

小冲杆试验测定重离子辐照 A508-3 钢的硬化和脆化

张宪龙¹, 吕康源¹, 丁兆楠¹, 陈宇光¹, 杨义涛¹,
张崇宏¹, 刘向兵², 薛飞²

(1.中国科学院近代物理研究所, 兰州 730000;
2.苏州热工研究院有限公司 寿命管理技术研发中心, 江苏 苏州 215004)

摘要: **目的** 采用小冲杆测试方法测量高能重离子辐照反应堆压力容器 A508-3 钢的辐照硬化和脆化特性, 为工况条件下反应堆压力容器寿命预测提供实验依据。**方法** 采用兰州重离子加速器提供的高能 C⁶⁺离子通过减能装置在 290 °C 条件下开展 A508-3 钢辐照实验, 并在样品表面形成一定厚度、准均匀分布的离位损伤层。通过开展不同辐照剂量辐照样品的的小冲杆测试, 得到不同辐照剂量 A508-3 钢的小冲杆载荷-位移曲线。通过对小冲杆测试得到的载荷-位移曲线的分析, 测定不同辐照剂量样品的辐照硬化和脆化特性。**结果** 压力容器 A508-3 钢辐照样品的硬化和脆化随着辐照剂量的增加逐渐增强, 0.15 dpa 以前呈线性增长, 而后缓慢增大, 约 0.2 dpa 时达到饱和趋势。**结论** 通过小冲杆测试可以得到离子辐照样品的硬化和脆化行为, A508-3 钢辐照硬化和脆化行为具有一致的变化趋势。

关键词: 反应堆压力容器钢; 重离子辐照; 小冲杆测试; 辐照硬化; 辐照脆化;

中图分类号: TG172 **文献标识码:** A **文章编号:** 1672-9242(2022)01-0045-05

DOI: 10.7643/ issn.1672-9242.2022.01.007

Determination of Hardening and Embrittlement of Heavy-ion Irradiated A508-3 Steel by Small Punch Test

ZHANG Xian-long¹, LYU Kang-yuan¹, DING Zhao-nan¹, CHEN Yu-guang¹, YANG Yi-tao¹,
ZHANG Chong-hong¹, LIU Xiang-bing², XUE Fei²

(1. Institute of Modern Physics, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000, China;

2. Life Management Technology R & D Center of Suzhou Nuclear Power Research Institute Co., Ltd., Suzhou 215004, China)

ABSTRACT: The hardening and embrittlement characteristics of high-energy heavy-ions irradiated reactor pressure vessel A508-3 steel are measured by small punch test method, which provides experimental basis for the life prediction of reactor pressure vessel under working conditions. The high energy C⁶⁺ ions provided by Heavy Ion Research Facility are used to irradi-

收稿日期: 2021-06-08; 修订日期: 2021-07-21

Received: 2021-06-08; Revised: 2021-07-21

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFB0702202)

Fund: Supported by the National Key Research and Development Projects (2017YFB0702202)

作者简介: 张宪龙 (1988—), 男, 博士, 助理研究员, 主要研究方向为重离子辐照小样品力学性能测试方法。

Biography: ZHANG Xian-long (1988—), Male, Doctor, Assistant researcher, Research focus: small specimen test techniques on mechanical properties of samples irradiated by heavy ions.

引文格式: 张宪龙, 吕康源, 丁兆楠, 等. 小冲杆试验测定重离子辐照 A508-3 钢的硬化和脆化[J]. 装备环境工程, 2022, 19(1): 045-049.
ZHANG Xian-long, LYU Kang-yuan, DING Zhao-nan, et al. Determination of Hardening and Embrittlement of Heavy-ion Irradiated A508-3 Steel by Small Punch Test[J]. Equipment Environmental Engineering, 2022, 19(1): 045-049.

ate A508-3 steel at 290 °C by means of energy degrader, and a certain thickness of quasi-uniform damaged layer are formed on the sample surfaces. The load-displacement curves of A508-3 steel with different irradiation doses are obtained by small punch test. Through the analysis of the load-displacement curves obtained from the small punch test, the irradiation hardening and embrittlement characteristics of the samples with different irradiation doses are determined. The hardening and embrittlement of A508-3 steel increased with the increase of irradiation dose. It showed a linear increase before 0.15dpa, then increased slowly, and reached saturation at about 0.2dpa. The change trend of radiation hardening and embrittlement is consistent.

KEY WORDS: reactor pressure vessel steel; heavy-ion irradiation; small punch test; irradiation hardening; irradiation embrittlement

目前,我国在役的核电站主要为压水堆^[1],压水堆的安全性主要取决于三层防护:核燃料的包壳管、反应堆压力容器(RPV)以及最外层的混凝土安全壳。其中,RPV是反应堆中工作环境最严苛的部件,除了支撑推芯、承受内压力以外,还需要长期在服役期间处于高温和中子辐照环境中。RPV作为整个反应堆中最大的且无法更换的部件,其安全工作年限决定了整个核电站的寿命^[2-4]。RPV的设计寿命通常为40a,在此期间,RPV还应具备抵御突发性灾害事故的能力。为了追求更大的经济效益,反应堆的使用寿命将会被延长到60~80a,反应堆的延寿取决于服役RPV材料力学性能的退化程度^[5-6]。因此,核电反应堆无论是从安全运行还是延寿方面,深入了解RPV材料在服役条件下力学性能的退化都至关重要。在整个服役期间,RPV钢在290℃左右的高温和中子辐照($E>1$ MeV)的工作条件下,累积的中子辐照通量约为 $10^{19} \sim 10^{20}$ n/cm²。RPV钢内部形成许多点缺陷、缺陷团簇、位错环、微空洞等,宏观表现为材料的硬化和脆化^[7-9]。

测量RPV钢在辐照过程中力学性能的变化是认识材料辐照损伤行为的基本问题之一。为了获得更多辐照后样品的力学性能数据,需要在实际反应堆中子辐照环境中进行各种工况下的实验^[10-12]。然而,中子辐照设施(包括实验快堆和基于加速器的高能中子源)极其稀少,且价格昂贵。离子辐照由于能够产生与中子辐照相似的级联损伤,而被作为材料辐照损伤研究的替代方法。离子束辐照具有更高的损伤率,能

够在几天时间内达到相应几十年的中子辐照剂量;同时,离子辐照还具有易于精确控制温度和剂量等条件,成本低等优势。除此之外,离子辐照后样品的放射性较小,便于后续测试工作的开展。但受离子辐照体积的限制,必须发展小型试样技术来评估辐照材料的力学性能。可以通过从监视在役设备切片或者从夏比冲击实验残留未变形区域提取小冲杆测试样品(通常为直径8mm或3mm的圆片),进行测试^[13-14]。试样在小冲杆测试过程中处于复杂的双轴应力状态,这与RPV钢在工作中的应力状态类似^[15-17],这使该试验比常规单轴拉伸试验中的单轴应力状态更适合表征反应堆压力容器观察到的实际应力状态^[18-19]。

在本研究中,采用兰州重离子加速器提供的高能C⁶⁺对RPV样品进行辐照,借助小冲杆方法测定离子辐照RPV钢样品,获得不同辐照剂量条件下RPV钢脆化与硬化的关系。

1 材料与实验方法

1.1 实验材料

本项目选择国内核电站最广泛使用的国产低铜A508-3钢为研究对象,A508-3钢为体素体低合金钢,其主要成分见表1。A508-3钢的制造工艺为:冶炼—锻造—锻造后热处理—调质处理。调质处理工艺为:850~925℃保温6h后淬火,然后在635~665℃保温12h,最后在空气中冷却。

表1 A508-3钢的化学成分
Tab.1 Chemical composition of A508-3 steel

元素	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Cu	Mo	V	Fe
$\omega/\%$	0.18	0.16	1.41	0.0027	<0.005	0.12	0.75	<0.02	0.46	0.005	Bal.

1.2 高能离子辐照实验

将尺寸为 $20 \times 20 \times 0.5$ mm³的国产A508-3压力容器钢试样用碳化硅砂纸机械研磨至2400晶粒度,然后用粒度为1 μm的胶体二氧化硅悬浮液进行抛光。样品在兰州重离子加速器(HIRFL)扇形聚焦回旋加速器(SFC-T1)的材料辐照终端进行重离子辐照。

样品安装在靶室末端控温的样品台上,用83 MeV的C⁶⁺在(290±10)℃分别辐照0.05、0.10、0.15、0.3 dpa剂量的样品。用法拉第筒测量的离子束电流密度约为0.8 μA。将试样安装在自动控温的试样台上,在试样台上样品的后端安装热电偶监测试样的辐照温度,自动控温样品台会根据返回温度进行温度补偿。笔者对离子束辐照过程试样表面的温度进行了有限元模拟

计算, 结果表明: 离子束辐照后试样表面的温度比热电偶表面高几度。将 35 种不同厚度的铝箔放入旋转能量降解器中, 在试样中形成了准均匀的损伤层。根据蒙特卡罗代码 SRIM 2013 (采用 Kinchin-Pease 模型, 阈值位移能 $E_d=40$ eV) 估算, 高剂量条件下试样入射深度方向上的损伤分布如图 1 所示, 右栏显示梯度减能器中使用的铝箔的厚度。其为从表面到大约 53 μm 深度的原子位移的准均匀平台。与单能量离子产生的损伤随深度分布不均匀相比, 多能量离子产生的损伤平台有助于更准确地评价其力学性能。

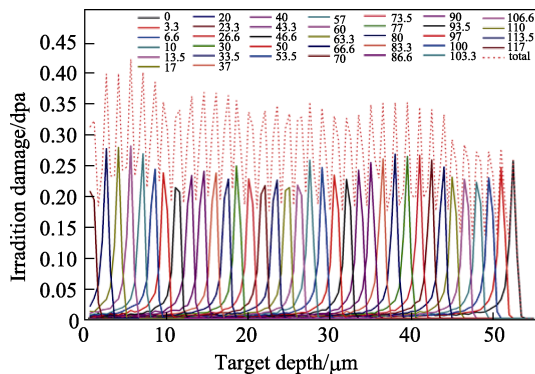


图 1 SRIM 计算得到的 83 MeV 的 C^{6+} 通过梯度减能器后形成的位移损伤随深度的分布曲线

Fig.1 SRIM calculated the distribution curve of displacement damage with depth after 84 MeV C^{6+} ions passing through the gradient energy reducer

1.3 小冲杆实验

小冲杆测试设备如图 2 所示。圆盘试样夹在上夹具和下夹具之间。上夹具的直径为 1.05 mm (小公差

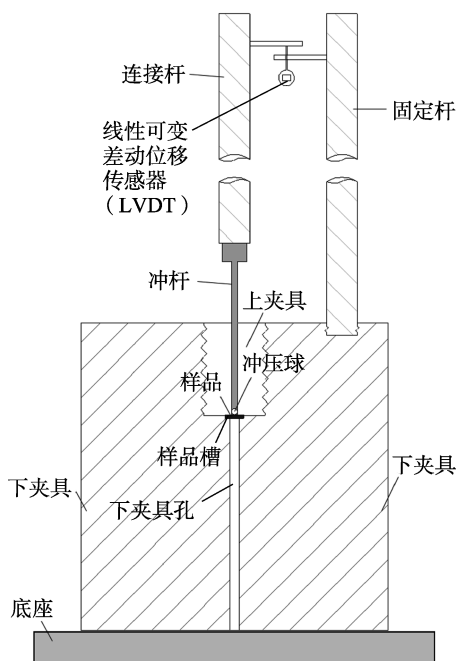


图 2 小冲杆装置装配图
Fig.2 Schematic of small punch device

为 0.05 mm), 下夹具的直径为 1.5 mm。使用直径为 3 mm, 厚度为 (0.12 ± 0.001) mm 的圆片样品。由于离子辐照的束斑面积有限, 且离子辐照的试样具有一定的放射性, 试样的放射性随体积增大而增大, 故采用直径为 3 mm 的圆片小冲杆试样。冲杆和球形冲头由万能实验机 MTS-E43 伺服电机驱动, 横梁位移设定为 0.02 mm/min^[20]。万能实验机自动记录实验过程中的载荷与位移数据。

2 小冲杆实验结果与讨论

针对国产 RPV A508-3 钢, 在不同的辐照剂量条件下获得了载荷-位移曲线, 如图 3 所示。在相同的辐照条件下, 随着辐照剂量条件增大, 曲线弹性弯曲阶段的斜率逐渐增大; 曲线弹性弯曲阶段与塑性弯曲阶段拐点 (即屈服特征值) 上升; 同时, 最大载荷值也逐渐增大, 表明 A508-3 钢在离子辐照条件下表现出一定程度的硬化; 在载荷-位移曲线的塑性失稳阶段, 随着辐照剂量条件增大, 曲线的变形量逐渐减小, 表明随着辐照剂量增加, RPV 钢逐渐表现出一定程度的脆化。

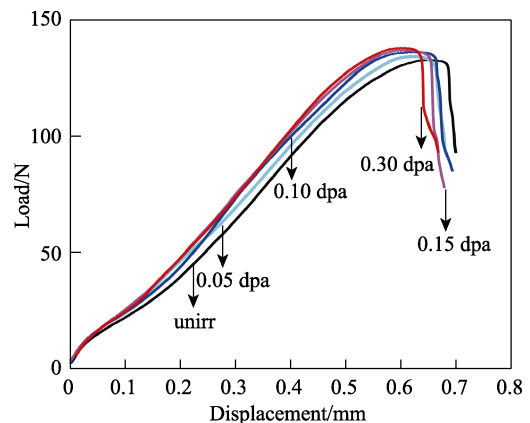


图 3 不同辐照剂量条件下 RPV 钢样品的小冲杆试验载荷-位移曲线

Fig.3 Load-displacement curves of RPV steel of small punch test under different irradiation doses

2.1 辐照硬化

从小冲杆试验得到的载荷-位移曲线中, 可以得到屈服特征值 P_y 和最大载荷值 P_{max} 。其中, 屈服特征值 P_y 与被测样品的屈服强度相关^[21], 目前测定其值的方法有很多, 且其值较小, 这样判断误差会被放大。最大载荷值 P_{max} 与被测样品的极限抗拉强度相关, 文中采用载荷-位移曲线的最大载荷值 P_{max} 判定被测样品的辐照硬化。不同辐照剂量条件下, RPV 钢样品小冲杆试验得到的辐照硬化曲线如图 4 所示。随着辐照剂量的不断升高, 样品的硬度逐渐增大, 0.15 dpa 以前呈现线性增长, 而后辐照硬化缓慢增大, 约 0.2 dpa 时达到饱和趋势。

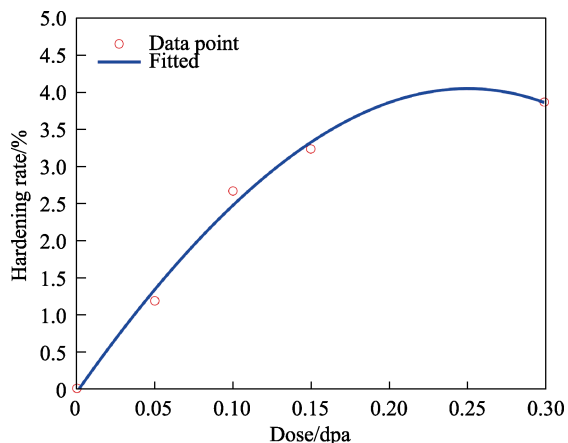


图4 不同辐照剂量条件下 RPV 钢样品的硬化曲线
Fig.4 Irradiation hardening rate curve of RPV steels under different irradiation doses

2.2 辐照脆化

从小冲杆试验得到的载荷-位移曲线中,可以得到最大载荷值 P_{\max} 相对应的位移 d_{\max} ,其值与被测样品的极限伸长率相关。因此,可以通过测定最大载荷值 P_{\max} 相对应的位移 d_{\max} 来判断被测样品的延性,进而获得材料的辐照脆化性能,结果如图5所示。由此可以看出,随着辐照剂量不断升高,样品的延性损失率逐渐增大,0.15 dpa 以前呈线性增长;而后样品的延性损失率缓慢增大,约 0.2 dpa 时达到饱和趋势。这与图4所示的辐照硬化的趋势一致,说明 RPV 钢的辐照硬化与脆化同时发生,并具有相同的趋势。

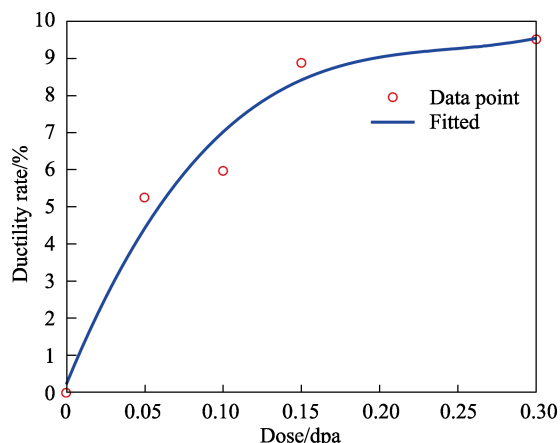


图5 不同辐照剂量条件下 RPV 钢样品的脆化曲线
Fig.5 Irradiation embrittlement curves of RPV steel under different irradiation doses

3 结论

1) 随着辐照剂量的逐渐升高,通过小冲杆试验测得样品的辐照硬化逐渐增强,0.15 dpa 以前呈现线性增长。而后辐照硬化缓慢增大,约 0.2 dpa 时达到饱和趋势。

2) 随着辐照剂量的逐渐升高,通过小冲杆试验测得样品的延性损失率逐渐增大,0.15 dpa 以前呈现线性增长。而后样品的延性损失率缓慢增大,约 0.2 dpa 时达到饱和趋势。

3) 辐照脆化与辐照硬化的趋势一致,说明 RPV 钢的辐照硬化与脆化同时发生,并有一致的变化趋势。

参考文献:

- [1] 韩恩厚. 核电站关键材料在微纳米尺度上的环境损伤行为研究——进展与趋势[J]. 金属学报, 2011, 47(7): 769-776.
HAN En-hou. Research Trends on Micro and Nano-Scale Materials Degradation in Nuclear Power Plant[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2011, 47(7): 769-776.
- [2] LIU Xiang-bing, LI Yuan-fei, XU Chao-liang, et al. Cu Precipitation Behaviour in Long-Term Thermally Aged, High-Copper Model Reactor Pressure Vessel Steels[J]. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science, 2020, 440(2): 022061.
- [3] LIU Xiang-bing, WANG Rong-shan, REN Ai, et al. Positron Annihilation Study of Irradiated China Domestic A508-3 Steels[J]. Procedia Engineering, 2012, 27: 1618-1625.
- [4] 姜静, 陈志强, 吴奕初, 等. 国产反应堆压力容器钢辐照损伤的正电子湮没和三维原子探针研究[C]//第十二届全国正电子谱学会议论文集. 烟台: 中国物理学会, 2014: 86.
JIANG Jing, Chen Zhi-qiang, WU Yi-chu, et al. Positron Annihilation and Three-Dimensional Atom Probe Study on Radiation Damage of Domestic Reactor Pressure Vessel Steel[C] // Proceedings of the 12th National Positron Spectroscopy Society. Yantai: Chinese Physical Society, 2014: 86.
- [5] MARGOLIN B, YURCHENKO E, POTAPOVA V, et al. On the Modelling of Thermal Aging through Neutron Irradiation and Annealing[J]. Advances in Materials Science and Engineering, 2018, 2018: 7175083.
- [6] ZHU Ming-liang, WANG De-qiang, XUAN Fu-zhen. Effect of Long-Term Aging on Microstructure and Local Behavior in the Heat-Affected Zone of a Ni-Cr-Mo-V Steel Welded Joint[J]. Materials Characterization, 2014, 87: 45-61.
- [7] DING Zhao-nan, ZHANG Chong-hong, ZHANG Xian-long, et al. Post-Irradiation Annealing Behavior of Irradiation Hardening of China Low-Cu RPV Steel[J]. Nuclear Materials and Energy, 2020, 22: 100727.
- [8] KEMPF R, TROIANI H, FORTIS A M. Effect of Lead Factors on the Embrittlement of RPV SA-508 Cl 3 Steel[J]. Journal of Nuclear Materials, 2013, 434(1-3): 411-416.
- [9] 万发荣. 金属材料的辐照损伤[M]. 北京: 科学出版社, 1993.
WAN Fa-rong. Radiation Damage of Metal Materials[M].

- Beijing: Science Press, 1993.
- [10] BALUC N, SCHÄUBLIN R, SPÄTIG P, et al. From Materials Development to Their Test in IFMIF: An Overview[J]. Nuclear Fusion, 2011, 51(11): 113006.
- [11] LUCAS G E. An Evolution of Understanding of Reactor Pressure Vessel Steel Embrittlement[J]. Journal of Nuclear Materials, 2010, 407(1): 59-69.
- [12] MILLER M K, NANSTAD R K, SOKOLOV M A, et al. The Effects of Irradiation, Annealing and Reirradiation on RPV Steels[J]. Journal of Nuclear Materials, 2006, 351(1-3): 216-222.
- [13] BAIK J M, KAMEDA J, BUCK O. Development of Small Punch Tests for Ductile-Brittle Transition Temperature Measurement of Temper Embrittled Ni-Cr Steels[J]. Journal of Nuclear Materials, 1986.
- [14] BAIK J M, KAMEDA J, BUCK O. Small Punch Test Evaluation of Intergranular Embrittlement of an Alloy Steel[J]. Scripta Metallurgica, 1983, 17(12): 1443-1447.
- [15] ABENDROTH M, KUNA M. Identification of Ductile Damage and Fracture Parameters from the Small Punch Test Using Neural Networks[J]. Engineering Fracture Mechanics, 2006, 73(6): 710-725.
- [16] MANAHAN M P, ARGON A S, HARLING O K. The Development of a Miniaturized Disk Bend Test for the Determination of Postirradiation Mechanical Properties[J]. Journal of Nuclear Materials, 1981, 104: 1545-1550.
- [17] MAO X, SAITO M, TAKAHASHI H. Small Punch Test to Predict Ductile Fracture Toughness JIC and Brittle Fracture Toughness KIC[J]. Scripta Metallurgica et Materialia, 1991, 25(11): 2481-2485.
- [18] ZHANG Xian-long, DING Zhao-nan, CHEN Yu-guang, et al. Study on Experiment and Finite Element Modelling of Small Punch Test[J]. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2019, 544(1): 012051.
- [19] ZHANG Xian-long, ZHANG Chong-hong, DING Zhao-nan, et al. Quantification of the Constitutive Relationship of High-Energy Heavy-Ion Irradiated SS316L Using the Small Punch Test[J]. Journal of Nuclear Materials, 2020, 531: 152014.
- [20] CAMPITELLI E N, SPÄTIG P, BONADÉ R, et al. Assessment of the Constitutive Properties from Small Ball Punch Test: Experiment and Modeling[J]. Journal of Nuclear Materials, 2004, 335(3): 366-378.
- [21] MORENO M F, BERTOLINO G, YAWNY A. The Significance of Specimen Displacement Definition on the Mechanical Properties Derived from Small Punch Test[J]. Materials & Design, 2016, 95: 623-631.