. Фрактографические исследования поверхностей изломов образцов показали, что снижение пластичности в процессе длительной высокотемпературной эксплуатации связано с разупрочнением тела зерна и упрочнением границ за счет вторичных выделений карбидной фазы. В результате данного процесса пластическая деформация локализуется в разупрочненном объеме тела зерна, окруженного прочными границами. Наибольшее влияние эволюция структуры при длительном тепловом старении оказывает на ударную вязкость. При этом изменение временного сопротивления и предела текучести незначительно. Основной вклад в изменение механических характеристик стали вносят вторичные выделения карбидной фазы.

*Ключевые слова*: парогенератор, жаропрочная хромоникелевая сталь, длительная эксплуатация, тепловое старение, выделение вторичных фаз, ударная вязкость, изменение механических свойств.

**DOI:** 10.17073/0368-0797-2018-11-907-913

## Введение

Аустенитная коррозионностойкая сталь 09X18H9 широко примененяется в атомном машиностроении для изготовления корпусного оборудования, внутрикорпусных устройств, трубопроводов и других элементов [1-9]. В настоящее время актуальной задачей является оценка возможности эксплуатации атомных энергетических установок по окончании проектных сроков. Примером может служить реакторная установка (РУ) с натриевым теплоносителем на быстрых нейтронах БН-600, эксплуатирующаяся в настоящее время сверх проектного срока. При этом одним из условий обоснования продления срока службы РУ была оценка работоспособности конструкционных материалов.

Наиболее информативным способом оценки состояния конструкционных материалов является разрушающий контроль после эксплуатации в составе основного оборудования РУ. В соответствии с Правилами устройства и безопасной эксплуатации оборудования и трубопроводов атомных энергетических установок (НП-089-15), в зависимости от условий эксплуатации оборудование РУ может быть разделено на четыре группы:

 $- \phi$ люенс нейтронов: выше или ниже 1,5 · 10<sup>25</sup> нейтр/м<sup>2</sup> ( $E \ge 0,5 \text{ МэB}$ );

- температура: выше или ниже 450 °С.

Влияние облучения на конструкционные материалы не учитывается при уровне менее  $1,5 \cdot 10^{25}$  нейтр/м<sup>2</sup>, а температура 450 °C установлена в качестве границы, превышение которой требует учета процессов ползучести и старения для хромоникелевой аустенитной стали. В действующих РУ лишь ограниченное количество элементов оборудования одновременно подвергается воздействию облучения и температуры выше установленных граничных значений. В связи с этим актуальным является исследование воздействия на конструкционные материалы каждого из этих повреждающих факторов в отдельности.

Цель настоящей работы — исследование влияния длительной высокотемпературной (при  $T \ge 450$  °C) эксплуатации в составе теплообменного оборудования РУ БН-600 на структуру и механические свойства стали 09X18H9.

#### Материалы и методика исследований

Исследование структуры и определение механических свойств стали проведены на металле фрагментов элементов корпуса и теплообменных труб основного и промежуточного пароперегревателей парогенератора РУ на быстрых нейтронах с натриевым теплоносителем. Длительность эксплуатации оборудования составила 195 тыс. ч при температуре до 515 °C. Характеристики материала в состоянии поставки получены на аустенизированном после эксплуатации металле (температура аустенизации 1050 °C согласно нормативной документации на поставку). Данное состояние в настоящей работе рассматривается как исходное.

Химический состав исследованного материала, % (по массе): 0,09 C; 17,64 Cr; 8,92 Ni; 0,46 Si; 0,010 S; 0,015 P; 1,52 Mn; Fe – остальное.

Металлографические исследования проведены с использованием светового инвертированного оптического микроскопа Axio Observer. A1m Zeiss. Микроструктура изучалась на шлифах после электролитического травления.

Фазовый состав стали в равновесном состоянии определялся путем термодинамического моделирования [10] в программном пакете FactSage, совместно разработанным Thermfact/CRCT (Монреаль, Канада) и GTT-Technologies (Аахен, Германия). Экспериментальные исследования фазового состава металла проведены с использованием сканирующего растрового электронного микроскопа Vega TESCAN, оснащенного рентгеновским энергодисперсионным спектрометром X-Max-50. Фрактографический анализ выполнен с использованием растрового электронного микроскопа SEM 535 и светового стереомикроскопа «Дискавери».

Динамические испытания на изгиб выполнены на маятниковом копре 2130КМ-03 с максимальной энергией удара маятника 300 Дж согласно ГОСТ 9454.

Исследования механических свойств при испытаниях на статическое растяжение согласно ГОСТ 1497 и ГОСТ 9651 проводились на пятикратных образцах с диаметром рабочей части 6 мм.

## Экспериментальная часть

В процессе теплового старения материала в структуре происходит образование вторичных фаз вследствие выделения из твердого раствора элементов с ограниченной растворимостью в γ-железе. На рис. 1 представлена структура стали 09Х18Н9 после эксплуатации и в исходном состоянии. Вторичные выделения образуют сплошную сетку по границам зерен эксплуатировавшегося металла. Границы более широкие и темные по сравнению с исходным состоянием, где в отсутствии выделений их травимость значительно ниже. Кроме того, в теле зерен после эксплуатации также присутствует большое количество выделений как структурно свободных, так и по двойникам, в отличие от структуры стали в исходном состоянии.

Обеднение твердого раствора и выделение вторичных фаз приводит к изменениям механических свойств стали. Характер этих изменений зависит от состава, размера и локализации вторичных выделений. Исследования фазового состава стали после длительного теплового старения с использованием электронной микроскопии выявили присутствие в структуре твердого раствора аустенита следующих вторичных выделений: карбид хрома  $Cr_{23}C_6$  и феррит ( $\alpha$ ) (рис. 2). Кроме того, в стали обнаружена вторичная фаза, обогащенная кремнием, которая по химическому составу соответствует



Рис. 1. Микроструктура стали 09Х18Н9: *а* – в состоянии «после эксплуатации»; *б* – в исходном состоянии

Fig. 1. Microstructure of 09Cr18Ni9 steel: a - in the state "after operation";  $\delta - in$  the initial state



Рис. 2. Структура стали 09Х18Н9 в состоянии «после эксплуатации» (РЭМ)

Fig. 2. Structure of 09Cr18Ni9 steel in the state "after operation" (SEM)

*G*-фазе [11, 12]. Выделения располагаются в основном по границам зерен аустенита. Размер вторичных фаз составляет от 0,5 до 5 мкм. При этом наиболее крупными являются частицы карбидной фазы.

Обнаруженные вторичные выделения оказывают различное влияние на механические свойства стали. Выделения крупных карбидов могут приводить к значительному охрупчиванию, а также изменению механических свойств [13]. Наличие небольшого количества феррита ( $\alpha$ ) и *G*-фазы не вызывает охрупчивающего эффекта [12].

Рассмотрим последовательно этапы эволюции структуры материала по мере протекания процесса теплового старения. В первую очередь, по причине незначительной растворимости в аустените, происходит выделение углерода с образованием карбидов хрома. Это приводит к формированию вблизи карбидных выделений участков с пониженным содержанием хрома. Известно [14], что хром при содержании его в стали  $\approx 17$  % в сочетании с никелем, в отличие от его обычного ферритизирующего действия, способствует получению аустенитной структуры, как следствие сложного межатомного взаимодействия. Поэтому в зонах, обедненных хромом, происходит превращение аустенита в феррит (α). При этом содержание никеля в феррите превышает предел растворимости, что может приводить к формированию G-фазы в прилегающих областях. Описанный механизм объясняет наблюдаемое на рис. 2 расположение вторичных выделений: к темным участкам карбидов примыкают светлые зоны феррита (α), граничащие с областями G-фазы. Замедление/ прекращение выделения углерода как процесса, инициирующего образование карбида хрома, приводит к замедлению/прекращению образования феррита. Завершение процесса выделения фаз при длительной высокотемпературной выдержке происходит по достижению структурой материала равновесного состояния.

Термодинамическое моделирование равновесного фазового состава стали при температуре эксплуатации (515 °C) показывает наличие о-фазы, не подтвержденное экспериментально. Согласно современным представлениям, в рассматриваемом диапазоне температур σ-фаза может образоваться из α-феррита, при этом необходимым условием фазового превращения является повышенное содержание хрома [15, 16]. По данным локального элементного анализа α-феррита и аустенита ( $\gamma$ ) отношение Cr<sup> $\alpha$ </sup>/Cr<sup> $\gamma$ </sup> = 0,54, а по результатам термодинамического моделирования  $Cr^{\sigma}/Cr^{\gamma} = 4$ ,  $Cr^{\alpha}/Cr^{\gamma} = 1,4$ . Таким образом, содержание хрома является недостаточным для формирования σ-фазы и, очевидно, ее образования не произойдет в ближайшей перспективе. По данным исследований [12, 16], температурный интервал образования σ-фазы в нержавеющих сталях составляет 600 – 1000 °С. При этом, в случае выдержки в течение 170 тыс. ч при температуре до 550 °C, в структуре стали X18Н9 выделений σ-фазы не обнаружено [17]. При 600 °С начало образования σ-фазы в хромоникельмолибденовой аустенитной стали 316L(N) зафиксировано только после выдержки свыше 100 тыс. ч [18]. Кроме того, количество σ-фазы по данным работы [19] после тепловой выдержки стали марки 304 (близкой по химическому составу к стали 09Х18Н9) при 700 °С продолжительностью 100 тыс. ч составляет  $\approx 1,5$  %. Отсюда можно заключить, что фазовый состав стали, сформировавшийся на временной базе 195 тыс. ч при дальнейшей эксплуатации, вероятно будет сохранять стабильность. Однако нельзя исключать появление незначительного количества выделений σ-фазы, поэтому определяющим при обосновании возможности дальнейшей эксплуатации будет анализ комплекса механических характеристик.

Как было отмечено выше, процесс выделения и роста вторичных фаз замедляется и постепенно прекращается по мере достижения равновесия. О достижении состояния, близкого к равновесию фазового состава, можно судить по изменению свойств стали, связанному с изменениями структуры в процессе длительного воздействия высоких температур на сталь, например, по проявлению тепловой хрупкости [20]. Наиболее распространенным индикатором степени охрупчивания служит изменение ударной вязкости металла [21]. На рис. 3 представлена зависимость отношения ударной вязкости КСU<sup>а</sup> после старения при температуре 515 °С к значениям ударной вязкости КСU<sup>*i*</sup> в исходном состоянии. Значения, за исключением исходных и после 195 тыс. ч эксплуатации, определены путем пересчета данных, полученных при лабораторном старении<sup>1</sup>.



Fig. 3.Thermal embrittlement of 09Cr18Ni9 steel

Интенсивное снижение ударной вязкости происходит до ~50 тыс. ч, далее процесс охрупчивания стали 09X18H9 значительно замедляется.

Интенсивное снижение ударной вязкости в начальный момент эксплуатации и относительная стабилизация в дальнейшем коррелируют с процессом карбидообразования, следовательно тепловое охрупчивание стали 09X18H9 непосредственно связано с процессом старения. Учитывая, что из всех вторичных фаз наиболее низкой пластичностью обладает карбид хрома, можно сделать вывод, что именно эти частицы вносят основной вклад в охрупчивание.

После эксплуатации в течение 195 тыс. ч процессы образования карбидной фазы и ее коагуляции уже завершены согласно литературным [22] и экспериментальным данным. Полученные результаты позволяют предположить, что эта стадия наступила в момент времени эксплуатации ~50 тыс. ч, о чем свидетельствует стабилизация значений ударной вязкости (см. рис. 3).

Влияние теплового старения в процессе эксплуатации на прочностные характеристики стали (рис. 4, *a*) существенно меньше ( $\Delta \sigma$  – отношение прочностной характеристики после эксплуатации к соответствующему значению в исходном состоянии). Так, не обнаружено изменений как временного сопротивления, так и предела текучести при комнатной температуре. Повышение температуры испытаний приводит к увеличению разницы в свойствах, наблюдается незначительное (до 7 – 8 %) падение временного сопротивления при одновременном увеличении предела текучести, который достигает 1,3 от исходного уровня. Выявленные изменения прочностных характеристик несущественны.

Термическое старение приводит к падению пластичности (рис. 4,  $\delta$ ). Значения относительного сужения после эксплуатации составляют от 77 до 84 % от исходного уровня. Наибольшее снижение относительного сужения (~23 %) наблюдается при комнатной температуре.

Для выявления механизма снижения пластичности материала после эксплуатации был проведен сравнительный фрактографический анализ образцов из стали 09Х18Н9, испытанных на одноосное растяжение при комнатной температуре. Образцы после эксплуатации и в исходном состоянии характеризуются вязким типом разрушения, однако в морфологии изломов наблюдаются отличия, что обусловлено различным структурным состоянием. На изломе образца после эксплуатации от очага волокнистой морфологии, который сосредоточен в пределах окружности диаметром 250 ± 50 мкм, расходятся радиальные рубцы, свидетельствующие об ускорении и «огрублении» микропластической деформации (рис. 5, *a*). В исходном состоянии (рис. 5,  $\delta$ ) очаг также волокнистого типа, при этом его размер больше и достигает диаметра 450 ± 50 мкм. Этот очаг окружен пластическими скосами без рубцов. Наблюдаемые отличия структурно-механического состояния металла связаны с различиями в исходном состоянии и после эксплуатации.

На поверхности разрушения образца «после эксплуатации» выявлены зерна размером  $20 \pm 10$  мкм с ямками квазискола внутри, окруженные микротрещинами расслоения деформационной природы (рис. 5, *в*). Возможный механизм формирования микрорельефа



Рис. 4. Изменение механических свойств стали 09X18H9: a – прочностные характеристики;  $\delta$  – относительное сужение

Fig. 4. Changes in mechanical properties of 09Cr18Ni9 steel: a – strength characteristics;  $\delta$  – relative narrowing

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Значения ударной вязкости получены при лабораторном старении при температуре 550 °C с последующим расчетом эквивалентного времени старения (эквивалентное время диффузии хрома) при температуре 515 °C.



Рис. 5. Структура излома стали 09Х18Н9 при одноосном растяжении: *а*, *в* – после эксплуатации; *б*, *г* – исходное состояние. Оптическая микроскопия (*a*, *б*), растровая электронная микроскопия (*в*, *г*)

Fig. 5. Breakage structure of 09Cr18Ni9 steel under uniaxial tension: a, e – after operation;  $\delta, c$  – initial state. Optical microscopy  $(a, \delta)$ . SEM (e, c)

указанной морфологии может заключаться в податливой пластической деформации объема в окружении прочных границ. Микрорельеф образца в исходном состоянии характеризуется пластическими ямками диаметром от 2 до 6 мкм, на дне которых различимы частицы сферической формы. Локализованные сдвиги протяженностью до 60 мкм обнаруживаются в местах, где выделения сгруппированы в цепочки (рис. 5, *г*).

Таким образом, снижение пластичности в процессе длительной высокотемпературной эксплуатации может быть объяснено образованием сетки выделений карбидов по границам и локализацией деформации в объеме зерна. В результате данного процесса, пластическая деформация локализуется в разупрочненном объеме тела зерна, окруженного прочными границами.

Повышенная температура эксплуатации, наряду с высокой теплопроводностью жидкого натрия, обусловливают высокий уровень температурных напряже-

ний (в случаях срабатывания аварийной защиты или при переходных режимах работы). Число циклов теплосмен может достигать ~1000. Сопротивляемость циклическим нагрузкам в малоцикловой области зависит от пластических характеристик стали (относительного сужения) [23, 24]. Поэтому длительное тепловое старение может отрицательно отразиться на сопротивлении стали циклическому разрушению в малоцикловой области.

Изменение характеристик стали в области многоцикловой усталости можно оценить расчетным значением предела выносливости<sup>2</sup>  $\sigma_{-1} = 0.4\sigma_{\rm B}$ , которое при температуре 20 °C после эксплуатации незначительно отличается от исходного, а при температуре 550 °C – на 7 % ниже исходного уровня.

## Выводы

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Расчет выполнен по методике ПН АЭ Г-7-002-86 «Нормы расчета на прочность оборудования и трубопроводов атомных энергетических установок» без учета коэффициентов запаса.

В процессе эксплуатации при температуре 515 °C в стали 09Х18Н9 происходит изменение структуры с образованием вторичных фаз, инициированное выделением элементов с ограниченной растворимостью из пересыщенного твердого раствора, в результате чего проявляется тепловое охрупчивание: снижение пластичности и ударной вязкости.

Наибольшее влияние эволюция структуры при длительном тепловом старении оказывает на ударную вязкость. Изменение кратковременных механических свойств незначительно.

Основной вклад в изменение механических характеристик стали вносят выделения карбидов.

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Конструкционные материалы АЭС / Ю.Ф. Баландин, И.В. Горынин, Ю.И. Звездин, В.Г. Марков. М.: Энергоатомиздат, 1984. 280 с.
- Baddoo N.R. Stainless steel in construction: A review of research, applications, challenges and opportunities // Journal of Constructional Steel Research. 2008. Vol. 64. P. 1199 – 1206.
- Renault A., Malaplate J., Pokor C., Gavoille P. TEM and EFTEM characterization of solution annealed 304L stainless steel irradiated in PHENIX, up to 36 dpa and at 390 °C // Journal of nuclear materials. 2012. Vol. 421. P. 124 – 131.
- Карзов Г.П., Кудрявцев А.С., Марков В.Г. и др. Разработка конструкционных материалов для атомных энергетических установок на быстрых нейтронах с натриевым теплоносителем // Вопросы материаловедения. 2015. № 2 (82). С. 23 – 33.
- Машиностроение. Энциклопедия. Машиностроение ядерной техники. Т. IV-25. – В 2-х кн. Кн. 1 / Е.О. Адамов, Ю.Г. Драгунов, В.В. Орлов и др. / Под ред. Е.О. Адамова. – М.: Машиностроение, 2005. – 960 с.
- Sekine M., Sakaguchi N., Endo M. etc. Grain boundary engineering of austenitic steel PNC316 for use in nuclear reactors // Journal of Nuclear Materials. 2011. Vol. 414. P. 232 – 236.
- Dae Whan Kim. Influence of nitrogen-induced grain refinement on mechanical properties of nitrogen alloyed type 316L(N) stainless steel // Journal of Nuclear Materials. 2012. Vol. 420. P. 473 – 478.
- 8. Lee W.-S., Lin C.-F., Chen T.-H., Luo W.-Z. High temperature deformation and fracture behavior of 316L stainless steel under high

strain rate loading // Journal of Nuclear Materials. 2012. Vol. 420. P. 226 - 234.

- Sivai Bharasi N., Thyagarajan K., Shaikh H. etc. Effect of flowing sodium on corrosion and tensile properties of AISI type 316LN stainless steel at 823 K // Journal of Nuclear Materials. 2008. Vol. 377. P. 378 – 384.
- Голод В.М., Савельев К.Д. Вычислительная термодинамика в материаловедении: Учеб. пособие. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2010. – 218 с.
- McGuire M. Stainless Steels for Design Engineers. ASM International. 2008. – 296 p.
- Lo K.H., Shek C.H., Lai J.K.L. Recent developments in stainless steels // Materials Science and Engineering R. 2009. Vol. 65. P. 39 – 104.
- **13.** Гудремон Э. Специальные стали. Т.1. М.: Металлургия, 1966. 736 с.
- Меськин В.С. Основы легирования стали. М.: Государственное научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, 1959. – 688 с.
- Magnabosco R. Kinetics of sigma phase formation in a duplex stainless steel // MaterialsResearch. 2009. Vol. 12, No. 3. P. 321 – 327.
- 16. Chih-Chun Hsieh, Weite Wu. Overview of intermetallic sigma (σ) phase precipitation in stainless steels // International Scholarly Research Network ISRN Metallurgy. Vol. 2012. Article ID 732471.
- Марголин Б.З., Гуленко А.Г., Бучатский А.А. и др. Исследование влияния термического старения на длительную прочность и пластичность стали X18H9 // Вопросы материаловедения. 2010. № 4 (64). С. 118 – 127.
- NRIM-Metallographic Atlas of Long-term Crept Materials No M-2. National Research Institute for Metals, Tokyo, Japan, 2003.
- Sourmail T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels // Materials Scienceand Technology. 2001.Vol. 17(1). P. 1 – 14.
- 20. Карзов Г.П., Тимофеев Б.Т., Чернаенко Т.А. Старение материалов оборудования АЭС при эксплуатации в течение проектного срока службы // Вопросы материаловедения. 2005. № 2 (42). С. 92 110.
- Горынин И.В., Карзов Г.П., Галяткин С.Н. и др. Антикоррозионная наплавка. Опыт применения и пути совершенствования // Вопросы материаловедения. 2005. № 2 (42). С. 129 – 143.
- 22. Weiss B., Sticler R. Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel // Metallurgical Transactions. 1972. Vol. 3. P. 851.
- Мэнсон С. Температурные напряжения и малоцикловая усталость / Пер. с англ. – М.: Машиностроение, 1974. – 344 с.
- Копельман Л.А. Основы теории прочности сварных конструкций: Учеб. пособие. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2007. – 278 с.

Поступила 27 июня 2017 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2018. VOL. 61. NO. 11, pp. 907-913.

## EFFECT OF LONG-TERM THERMAL AGING IN HEAT EXCHANGE EQUIPMENT OF FAST NEUTRON SWITCHGEARS ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF AUSTENITIC CHROMIUM-NICKEL STEEL

### A.S. Kudryavtsev, K.A. Okhapkin

### Academician I.V. Gorynin Central Research Institute of Structural Materials "Prometey", National Research Center "Kurchatov Institute", St. Petersburg, Russia

Abstract. The influence of long-term operation at 515 °C on structure and properties of 09Cr18Ni9 steel was investigated. Structure and phase composition were obtained using optical and scanning electron microscopy. The phase composition of the steel in equilibrium state was determined by thermodynamic modeling in the software package Fact-Sage. As a result of the study, it was found that during the operation at 515 °C with a duration of 195,000 h, the structure changes occurred in the 09Cr18Ni9 steel with the formation of secondary phases, initiated by the release of elements with limited solubility from the supersaturated solid solution. The following secondary precipitates in structure of the solid solution of austenite presented:  $Cr_{23}C_6$  chromium carbide, ferrite ( $\alpha$ ), *G*-phase. Based on comparison of the thermodynamic modeling results and on experimental determination of the phase composition, it was established that the steel structure is in a state close to equilibrium. The mechanism of structural transformations course and sequence of the secondary phases' formation were revealed and described. At the initial stage, chromium carbide is formed, then  $\alpha$ -ferrite is formed near the carbides, and then *G*-phase is formed. Results of the tests for impact strength and static elongation have shown that the change in phase composition in process of thermal aging leads to embrittlement of the steel – a reduction in ductility and impact energy. Fractografic studies of fracture surfaces of the samples have shown that the decrease in plasticity during long-term high-temperature operation is associated with softening of the grain body and strengthening of the boundaries due to secondary precipitations of the carbide phase. As a result of this process, plastic deformation is localized in the weakened volume of the body of grain surrounded by strong boundaries. The structure evolution during prolonged heat aging has the greatest effect on impact strength. At the same time, the change in ultimate and yield stress is insignificant. The main contribution to the change in mechanical characteristics of steel is made by the secondary precipitates of the carbide phase.

*Keywords*: steam generator, heat-resistant chromium-nickel steel, longterm operation, thermal aging, separation of secondary phases, impact toughness, change in mechanical properties.

DOI: 10.17073/0368-0797-2018-11-907-913

## REFERENCES

- 1. Balandin Yu.F., Gorynin I.V., Zvezdin Yu.I., Markov V.G. *Konstruktsionnye materialy AES* [Structural materials of nuclear power plants]. Moscow: Energoatomizdat, 1984, 280 p. (In Russ.).
- 2. Baddoo N.R. Stainless steel in construction: A review of research, applications, challenges and opportunities. *Journal of Constructional Steel Research*. 2008, vol. 64, pp. 1199-1206.
- Renault A., Malaplate J., Pokor C., Gavoille P. TEM and EFTEM characterization of solution annealed 304L stainless steel irradiated in PHENIX, up to 36 dpa and at 390 °C. *Journal of nuclear materials*. 2012, vol. 421, pp. 124-131.
- Karzov G.P., Kudryavtsev A.S., Markov V.G., Grishmanovskaya R.N., Trapeznikov Yu.M., Anan'eva M.A. Development of structural materials for fast-neutron nuclear power plants with a sodium coolant. *Voprosy materialovedeniya*. 2015, no. 2 (82), pp. 23–33. (In Russ.).
- Mashinostroenie. Entsiklopediya. T. IV-25. Mashinostroenie yadernoi tekhniki. V 2-kh kn. Kn. 1 [Engineering. Encyclopedia. Vol. IV-25. Engineering of nuclear technics: in 2 books, book 1]. Adamov E.O. ed. Moscow: Mashinostroenie, 2005, 960 p. (In Russ.).
- Sekine M., Sakaguchi N., Endo M., Kinoshita H., Watanabe S., Kokawa H., Yamashita S., Yano Y., Kawai M. Grain boundary engineering of austenitic steel PNC316 for use in nuclear reactors. *Journal of Nuclear Materials*. 2011, vol. 414, pp. 232–236.
- Dae Whan Kim. Influence of nitrogen-induced grain refinement on mechanical properties of nitrogen alloyed type 316L(N) stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*. 2012, vol. 420, pp. 473–478.
- Lee W.-S., Lin C.-F., Chen T.-H., Luo W.-Z. High temperature deformation and fracture behavior of 316L stainless steel under high strain rate loading. *Journal of Nuclear Materials*. 2012, vol. 420, pp. 226–234.
- Bharasi N. Sivai, Thyagarajan K., Shaikh H., Balamurugan A.K., Santanu Bera, Kalavathy S., Gurumurthy K., Tyagi A.K., Dayal R.K., Rajan K.K., Khatak H.S. Effect of flowing sodium on cor-

rosion and tensile properties of AISI type 316LN stainless steel at 823 K. Journal of Nuclear Materials. 2008, vol. 377, pp. 378–384.

- Golod V.M., Savel'ev K.D. Vychislitel'naya termodinamika v materialovedenii: ucheb. posobie [Computational thermodynamics in materials science: Textbook]. St. Petersburg: Izd-vo Politekhn. unta, 2010, 218 p. (In Russ.).
- 11. McGuire M. *Stainless Steels for Design Engineers*. ASM International. 2008, 296 p.
- Lo K.N., Shek S.N., Lai J.K.L. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering R*. 2009, vol. 65, pp. 39–104.
- Gudremon E. *Especial steel*. Berlin: Springer-Verlag, 1956. (Russ. ed.: Gudremon E. *Spetsial'nye stali. Vol. 1*. Moscow: Metallurgiya, 1966, 344 p.).
- Mes'kin V.S. Osnovy legirovaniya stali [Fundamentals of steel alloying]. Moscow: Gosudarstvennoe nauchno-tekhnicheskoe izdatel'stvo literatury po chernoi i tsvetnoi metallurgii, 1959, 688 p. (In Russ.).
- Magnabosco R. Kinetics of sigma phase formation in a duplex stainless steel. *Materials Research*. 2009, vol. 12, no. 3, pp. 321–327.
- Chih-Chun Hsieh, Weite Wu. Overview of intermetallic sigma (σ) phase precipitation in stainless steels. *International Scholarly Re*search Network ISRN Metallurgy. Vol. 2012, Article ID 732471.
- Margolin B.Z., Gulenko A.G., Buchatskii A.A., Nesterova E.V., Kashtanov A.D. Influence of thermal aging on the long-term strength and ductility of Kh18N9 steel. *Voprosy materialovedeniya*. 2010, no. 4 (64), pp. 118–127. (In Russ.).
- NRIM-Metallographic Atlas of Long-term Crept Materials No M-2. National Research Institute for Metals, Tokyo, Japan, 2003.
- Sourmail T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels. *Materials Science and Technology*. 2001, vol. 17(1), 1–14 p.
- **20.** Karzov G.P., Timofeev B.T., Chernaenko T.A. Aging of the materials of NPP equipment under operation during the design life. *Voprosy materialovedeniya*. 2005, no. 2 (42), pp. 92-110. (In Russ.).
- Gorynin I.V., Karzov G.P., Galyatkin S.N., Mikhaleva E.I., Morozovskaya I.A. Corrosion-resistant cladding. Experience of application and ways of improvement. *Voprosy materialovedeniya*. 2005, no. 2 (42), pp. 129–143. (In Russ.).
- **22.** Weiss B., Sticler R. Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel. *Metallurgical Transactions*. 1972, vol. 3, p. 851.
- Manson S. *Temperaturnye napryazheniya i malotsiklovaya ustalost'* [Temperature stress and low cycle fatigue]. Trans. from Eng. Moscow: Mashinostroenie, 1974, 344 p. (In Russ.).
- Kopel'man L.A. Osnovy teorii prochnosti svarnykh konstruktsii. Ucheb. posobie [Fundamentals of the theory of strength of welded structures. Tutorial]. SPb.: Izd-vo Politekhn. un-ta. 2007, 278 p. (In Russ.).

#### Information about the authors:

A.S. Kudryavtsev, Cand. Sci. (Eng.), Chief of the Section K.A. Okhapkin, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher (kirill.okhapkin@mail.ru)

Received 27, 2017