

На рис. 3, в в качестве примера приведена гистограмма распределения амплитуды сигналов для твэлов одной из инспектируемых негерметичных ТВС ВВЭР-1000 выгоранием 18 МВт-сут/кг. Амплитуда сигнала для негерметичного твэла показана условно, так как сигнал отсутствовал, т.е. был ниже уровня шумов. Приведенная на рис. 3, в гистограмма распределения амплитуд сигналов наглядно показывает высокую чувствительность метода.

Таким образом, результаты апробации разработанного метода на облученных негерметичных ТВС показали его высокую надежность и эффективность до выгорания примерно 38 и 11 МВт-сут/кг для топлива ВВЭР и РБМК соответственно. Чувствительность метода зависит от высоты столба воды, попавшей внутрь негерметичного твэла и заполнившей зазор между оболочкой и топливным сердечником. Чем больше высота этого столба воды в негерметичном твэле, тем больше уменьшается амплитуда принятого сигнала относительно амплитуды сигнала для герметичного твэла.

Для определения возможных границ применения метода и в первую очередь из-за влияния взаимодействия топливного столба с оболочкой твэлов ВВЭР необходимо в дальнейшем прове-

рить эффективность метода на ТВС ВВЭР выгоранием 40 МВт-сут/кг и выше.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Павлов С.В. Стенды инспекции, ремонта и реконструкции ТВС. Обзор. Димитровград, НИИАР, 1996.
2. Samoilov O., Kaidalov X., Molchanov V. e.a. Poolside inspection of VVER-1000 AFA at Kalinin NPP experience and development. — In: Proc. of a Techn. Com. Meeting on Poolside Inspection and Repair of Water Reactor Fuel. Rez, Czech Republic, 10—13 June 2003. Vienna: IAEA, 2003, p. 128—135.
3. Walton L. Locating leaking fuel rods in light water reactors. — Mod. Power Syst., 1985, v. 5(8), p. 41—43.
4. Boschiero M., Beuneche D., Gebelin B. e.a. On site fuel examination equipment in EDF PWR. — In: Proc. of a Techn. Com. Meeting on Underwater Inspection, Repair and Reconstitution of Water Reactor Fuel. Paris, 3—6 November 1987. Vienna: IAEA, 1988, p. 47—55.
5. Snyder B. Experience with the Brown Boveri Fuel rod detector system (FFRDS). — Ibid., p. 40—47.
6. Викторов И.А. Физические основы применения ультразвуковых волн Рэлея и Лэмба в технике. М.: Наука, 1966.
7. Павлов С.В., Воробей И.М., Шалагинова Т.М. Исследование акустического тракта ультразвуковых методов обнаружения негерметичных твэлов в составе ТВС: Препринт НИИАР-1(856), 1997.

Поступила в Редакцию 21.12.08

УДК 621.039.548

УЧЕТ И КОНТРОЛЬ ЗАРОЖДЕНИЯ И РАСПРОСТРАНЕНИЯ МИКРОТРЕЩИН МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ ТРАНСМИССИОННОЙ МИКРОСКОПИИ В КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛАХ ОБЪЕКТОВ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ

Доровской В.М., Тутнов И.А. (РНЦ «Курчатовский ин-т», г. Москва),
Козлов В.В. (ОАО «Атомэнергопром», г. Москва), Кудрявцев Е.М. (МИФИ, г. Москва)

Актуальность учета и контроля зарождения и распространения микротрещин в конструкционных материалах объектов использования атомной энергии методами электронной микроскопии определяется многим, но главным является получение новых знаний о разрушении этих материалов. Эти знания есть основа моделирования безопасной эксплуатации ядерной техники. Необходимость и своевременность учета и наблюдения зарождения и распространения микротрещин в металлических образцах определяется потребностями повышения точности про-

гнозов ресурса сложных технических систем и потенциально опасных объектов использования атомной энергии [1].

Правильно оценить долговечность и ресурс различных изделий, оборудования и трубопроводов ядерных установок при их длительной эксплуатации — сложная задача. Решить ее можно, зная временные закономерности деградации механических свойств материала изделий и закономерности образования и развития трещин под воздействием внешних условий. Получение таких знаний требует постановки допол-

нительных экспериментов для изучения влияния факторов воздействия на механические свойства и процессы разрушения материала изделий для объектов использования атомной энергии. Пока большая часть подобных экспериментов выполняется исследователями на крупных образцах материала или моделях изделий, поэтому в описании экспериментов отсутствуют результаты исследования начальных стадий процесса разрушения с учетом их связи с микроструктурой материала образца. Анализируя результаты экспериментов по изучению разрушения образцов на нано- и микроуровне, связывая их со структурой материала, можно подробно описать начальные стадии разрушения изделия и построить новые модели изменения функции повреждаемости, которые являются важными для оценки ресурса. Кроме того, результаты подобных экспериментов позволяют уточнить математические модели для расчета долговечности изделий ядерной техники, определения надежности и безопасности объектов использования атомной энергии, а также обоснования положений о ядерной и радиационной безопасности. Используя фактические данные о результатах контроля учета зарождения и распространения микротрещин методами электронной трансмиссионной микроскопии, станет возможно на более высоком уровне достоверности судить о техническом риске эксплуатации сложных инженерных систем, трубопроводов, ответственных изделий и оборудования объектов использования атомной энергии [1, 2].

В настоящее время почти или все механизмы зарождения и распространения микротрещин объясняются дислокационной теорией [3, 4], которая утверждает, что основной причиной появления трещин является присутствие в структуре металла дислокаций, а в процессе ее продвижения в металле максимальная плотность дислокаций обнаруживается перед вершиной, и именно эта плотность является основным движущим фактором. Эти механизмы были ранее разработаны и обоснованы теоретическими расчетами по результатам имитационных экспериментов [4]. Прямые эксперименты разрушения микрообразцов из металлов (непосредственное наблюдение за процессами развития разрушения на нано- и микроуровне с помощью электронного микроскопа) стали проводиться недавно. В основе постановки и проведения таких экспериментов лежат *in-situ* методы исследований

[5—7]. Поэтому контроль зарождения и распространения микротрещин методами *in-situ* с помощью средств электронной микроскопии представляет для текущего периода важную исследовательскую задачу науки о ядерных энергетических установках.

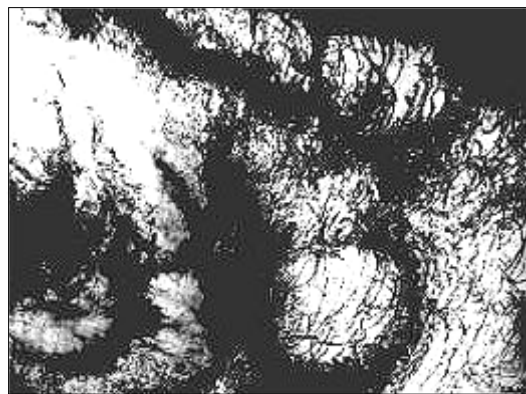
Цель и экспериментальные методы решения задачи контроля за процессами зарождения и распространения микротрещин. Целью настоящей работы является применение *in-situ* метода трансмиссионной электронной микроскопии для изучения зарождения и распространения трещин в пластичных металлах на примере отожженных образцов меди технической чистоты. Для достижения этой цели была создана методика. Для исследования изготавливали образцы из медной фольги технической чистоты толщиной 100 мкм. Образцу придавали типовую форму, для снятия наклепа его подвергали вакуумному отжигу при 870 °С в течение 1 ч. С помощью прибора для приготовления тонких фольг NENUPOL-2 (Австрия) центральную часть образца утоняли до толщины, требуемой при исследовании материала на просвет (трансмиссионный режим) в электронном микроскопе TEMSCAN-200CX (Япония). Утоненные образцы механически закрепляли в стандартный держатель для растяжения и деформирования удлинением при скорости 0,05 мкм/с. На первых этапах увеличения деформации, когда изображение менялось быстро и нельзя было поэтапно фотографировать процесс, применяли видеозапись на камеру высокого разрешения. По достижении требуемой степени деформации испытываемые образцы выдерживали с фотографированием изменений структуры через заданные интервалы времени. На полученных фотографиях измеряли параметры трещины. По результатам измерения строили графики зависимости изменений параметров микротрещин от времени выдержки образца при определенной деформации. Параметрами в нашем случае являлись длина вершины — расстояние от характерной единицы структуры до кончика микротрещины, ширина — расстояние между двумя характерными единицами структуры, расположенными на противоположных сторонах микротрещины. Тонкую структуру металла вблизи микротрещины исследовали с помощью типовых методик электронной микроскопии. Результаты измерений, полученные по этим методикам, анализировали и обсуждали.

Экспериментальный контроль зарождения и распространения микротрещин в образцах меди при деформации растяжением в трансмиссионном электронном микроскопе и обсуждение. Основные результаты зарождения и распространения микротрещин в образцах меди при деформировании растяжением состоят в следующем. Во всех испытанных образцах перед вершиной распространяющейся трещины есть зона, в которой дислокации отсутствуют, и это подтверждают результаты работ [7, 8]. Трещина зарождается в зонах с большими растягивающими напряжениями. В этих зонах материал уже перешел из кристаллического в аморфное состояние. Росту трещин предшествует утонение материала образца на 96—98%. Трещина растет скачкообразно за счет слияния ее вершины с зародышевыми микротрещинами, вокруг трещины присутствуют области, в которых напряжения могут отличаться вплоть до знака. Эти результаты совпадают с ранее опубликованными [8—10].

После электролитического полирования в установке TENUPO-2 в утоненной части образца меди образовывались микротрещины. При испытаниях эти микротрещины распространяются в глубину толстой части. Можно предположить, что наличие таких микротрещин связано с релаксацией внутренних напряжений при утонении. После воздействия на образец деформации обычно (но не всегда) одна из уже имеющихся микротрещин начинает увеличиваться в размере и продвигаться в глубину его толстой части.

В одном из испытаний, которое приведем в качестве примера, оказалось, что одна из нескольких микротрещин начала распространяться в глубину материала и после деформации ~1,4% продвинулась на 30 мкм от тонкого края. Как видно на рис. 1, перед вершиной микротрещины на расстоянии 6—7 мкм плотность дислокаций большая, по краям микротрещины существенно меньше. В некоторых зонах дислокации отсутствуют. Они покидают некоторую зону образца, расположенную перед вершиной микротрещины.

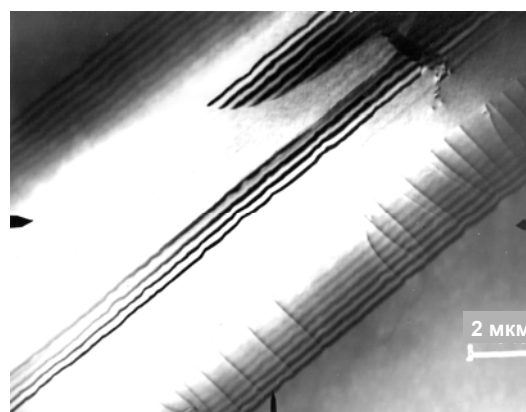
О направлении движения можно судить по выгибу их линий. Тормозясь концами, дислокации выгибаются в сторону своего продвижения. При увеличении деформации образца наблюдали следующие процессы. Вначале впереди продвигающейся микротрещины образовывался ка-



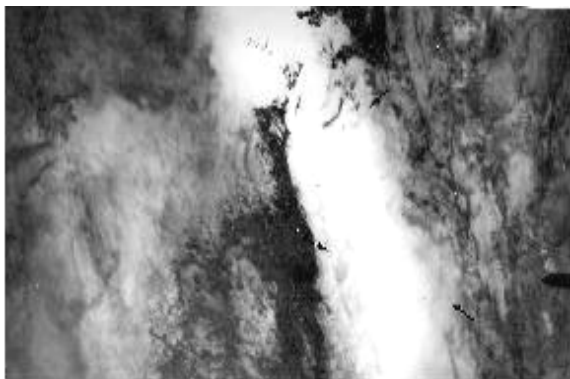
Р и с. 1. Электронная микрофотография вершины микротрещины в образце меди после деформации 1,4% $\times 33\,000$

нал с двойникованием. Параллельно оси двойника в структуре присутствовали две системы скольжения дислокаций. Направление движения дислокаций в одной системе было противоположно направлению движения в другой системе. На рис. 2 показана электронная микрофотография деформационных двойников и дислокаций, движущихся в направлении к вершине микротрещины. В удалении от двойников дислокации двигались в направлении от вершины.

По мере дальнейшего увеличения деформации микротрещина распространялась вдоль образовавшегося канала и останавливалась перед скоплением дислокаций. Перед ее вершиной образовывалась область площадью ~1 мкм², дислокации в которой не обнаруживались, хотя по границам отмечались дислокации и изгибные контуры. Как видно на рис. 3, дислокации и изгибные контуры по границе зоны также вытянуты в сторону от этой области. В самой же области они отсутствуют (эффект дифракции на кристаллической решетке).



Р и с. 2. Электронная микрофотография двойников перед вершиной распространяющейся микротрещины $\times 33\,000$



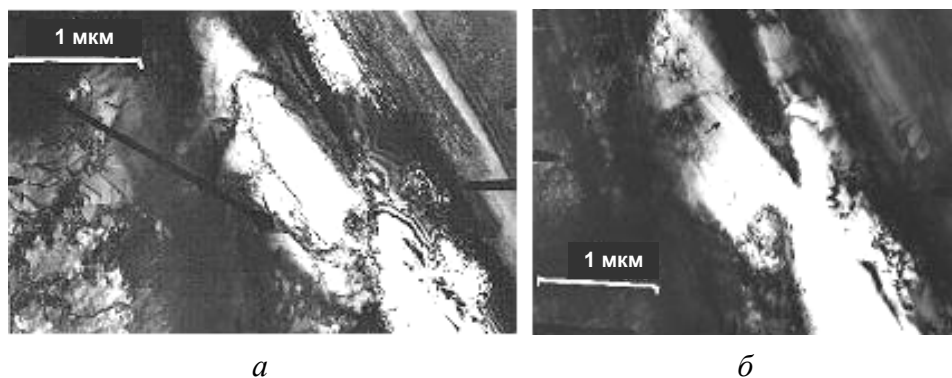
Р и с. 3. Электронная микрофотография деформации образца 1,6% $\times 33\,000$

При испытании образцов из меди в электронном микроскопе с помощью полевой диафрагмы проекционной линзы эту зону специально выделяли, и для нее была получена электронограмма. На ней точечные рефлексы претерпевали уширение и размытие в азимутальном направлении, что свидетельствовало о большой деформации этой зоны и фрагментации структуры материала. Темнопольное изображение, полученное от рефлексов, выявило именно те зоны образца, в которых почти не было дислокаций и изгибных контуров. Применение специальных методик электронной микроскопии, таких, как съемка стереопар и перефокусировка в темном поле, позволило выяснить, что материал в этой зоне образца претерпевает сильное утонение, в ней наблюдаются большие растягивающие механические напряжения. С увеличением деформации образца здесь нарушается сплошность материала с образованием микротрещины, не сопровождаемым видимым движением дислокаций. Перед разрушением зоны электронограмма претерпевала изменения. Размытые рефлексы замыкались в размытое кольцо гало. Наличие такого вида электронограммы свидетельствует о переходе металла в аморфное состояние. Эта область быстро разрушалась, изображение перемещалось, было затруднительно зафиксировать электронограмму на фотопластинку.

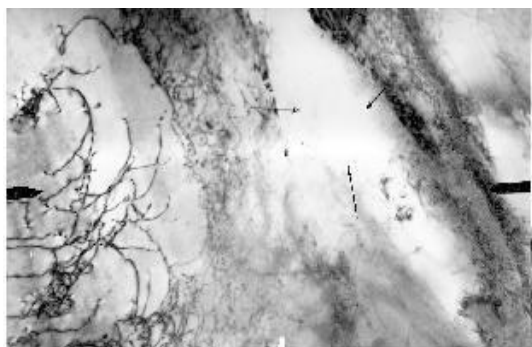
На рис. 4 видно, что впереди распространяющейся микротрещины образовалась ограниченная изгибными контурами и

скоплениями дислокаций зона, которая в процессе выдержки образца при постоянной деформации увеличила свою площадь до $0,5\text{ мкм}^2$. Ни дислокаций, ни изгибных контуров внутри области не наблюдали. При увеличении деформации образца на 0,1% в этой области происходило хрупкое разрушение с образованием одной зародышевой микротрещины. Если деформация возрастала, то процесс повторялся. От вершины микротрещины наблюдали интенсивный уход дислокаций. Уходящие дислокации изгибались в направлении продвижения микротрещины с образованием одной или нескольких зон, в которых ни дислокаций, ни каких-либо других признаков кристалличности не наблюдали. Следует отметить, что зоны, расположенные ближе к острию микротрещины, обычно имеют больший размер, они быстрее освобождаются от дислокаций и контуров. В ближайшей к острию микротрещины зоне происходило хрупкое разрушение материала образца с образованием одной или нескольких микротрещин.

В случае образования нескольких микротрещин самые близкие к вершине уже существующей в образце трещины имели больший размер. Рост самой трещины происходил за счет слияния ее вершины с растущими навстречу микротрещинами. При слиянии с вершиной трещины скачкообразно увеличивался ее размер. До слияния с вершиной имеющейся в образце трещины новые микротрещины иногда меняли длину и ширину, находились в состоянии колебания. В период выдержки при постоянной деформации дислокационная структура образца менялась. Дислокации, которые при увеличении деформации стремились покинуть зону перед вершиной и выгибались в направлении своего



Р и с. 4. Электронная микрофотография одной и той же области перед вершиной распространяющейся микротрещины после деформации 1,7% и выдержки 240 мин (а) и сразу после увеличения деформации до 1,8% (б) $\times 66\,000$



Р и с. 5. Электронная микрофотография области перед вершиной распространяющейся микротрещины после деформации 1,9% и выдержки 240 мин $\times 66\,000$

движения, начинали двигаться в обратном направлении. Это подтверждает рис. 5, где видно, что дислокации, которые расположены на расстоянии 1—2 мкм от зоны образца, свободной от дислокаций, движутся к ней. Но самой зоны они не достигают, а останавливаются на некотором расстоянии от нее, формируя определенные скопления, ограничивающие эту зону. Размер самой зоны при испытании образцов меди менялся, но незначительно. Такое поведение дислокаций, по-видимому, можно объяснить тем, что в процессе выдержки образца при постоянной деформации вокруг вершины микротрещины происходили релаксационные процессы. Это приводило к изменению напряженно-деформированного состояния образца и, как следствие, к смене направления движения дислокаций. Если после длительной выдержки немного увеличивали деформацию образца, то сразу же менялось направление движения дислокаций на обратное.

При постоянной деформации испытуемого образца меди длина вершины и ширина микротрещины не являются постоянной или линейной функцией, площадь трещины возрастала до определенного размера, затем увеличение замедлялось. Можно предположить, что это свидетельствовало об окончании релаксации механических напряжений в образце.

Трещина в испытуемом образце увеличивалась за счет продвижения ей навстречу за счет роста зародышевых микротрещин, а не наоборот. В конце выдержки образца при постоянной деформации наблюдали затупление вершины с уменьшенной скоростью ее продвижения. Скорость изменения длины и ширины вершины микротрещины не является линейной функцией. Зависимость от времени испытаний соотноше-

ния скорости изменения длины и ширины вершины трещины также не является линейной функцией. В этих зависимостях наблюдаются провалы, которые свидетельствуют о том, что ширина трещины иногда растет быстрее, чем ее длина.

В работах [10—12] отмечалось, что в зависимости от свойств материала и его предварительной обработки зародышевые микротрещины могут иметь разный размер. Так, в хорошо отожженном никеле и алюминии могут образовываться зародышевые микротрещины на большом расстоянии от острия вершины. При медленном увеличении деформации они могут вырастать до значительных размеров, прежде чем соединятся с вершиной. Воздействие на металл таких факторов, как, например, закалка или облучение нейтронами, приводит к уменьшению размеров зародышевых трещин и расстояния, на котором они образуются. В настоящей работе испытывали хорошо отожженную медь, являющуюся пластичным материалом. Поэтому зоны, свободные от дислокаций, и зародышевые микротрещины образовывались на относительно большом расстоянии от вершины имеющейся в образце трещины, а зародышевые микротрещины вырастали до значительных размеров, прежде чем соединялись с вершиной этой трещины.

Таким образом, изменения структуры материала при увеличении деформации и выдержки при постоянной деформации, выявленные в настоящей работе, согласуются с полученными для образцов из пластичных материалов [10—12]. Уход дислокаций из локальных зон, расположенных перед вершиной трещины, согласуется с результатами работы [6], где подобные эксперименты проводили на тонкопленочных образцах технеция толщиной 50 нм. В настоящей работе наблюдали эффект изгиба дислокаций в сторону от вершины микротрещины, что, по-видимому, тоже характерно для пластичных материалов, которым считается хорошо отожженная медь. Как отмечалось ранее [10, 11], дислокации, покидая некоторую ограниченную зону образца перед вершиной трещины, увеличивают в ней концентрацию точечных дефектов. При достижении определенной концентрации точечных дефектов в локальной области металл может потерять ближний порядок кристалла с сохранением дальнего, перейти в новое состояние — аморфное [8—12]. Разрушение материала в этих ограниченных областях сопровождается

образованием зародышевых микротрещин и происходит в результате разрушения уже аморфного материала. Дислокации только подготавливают локальную область путем обогащения и насыщения точечными дефектами. В случае облучения нейтронами [8—10] в структуре испытуемого образца появляется дополнительное количество радиационных точечных дефектов, препятствующих скольжению дислокаций. В результате дислокациям становится труднее скользить, и зоны, свободные от дислокаций, образуются на меньшем расстоянии от вершины трещины. Размер этих зон тоже уменьшается.

Контроль разрушения медных образцов в настоящей работе проводился при деформировании пластичного материала, вероятно, поэтому на значительном расстоянии от вершины трещины наблюдали образование ограниченной зоны, которую интенсивно покидали дислокации. Далее в ней происходило хрупкое разрушение без видимого участия дислокаций.

Таким образом, исследования показали, что для наблюдения распространения микротрещин в металлических микрообразцах, изготовленных из отожженной меди, успешно применен *in-situ* метод трансмиссионной электронной микроскопии. Этот метод имеет перспективу своего развития для исследований на микрообразцах, изготовленных из других материалов.

С помощью данного метода получены новые зависимости изменения длины вершины, ширины, площади микротрещины, скорости изменения длины и ширины и отношения длины микротрещины к ее ширине в зависимости от времени выдержки образца при постоянной деформации. Результаты контроля процессов зарождения и распространения микротрещин методами электронной микроскопии в микрообразцах из меди подтверждают ранее сделанное предположение о переходе локальной зоны материала образца, расположенной в области растягивающими напряжениями, из кристаллического в аморфное состояние на завершающей стадии разрушения этой зоны.

Предварительные исследования показали, что представляется целесообразным применение *in-situ* метода трансмиссионной микроскопии для изучения зарождения и распространения трещин в различных металлах в целях улучшения моделей, необходимых для адекватного определения долговечности и прогнозирования

ресурса ответственных изделий и оборудования, инженерных сооружений и сложных технических систем объектов использования атомной энергии.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бахметьев А.М. Понятие риска и его использование в исследованиях безопасности. — Атомная энергия, 2006, т. 101, вып. 3, с. 177—182.
2. Бакиров М.Б., Кудрявцев Е.М., Сарычев А.А., Тутнов И.А. Методическое обеспечение технического диагностирования объектов атомной энергетики. Учеб. пособие для вузов. М.: РАДЭКОН, 2003. 518 с.
3. Коллакот Р. Диагностика повреждений. М.: Мир, 1989. 518 с.
4. Френкель В.М. Рост трещин в твердых телах. — Металлофизика, 1971, № 7, с. 52—54.
5. Solid State Devices and Materials. — J. Appl. Phys., 1996, v. 35, № 2B, Pt 1. Spec. Issue.
6. Dedkov G.V., Tewghaev R.I., Deshekov O.A., Tutnov A.K. In-situ shape imaging of nanotip during indentation and scratching the surface of copper and silver films. — Phys. Low. Dim. Struct., 2002, № 5/6, p. 63—66.
7. Доровской В.М., Елесин Л.А., Тутнов А.А. Экспериментальное наблюдение образования и роста субмикроскопических и микроскопических трещин в металлах. — Вопросы атомной науки и техники. Сер. Атомное материаловедение, 1981, вып. 3(11), с. 37—42.
8. Доровской В.М., Елесин Л.А., Платонов П.А., Тутнов А.А. Исследование процессов разрушения материалов: Препринт ИАЭ-3816, 1983.
9. Доровской В.М., Елесин Л.А., Тутнов А.А. Образование и рост субмикроскопических и микроскопических трещин в нержавеющей аустенитной стали после облучения нейтронами. — Вопросы атомной науки и техники. Сер. Атомное материаловедение, 1984, вып. 1(19), с. 20—23.
10. Dorovskoy V.M., Elesin L.A., Tutnov A.A. In-situ investigation of micro process of metal fracture. — In: Conf. EUREM-88, Ser. № 93, York, England, Inst. Phys., v. 2, Chapter 1.
11. Доровской В.М., Елесин Л.А. Исследование кинетики зарождения и распространения микротрещин в образцах стали 0X16H15M3Б после отжига и последующего облучения. — В сб.: Межд. конф. по радиационному материаловедению. Алушта, 22—25 мая 1990 г., т. 7, ч. 3, с. 7—8.
12. Павлов В.А. Аморфизация структуры металлов и сплавов с предельно высокой степенью деформации. — Физика металлов и материаловедение, 1985, т. 59, вып. 4, с. 626—649.

Поступила в Редакцию 18.06.08