

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ И РАЗМЕРА ЧАСТИЦ ВТОРОЙ ФАЗЫ В ТРУБАХ ИЗ ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВОВ



А.П. Гордая

*Окончила Национальный технический университет
«Харьковский политехнический институт» в 2003 году*

**НТК ЯТЦ ННЦ ХФТИ,
Украина, г. Харьков, ул. Академическая, 1**

Проведена компьютерная обработка снимков микроструктуры труб из циркониевых сплавов (Zr+1%Nb, Zirlo), приготовленных на основе циркония, полученного разными методами на разных предприятиях. Результаты проведенной оценки представлены в данной работе.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что практичным и надежным сплавом в производстве оболочек твэлов, являются циркониевые сплавы. Их изучению и освоению уделялось и уделяется много внимания. Украина имеет значительные запасы циркониевого песка и поставляет тетрафторид циркония для производства циркониевых комплектующих для ядерного топлива реактора ВВЭР. Значительным шагом к большей самостоятельности производства электроэнергии является создание собственного ядерно-топливного цикла. Первым этапом этой работы является производство циркониевых комплектующих для тепловыделяющих сборок. Именно сейчас в Украине идет освоение производства циркониевых труб, что требует разработки методов контроля и исследования циркониевых труб на всех этапах их изготовления. В группу этих методов входит металлография. На определение места металлографии, отработку методик подготовки образцов к металлографическим исследованиям и разработку и освоение методов параметризации снимков микроструктуры (оценку объемной доли рассматриваемой фазы по плоскому изображению) направлена данная работа.

МАТЕРИАЛЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследования проведены на отрезках труб, используемых в качестве оболочек твэлов для реакторов ВВЭР: Украина (сплав Zr+ 1 мас.% Nb, приготовленный на основе кальциетермического циркония, принятое обозначение Zr1Nb, в состоянии поставки, финишный отжиг при температуре 580°C в течение 3 ч) и Россия (сплав Zr+ 1 мас.% Nb, серийные оболочечные трубы, на основе смеси электролитического и йодидного циркония, штатная обработка - при температуре 580°C в течение 3 ч, принятое обозначение Э110) и сплав американского производства Zirlo. [4-6] Металлографические исследования проведены на оптическом микроскопе МИМ-8.

Съемка сделана при увеличении 200. Химический состав исследуемых материалов приведен в табл. 1.

МЕТОДИКА ОБСЧЕТА

Для проведения параметризации снимков микроструктуры их вначале сканировали с использованием программы Microsoft Photo Editor, расширение bmp.

Разработанный в ННЦ ХФТИ комплекс компьютерных программ, первая из которых (Digit_2Zr) за короткий период времени позволяет произвести оцифровку снимков структуры (при этом получаем файл оцифровки) и обработать ее в программе (Prcipr2), получить протокольный файл, содержащий сведения о концентрации, размере и объемной доли искомой фазы. Далее использование программы Origin 5.0 позволяет построить гистограмму распределения частиц второй фазы по размерам [1-3].

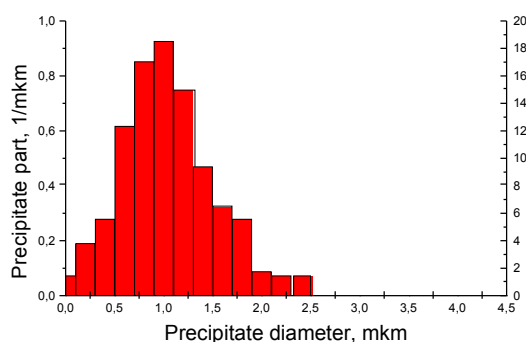
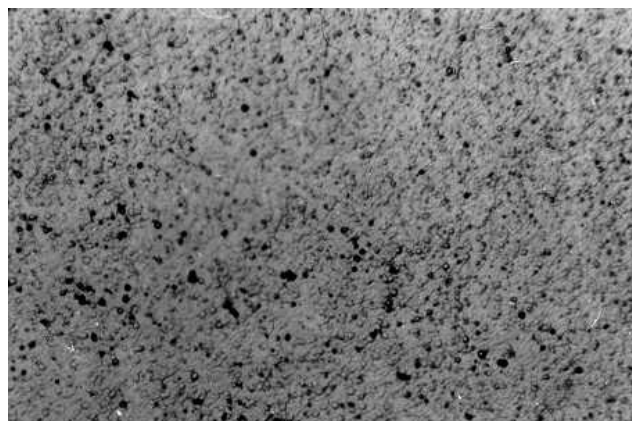
РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Общий объем проведенной работы включает обработку 55 снимков микроструктуры. Для иллюстрации приведем один из примеров обработки. На рис.1,а приведено изображение структуры сплава украинского производства Zr1Nb (поперечное сечение образца, светлоспольное изображение). На общем светлом поле видны многочисленные черные пиксели (частицы второй фазы, имеющей иную травимость). Согласно проведенной обработке средний размер частиц второй фазы равен 1.41 мкм, их концентрация $4,762 \cdot 10^6$ 1/см², объемная доля 5.756%. Гистограмма распределения частиц второй фазы по размерам приведена на рис. 1,б.

Результаты аналогичной обработки всех остальных случаев приведены в табл.2-4. Согласно полученным результатам в зависимости от сплава, метода производства циркония и завода изготовителя концентрация и объемная доля частиц второй фазы изменяются в широких пределах. Их характерный размер 0,5...4 мкм.

Химический состав сплавов

Сплав, производитель	Содержание примеси, мас.%								
	Sn	Fe	Cr	Ni	Nb	O	N	H	C
Э-110, Россия	–	0.02	0.02	0.02	0.9...1.1	0.06...0.1	0.06	0.015	0.02
Zr1Nb, Украина	–	0.026	0.03	0.006	0.97	0.14	0.035	0.015	0.002
Zirlo, США	1.0	0.15	0.1	–	1.0	0.11...0.13	0.025	0.001	0.088



а

б

Рис. 1. Частицы второй фазы в сплаве Zr1Nb. а - светлпольное изображение структуры (200 \times); б - гистограмма истинных размеров микроструктуры

Таблица 2

Показатели полей обмера

Название сплава	Размеры обмерянной части снимка, см	Поле обмера, мкм	Площадь, мкм ²
Э-110	2.9605858x4.413816	113.70753x163.2572	25730,594
Zr1Nb	3.77454x4.312363	106.60883x139.7457	19958,434
Zirlo	4.21265575x6.974986	210.736875x348.749275	73493,86

Таблица 3

Истинные параметры частиц второй фазы

Название сплава	Концентрация, 1/см ³	Объемная доля	D _{ср} , мкм
Э-110	3.2742·10 ⁹	4.6982·10 ⁻²	4.23
Zr1Nb	2.3734·10 ⁹	4.5738·10 ⁻²	3.923
Zirlo	2.701·10 ⁸	6.8185·10 ⁻²	6.641

Таблица 4

Параметры видимой микроструктуры

Название сплава	Номер вкл	Плотность, 1/см ²	D _{ср} , мкм	D _{срв} , мкм	D _{ср} , мкм
Э-110	65	3.6304·10 ⁵	4.1058	4.6898	2.693
Zr1Nb	27	4.586·10 ⁴	3.4233	3.8798	2.497
Zirlo	127	1.731·10 ⁵	6.81075	8.20856	4.228

Наиболее высокую долю частиц второй фазы имеют трубы из сплава Zr1Nb украинского производства. Есть основания считать, что частицы второй фазы, имеющие иную травимось и проявляемые на светлопольных изображениях в виде черных пикселей, в основной своей массе представляет собой фрагменты α -составляющей повышенной травимости (вторую α -фазу).

ВЫВОДЫ

С использованием комплекса компьютерных программ [1-3], разработанных в НИЦ ХФТИ, проведена обработка 55 снимков микроструктуры. Определены концентрация, размер и объемная доля частиц второй фазы, проявляемой на уровне металлографических исследований в сплавах украинского производства Zr1Nb, российского Э110 и американского Zirlo. Установлено, что в материал труб имеются многочисленные частицы второй фазы, имеющие повышенную травимось. Их характерный размер 0,5...4 мкм. Трубы из сплава Zr1Nb имеют объемную долю частиц второй фазы на уровне такой для сплава типа Э110.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.В.Ганн, Т.П.Черняева, А.И.Стукалов и др. Компьютерная программа обработки снимков микроструктуры материалов, предлагаемая для

использования при оценке качества изделий по количеству второй фазы // *ВАНТ. Труды конференции по проблеме циркония и гафния в атомной энергетике. Алушта. 14-19 июня 1999. Харьков, 1999, с.100.*

2. Д.В.Козицкий, В.У.Новиков, В.С.Иванова. Компьютерная методика мультифракционного анализа структуры материалов // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* 1998, т.64, №11, с.33-36.
3. Р.М.Кадушников, И.Г.Каменин, В.М.Алиевский и др. Метод топологической реконструкции и количественной оценки размеров зерен. // *Исследование структуры и свойств // Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* 1997, т.63, №4, с.30-34.
4. В. Cox, Y.-M. Wong. A hydrogen uptake micro-mechanism for Zr alloys // *J. Nucl. Mater.* 1999, v.270, №1-2, p.134-146.
5. P.V.Shebalov, M.M.Peregud, A.V.Nikulina et al. E110 alloy cladding tube properties and their interrelation with alloy structure-phase condition and impurity content // *Zirconium in the Nuclear Industry: Twelfth International Symposium, ASTM STP 1354, G.P. Sabol and G.D. Moan, Eds. West Conshhocken Pa: ASTM, 2000. P.545-559.*
6. А.И.Стукалов. Особенности радиационного упрочнения и ползучести СВЧ-термообработанных сплавов Zr-Nb // *ВАНТ. Серия: ФПИ и РМ.* 1999, вып.2(77), с.33-41.

ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ І РОЗМІРУ ЧАСТОК ДРУГОЇ ФАЗИ В ТРУБАХ З ЦИРКОНІЄВИХ СПЛАВІВ

Г.П. Горда

НТК ЯПЦ НИЦ ХФТИ, Україна, м. Харків, вул. Академічна, 1

Проведена комп'ютерна обробка знімків микроструктури труб з цирконієвих сплавів (Zr+1%Nb, Zirlo), приготованих на основі цирконія, отриманих різними методами на різних підприємствах. Результати проведеної оцінки представлені в даній роботі.

DETERMINATION OF CONCENTRATION AND PARTICLES SIZE OF SECOND PHASE IN PIPES FROM ZIRCONIA ALLOYS

Gordaya A.P.

STC NFC NSC KIPT, Ukraine, Kharkov, Academicheskaya st, 1

Computer photos processing microstructure of pipes from zirconium alloys (Zr+1%Nb, Zirlo), obtaining from different method zirconium on different enterprises are given. The results of estimation represented in given work.