

چکيده

**۴ و ۵ اسفند ماه ۱۳۸۹** منطقه هسته ای اصفهان

شرکت فرآوری اورانیوم و تولید سوخت هسته ای ایران ( فاتسا )

17<sub>th</sub>Iranian Nuclear Conference

نولید سوخت هسته ای ایران

تولید فولادهای فریتی- مارتنزیتی جهت استفاده در رآکتورهای شکافت و گداخت و بررسی های ریز ساختاری آن ها

**احمد نوزاد گلی کند، حمزه فراتی راد<sup>\*</sup>، امیر شیردل، عباسعلی ملک برمی** سازمان انرژی اتمی ایران، پژوهشگاه علوم و فنون هسته ای-پژوهشکده مواد

نیاز روز افزون به انرژی هسته ای مستلزم طراحی رآکتورهای هسته ای با راندمان بالا می باشد. راندمان بالای رآکتورها، دماها و فشارهای بالایی را می طلبد. به دلیل دمای بالای مورد نیاز در رآکتورهای نسل های جدید، فولادهای فریتی – مارتنزیتی از جمله کاندیداهای اصلی برای کاربرد در این رآکتورها هستند. در این تحقیق فولادهای فریتی – مارتنزیتی از طریق ذوب در کوره القایی تولید شدند و سپس بررسی های ریز ساختاری برروی آن ها با استفاده از میکروسکوپ های الکترونی روبشی و عبوری انجام شد. نتایج نشان داد که در حالت As-cast ساختار شامل فریت های بینیتی می باشد که بعد از عملیات حرارتی به ساختاری مارتنزیتی تبدیل می شود. ماکزیمم سختی در این فولادها در شرایط کوئنچ شده و نرماله شده بدست آمد. **کلید واژه**: فولاد فریتی – مارتنزیتی، ریزساختار، فریت بینیتی مارتنزیت.

## ۱ – مقدمه

تا دههی هفتاد میلادی، ماده اصلی در رآکتورهای سریع و غلافهای سوخت، فولادهای زنگنزن بودند. با این حال، شرایط کاری مانند دمای بالا به همراه تابش طولانی نوترون و اشعه گاما چالشهای متعددی را پیش روی مهندسان و طراحان برای انتخاب مواد ساختاری و غلافها در این رآکتورها قرار داده است. به بیان دیگر، افزایش دمای خروجی مورد نظر در این رآکتورها از یک طرف و افزایش عمر مفید مورد نظر (تا ۶۰ سال) از طرف دیگر، شرایط دشواری را در انتخاب و طراحی مواد مناسب ایجاد نموده است. به دلیل دمای بالای مورد انتظار در طراحی این رآکتورها، فولادهای فریتی – مارتنزیتی از جمله کاندیداهای اصلی برای کاربرد در این رآکتورها هستند. تاکید اصلی در این مورد بر روی فولادهای پرگرم (۲۱–۹٪) است[۲۰۱]. پوشش رآکتورهای فریتی –مارتنزیتی برای کاربرد در قلب رآکتورهای سریع، کاربرد در ساختار جداره اول و پوشش رآکتورهای شکافت و گداخت، رسانایی حرارتی بیشتر و ضریب انبساط کمتر آنها در مقایسه با فولادهای زنگنزن دارای مقاومت بسیار خوبی در برابر آسیبهای ناشی از تشعشع مانند تورم بودند. تورم، عامل محدودکنندهای برای استفاده از فولادهای زنگنزن در قلب رآکتورها و غلاف های سوخت، موادهای زرگرم (۲۱–۹٪)



**۴ و ۵ اسفند ماه ۱۳۸۹** منطقه هسته ای اصفهان انجمن هسته ای ایران

شرکت فرآوری اورانیوم و تولید سوخت هسته ای ایران ( فاتسا )

## 17<sub>th</sub>Iranian Nuclear Conference

فولادهای ۱۲–۹٪ کُرُم در حالت نرماله ـ تمپر و کوئنچ ـ تمپر با ریزساختـار ۱۰۰٪ مارتنزیت تمپر شده مورد استفاده قـرار خواهند گرفت. در این شرایط، استحکام فولادهای ۱۲–۹٪ کُرُم به ریزساختار مارتنزیت تمپر شده و رسوبهای موجود در آن بستگی خواهد داشت. ریزساختارهای متداول اکثر فولادهای جدید حاوی ۲۲–۹٪ کُرُم (مرزدانههای آستنیت قبلی، مرز بین زیردانهها و تیغهها، نابجاییها و رسوبها)، مشابه هم و مانند نسلهای قبل از خود هستند. در این تحقیق ریز ساختار فولادهای فریتی– مارتنزیتی بعد از فرآیند ذوب و ریخته گری در کورهی القایی با اتمسفر محافظ آرگون و عملیات حرارتی ثانویه، با میکروسکوپ الکترونی روبشی و عبوری مورد تحقیق و بررسی قرار گرفته است.

۲- تولید فولاد فریتی- مارتنزیتی

هدف از انجام این پروژه تولید آزمایشگاهی فولادهای فریتی ـ مارتنزیتی مورد کاربرد در صنایع هستهای و بررسی های ریزساختاری آن بوده است. بر اساس مطالعات صورت گرفته، فولادی با ترکیب مشخص شده در جدول ۱ انتخاب شده است:

جدول ۱. ترکیب اسمی فولاد مورد نظر (بر حسب درصد وزنی)							
Nb	V	W	Cr	Mn	Si	С	
•/•V	•/٢۵	۲	٩	•/۴	٠/٣	•/1	

فرآیند ذوب و ریخته گری در کوره ی القایی با اتمسفر محافظ (آرگون) و ظرفیت IX kg در محدوده دمایی S-۰۰۰۳-۱۵۹۰ انجام شد. برای انجام فرآیند ذوب از ورقهایی با ترکیب ۲۰۰۲-۵. Nn=۰/۰۷ باکسیژن زدایی مذاب بود که برای این منظور فرو سیلیسیم و آلومینیوم مورد استفاده قرار گرفتند. تنظیم مقدار ترتیب از فرومنگنز، فروکُرُم، فرووانادیم، تنگستن و نایوبیم) گام نهایی آماده سازی مذاب بود که برای آن به منگنز و عناصر آلیاژی (شامل کُرُم، وانادیم، تنگستن و نایوبیم) گام نهایی آماده سازی مذاب بود که برای آن به ترتیب از فرومنگنز، فروکُرُم، فرووانادیم، فروتنگستن و فرونایوبیم استفاده شده است. تهیه شمشها، به کمک قالبهای فلزی به ضخامت ۲۸۵ مرووانادیم، فروتنگستن و فرونایوبیم استفاده شده است. تهیه شمشها، به کمک ورش کوانتومتری استفاده شده است. بر این اساس، ترکیبهای ریخته گری شده باید مطابق فولادهای موش کوانتومتری استفاده شده است. بر این اساس، ترکیبهای ریخته گری شده باید مطابق فولادهای میگردد. با توجه به اینکه شمشهای ریخته گری شده نورد خواهند شد، شکل قطعات باز خواهد بود. با این حال، از آنجا که فولادهای حاوی تنگستن (که جایگزین مولیدن شده است) هنوز در میگردد. با توجه به اینکه شمشهای ریخته گری شده نورد خواهند شد، شکل قطعات باز استانداردها وجود ندارند، برای کنترل مقدار آنها باید به این نکته توجه نمود که مقدار اسمی آن دو برابر مولیدن است (۲ درصد در برابر ۱ درصد برای مولیدن). دلیل این ام مود وزن اتمی تنگستن در مولیدن است (۲ درصد در برابر ۱ درصد برای مولیدن). دلیل این ام دو برابر بودن وزن اتمی تنگستن در مقایسه با مولیبدن است (۲۰/۸۲ در برابر ۹۵/۹۹). بنابر این، برای کنترل صحت ترکیب ریخته گری شده،





شرکت فرآوری اورانیوم و تولید سوخت هسته ای ایران ( فاتسا )

**۴ و ۵ اسفند ماه ۱۳۸۹** منطقه هسته ای اصفهان

17<sub>th</sub>Iranian Nuclear Conference

مقدار تنگستن باید دو برابر مقدار مولیبدن در استاندارد ASTM 387A باشد. بازه ترکیبی مورد نظر این استاندارد در جدول ۲ مشخص شده است.

استاندارد ASTM 387A	زنی) در	حسب درصد و	مورد قبول (بر .	جدول ۲. بازه ترکیبی
---------------------	---------	------------	-----------------	---------------------

Nb	V	W	Cr	Si	S	Р	Mn	С
•/•۵-•/۱۱	•/19-•/7V	1/V-7/1	٨-٩/۵	•/۲-•/۵	•/•17	•/•70	•/٣-•/۶	•/•/-•/17

نتایج حاصل از کوانتومتری انجام شده در شرکت IGI تایید کننده صحت ترکیبی نمونههای ریختهگری شده است که در جدول شماره ۳ گزارش شده است.

جدول ۳. نتایج کوانتومتری فولاد فریتی-مارتنزیتی ریخته گری شده

Nb	V	W	Cr	Si	S	Р	Mn	С
•/•	•/7۶	1/879	٨/٢٣٩	•/47	•/••٨	•/•17	•/۵۲	•/•99

از آنجا که ریزساختار در حالت As-cast به دلیل جدایش شرایط نامطلوبی خواهد داشت نیاز است تا با عملیات همگن سازی این مشکل برطرف گردد. از طرف دیگر، لازم است تا ساختار ریخته گری با انجام تغییر شکل در دمای بالا شکسته شود تا به این وسیله شرایط مناسب برای رسیدن به خواص مکانیکی مطلوب پس از عملیات حرارتی فراهم شود. به همین دلیل شمش ها پس از انجام فرآیند همگن سازی، در دمای ℃ ۲۰۰ به مدت ۴ ساعت تحت نورد قرار گرفتند تا ضخامت آنها به ۲۸ کام کاهش یابد. گام آخر انجام عملیات حرارتی برروی نمونه های نورد شده بود. عملیات حرارتی مرسوم برای این فولادها فرآیند آستنیته – کوئنچ – تمپر و آستنیته – نرماله – تمپر است. فرآیند آستنیته کردن در دمای ℃ ۲۰۰۰ به مدت ۱ ساعت و فرآیند تمپر در ∑ ۲۰۰۰ به مدت ۲ ساعت انجام شد. برای این کار از کورهای با ظرفیت ۲۱ از و دمای ℃ ۱۳۰۰ استفاده شد. فرآیند کوئنچ و نرماله کردن نیز به ترتیب با سرد کردن در آب و در هوا انجام شد. بعد از فرآیند ذوب، ریخته گری و عملیات حرارتی بررسی های ریزساختاری با استفاده از MS

## ۳– نتایج و بحث

شکل ۱ تصاویر SEM ریزساختار این شمشها را در حالت As-cast نشان میدهد. همانطور که در تصویر دیده میشود، ریزساختار در این حالت شامل تیغههای فریتی به همراه نواحی مشخص تیره رنگی است که به صورت بین دانهای مشخص شده است (فلشها). نواحی بین دانهای مشخص شده میتواند فریت دلتا باشد. هر چند در این دسته از فولادها با توجه به درصد پایین کرم، امکان تشکیل این فاز بسیار کم است (از دلایل اصلی کاهش عنصر کُرُم در این فولادها پرهیز از تشکیل فریت دلتا است که اثرات مضری بر خواص



محانیمی پس از پرتودهی عواهد داست و به همین دنین است که این قود دها بر قود دهای ۲۰۲۲، از جعیت دارند)، اما باید به این نکته توجه نمود که بررسی ریزساختاری انجام گرفته بر روی حالت As-cast می باشد. در این حالت افزایش موضعی عنصر کُرُم به دلیل جدایش ناشی از انجماد می تواند تشکیل فریت دلتا را به دنبال داشته باشد [۷]. فریتهای تشکیل شده در ریزساختار در حالت As-cast از نوع بینیتی می باشند. در این شکل، دو خوشه بینیتی که از مرزدانه ها شروع به تشکیل کرده اند با فلش نشان داده شده است.



شکل ۱. تصویر ریزساختاری تهیه شده توسط SEM در حالت As-cast

شکل ۲ نمونههایی از تیغههای مارتنزیتی مشاهده شده توسط SEM را در نمونه های نرماله شده و کوئنچ شده نشان می دهد. از آنجا که سختی مارتنزیت اساساً تحت تاثیر مقدار کربن است، انتظار می رود سختی مارتنزیت در این فولاد بر اساس مقداری که در مرجع ۱ گزارش شده است، حدود ۳۷ باشد [۸]. سختی نمونه کوئنچ شده تقریباً برابر این مقدار است. با این حال، نکته قابل توجه برابر بودن سختی در حالات نورد شده و نرماله با این مقدار است. به بیان دیگر، به نظر می رسد که در این حالات نیز ریزساختار به صورت مارتنزیتی باشد. این رفتار به تاثیر کُرُم بر سختی پذیری این آلیاژها باز می گردد. با ازدیاد این عنصر سختی پذیری این آلیاژها به شدت افزایش پیدا می کند. بر اساس آنچه در منابع آمده است، افزودن این عنصر تا پنج درصد تشکیل ساختار بینیت را به دنبال دارد. با افزایش بیشتر این عنصر شرایط برای تشکیل مارتنزیت حتی با سرد شدن در هوا فراهم می شود. می توان انتظار داشت که نتایج حاصل از سختی سنجی نیز این امر را تایید می کند. برای بررسی بهتر ریزساختار تشکیل شده در این حالات، از هریکی از نمونهها تست سختی سنجی به عمل آمده است. لازم به ذکر است، اعداد گزارش شده در این حال برای تشکیل مارتنزیت سختی با سرد شدن در هوا فراهم می شود. می توان انتظار داشت که نتایج حاصل از سختی سنجی نیز این امر را تایید می کند. برای بررسی بهتر ریزساختار تشکیل شده در این حالات، از هریک از نمونهها تست سختی سنجی به عمل آمده است. لازم به ذکر است، اعداد گزارش شده در جدول ۴ میانگین حداقل سه تست است.



شکل ۲. تصویر ریزساختاری تهیه شده توسط SEM از نمونه (الف) کوئنچ شده و (ب) نرماله شده.

ا در حالات مختلف	جدول ٤. سختي نمونهه	
سخت <sub>ی</sub> (HRC)	حالت	
٣۴	نورد شده	
20	كوئنچ شده (Q)	
۳۵	نرماله شده (N)	
۲۱	کوئنچ _ تمپر (QT)	
71	نرماله ـ تمپر (NT)	

علاوه بر این، ویژگی مهم ریزساختاری که در حالت کوئنچ شده قابل مشاهده است، دانههای آستنیت است. بر اساس بررسیهای انجامشده دانههای آستنیت تشکیل شده در این نمونهها حدود μm ۱۰ است. شکل ۳ ریزساختار یک نمونه کوئنچ شده در آب را نشان میدهد.



شکل ۴ ریزساختار نمونههای NT و QT را نشان میدهد. همان طور که در این شکلها دیده می شود، ریزساختار در این حالات به صورت مارتنزیت تمپر شده است. ضخامت تقریبی این تیغهها در حدود μμ دا-۵/۰ می باشد. با مقایسه تیغه نشانداده شده در این شکل با تیغههای نشانداده شده در شکل ۲ می توان دریافت که از تیزی تیغهها پس از فرآیند تمپر کاسته شده است. علاوه براین، همان طور که در جدول ۴ دیده می شود سختی نمونههای QT و NT در این حالت تقریباً برابرند.



شکل ۴. تصویر ریزساختاری تهیه شده توسط میکروسکوپ نوری از نمونه (الف) NT و (ب) QT.

بررسیهای انجام شده توسط SEM نشاندهنده تشکیل سه نوع از آخالها در ریزساختار این آلیاژها است که عبارتند از SiO<sub>2</sub> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و MnS. علت تشکیل آخالهای اکسید سیلیسیم و آلومینیوم، افزودن آلومینیوم و سیلیسیم به ترکیب می باشد. اساساً این عناصر با هدف حذف اکسیژن به واسطه تشکیل اکسید به ترکیب افزوده می شوند. به این ترتیب، بخشی از اکسیدهای تشکیل شده درون مذاب حبس و به صورت آخال در ریز ساختار مشاهده می شوند.

در این فولادها شرایط نرماله یا کوئنچ شده دو گروه از رسوبها تشکیل می شوند که عبارتند از کاربید کُرُم (به صورت M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>) و کاربونیتریدهای وانادیم و نایوبیوم [۳۳–۹۹]. غالب رسوبها، ذرات بزرگ M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (۱۰۰–۳۰۰ nm) می باشند که عمدتاً بر روی مرز تیغهها و مرزدانههای آستنیت قبلی قرار دارند. شکل نمونهای از این رسوبها را که بر روی مرز بین تیغههای فریتی تشکیل شدهاند به همراه آنالیز آنها نشان می دهد. همان طور که در آنالیز ذرات دیده می شود به غیر از کُرُم عناصر دیگری مانند تنگستن و آهن نیز در ترکیب شیمیایی این رسوبها وجود دارد. علت این امر به حلالیت عناصر دیگری علاوه بر کُرُم در این رسوبها باز می گردد. به همین دلیل، برای نشان دادن این کاربیدها از حرف M به جای Cr استفاده می شود که مبین تمام عناصر فلزی موجود در این کاربیدها است. شکل ۵ج تصویر زمینه روشن (Bright Field) رسوبهای از رسوبهای می مورد راین کاربیدها است. شکل ۵ج تصویر زمینه روشن (Bright Field) می دهد.

(	ں
``	~

	Element	Wt %	At %
	СК	17.66	51.03
	WM	5.98	1.13
	CrK	8.69	5.80
and the second second	FeK	67.67	42.04
AccV_Spot Magn_S_Der MOLT	Total	100.00	100.00



**۴ و ۵ اسفند ماه ۱۳۸۹** منطقه هسته ای اصفهان



شرکت فرآوری اورانیوم و تولید سوخت هسته ای ایران ( فاتسا )

17<sub>th</sub>Iranian Nuclear Conference



شکل۵. (الف) تصویر SEM از کاربیدهای کُرُم تشکیل شده در مرز تیغههای فریتی، (ب) آنالیز این ذرات و (ج) تصویر TEM (زمینه روشن) از کاربیدهای کُرُم تشکیل شده در مرز دانههای آستنیت.

## ٤- نتیجه گیری

۱- ریزساختار نمونه ها در حالت As-cast به صورت بینیتی است. علاوه بر این، ریزساختار در این حالت شامل فریت دلتا است که در مرزدانه های آستنیت تشکیل شده اند. علت این امر می تواند جدایش کُرُم در حین انجماد در مرزدانه های آستنیت باشد.

۲- در حالت نوردشده، کوئنچشده و نرمالهشده ریزساختار به صورت مارتنزیتی است. سختی سنجی نمونه ها در شرایط مذکور نیز حاکی از یکسان بودن سختی آنها است که می تواند تاییدی بر مارتنزیتی بودن ریز ساختار همگی آنها باشد.

۳- بررسی نمونههای کوئنچشده نشاندهنده دانههای آستنیت قبلی بود. بر اساس اندازه گیریهای انجامشده اندازه این دانهها حدود μm است. در حالت تمپرشده، تیغههای فریتی با اندازه تقریبی μm که به دلیل فرآیند تمپر از تیزی آنها کاسته شده، در ریزساختار مشاهده میشوند. سختی نمونههای QT و NT در این حالت تقریباً با یکدیگر برابرند.

۴– بررسیهای انجام شده توسط SEM تشکیل سه نوع آخال را در ریزساختار این آلیاژها نشان می دهد که عبارتند از SiO<sub>2</sub> ،Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> و MnS.

۵- نتایج نشان داد که دو گروه از رسوبها در ریزساختار وجود دارند که عبارتند از کاربید کُرُم (Μ23C6) با اندازه تقریبی ۳۰۰ – ۱۰۰ و کاربونیتریدهای نایوبیم و وانادم با اندازه تقریبی μm ۸۰–۲۰.



**۴ و ۵ اسفند ماه ۱۳۸۹** منطقه هسته ای اصفهان

شرکت فرآوری اورانیوم و تولید سوخت هسته ای ایران ( فاتسا )

17<sub>th</sub>Iranian Nuclear Conference



3

٥- مراجع

1. R.L. Klueh, "Elevated temperature ferritic and martensitic steels and their application to future nuclear reactors" Materials Science and Technology, Vol. 50, pp. 287-310, 2005.

2. R.L. Klueh and A.T. Nelson, "Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors", Journal of Nuclear Materials, Vol. 371, pp. 37-52, 2007.

3. R.L. Klueh, "Heat treatment behavior and tensile properties of Cr-W steels", Metallurgical Transactions A, Vol. 20A, pp. 463-470, 1989.

4. R.L. Klueh, D.J. Alexander, and P.J. Maziasz, "Impact behavior of reduced-activation ferritic steels irradiated in the Fast Flux Tests Facility", Journal of Nuclear Materials, Vol. 186, pp. 185-195, 1992.

5. R.L. Klueh, D.J. Alexander, and E.K. Kenik, "Development of low-chromium, chromium-tungsten steels for fusion", Journal of Nuclear Materials, Vol. 227, pp. 11-23, 1995.

6. ASTM A387: Standard Specification for Pressure Vessel Plates, Alloy Steel, Chromium-Molybdenum.

7. R.L. Klueh, "Elevated temperature ferritic and martensitic steels and their application to future nuclear reactors", Materials Science and Technology, Vol. 50, pp. 287-310, 2005.

8. R.L. Klueh, "Heat treatment behavior and tensile properties of Cr-W steels", Journal of Nuclear Materials, Vol. 371, pp. 37-52, 2007.

9. Fujio Abe, "Precipitate desighn for creep strengthening of 9% Cr tempered martensitic steel for ultra-supercritical power plants, Science and Technology of Advanced Materials, Vol. 9, pp. 1-15, 2008.

10. M. Igarashi, S. Muneki, H. Hasegawa, K. Yamada, and F. Abe, "Creep deformation and the corresponding microstructural evolution in high-Cr ferritic steels" ISIJ International, Vol. 41, pp. 101-105, 2001.

11. Vaclav Foldyna, Jaroslav Purmensky, and Zdenek Kubon, "Development of advanced chromium steels with respect to microstructure and structural stability", ISIJ International, pp. 81-85, 2001.

12. K. Sawada, M. Taneike, K. Kimura and F. Abe, "Effect of nitrogen content on microstructural aspects and creep behavior in extremely low carbon 9Cr heat-resistant steel", ISIJ International, Vol. 44, pp. 1243-1249, 2004.

13. K. Yamada, M. Igarashi, S. Muneki and F. Abe, "Creep properties affected by morphology of MX in high-Cr ferritic steels", ISIJ International, Vol. 41, pp. 116-120, 2001.