

СПОСОБЫ ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВОВ ДЛЯ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ



Н.И. Ищенко, Я.А. Чубарова

*Научно-технический комплекс "Ядерный топливный цикл"
Национальный научный центр "Харьковский физико-техниче-
ский институт";*

61108, Харьков, Академическая 1, Украина;

E-mail: ishchenko@kipt.kharkov.ua

Рассмотрен процесс подготовки металлографических образцов из циркониевых сплавов, содержащих 1%Nb. Приведены поверхности, получаемые при последовательных стадиях шлифовки и полировки образцов как из сплава на основе электролитического циркония (Э110), так и из труб сплава Zr+1%Nb на основе кальциетермического циркония, а также вид структуры, выявляемый при кратковременном и глубоком травлении растворами различных составов, применяемыми для таких сплавов.

Важное место в решении задач увеличения производства металлов и сплавов, а также повышения его качества занимает дальнейшее совершенствование методов исследования. Металлографический анализ является одним из наиболее широко применяемых методов изучения структуры металлов и сплавов.

Поверхность сплавов на основе циркония трудно подготовить для исследования под микроскопом вследствие склонности материала к «намазыванию» во время шлифовки и полировки [1]. Хотя в литературе описано несколько методов приготовления металлографических шлифов, считающихся удовлетворительными [2, 3], тем не менее, опыт показывает, что любой из этих методов едва ли может быть пригоден для всех типов циркониевых образцов. Для получения наилучших результатов в зависимости от поставленной задачи целесообразно комбинировать и модифицировать эти методы.

МАТЕРИАЛЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследования проведены на образцах, вырезанных из труб, которые используются в качестве оболочек твэлов для реакторов ВВЭР. В качестве исследуемого материала были использованы трубы сплава Zr+1% Nb, приготовленного на основе кальциетермического циркония (принятое обозначение Zr1Nb), и серийные оболочечные трубы, соответствующие ТУ95.405-89, на основе смеси электроли-

тического и йодидного циркония; принятое обозначение Э110. Хотя сплавы по легированию одинаковы, из-за различия методов изготовления примесный состав их несколько отличается (см. таблицу).

Подготовка образцов к шлифовке. С целью исследования степени заваливания кромок образцы были залиты быстрозатвердевающими материалами, в качестве которых использовали РЕДОНТ (акриловая зубопротезная самотвердеющая паста) и расплавленную серу. Установили, что материал заливки не влияет на степень заваливания кромок и результаты выявления структуры образцов.

Шлифование. На этом этапе подготовку образцов производили на водостойких шлифовальных бумагах с величиной абразива от 150 до 10 мкм. Для наглядного сравнения степени готовности шлифов после каждого абразива образцы были сфотографированы на микроскопе МИМ-8М при увеличении 350^x.

На этапе шлифовки существенных отличий в подготовке вышеуказанных сплавов не выявлено.

Полировка шлифов. Такие элементы структуры, как неметаллические включения, целесообразно наблюдать и оценивать на нетравленных шлифах после тонкой полировки. Для получения более качественных шлифов была проведена предварительная полировка на нейлоне с использованием алмазной пасты с размером зерна 5...7 мкм. После каждой минуты полировки образцы были сфотографированы.

Сплав	Nb, %	Примеси ($\times 10^{-3}$ мас. %)													
		O	N	C	Ca	Si	Al	Cu	Ti	Fe	Ni	Cr	Mo	H	F
Zr1Nb*	1,06	130... 140	6,0	10,0	4,0	18,0	1,4	2,1	1,5	25,0	4,0	1,3	2,0	1,5	3,0
Э110 (ТУ95.4 05-81Е)	0,9... 1,1	60... 100	6,0	20,0	20,0	20,0	8,0	5,0	5,0	20,0	20,0	20,0	5,0	1,5	3,0

* Представлены результаты ядерно-физического анализа, проведенного в ИФТТМТ ННЦ ХФТИ

Окончательную полировку проводили на бильярдном сукне с использованием алмазной пасты, размер зерна которой составлял 0...1 мкм (рис. 1 и 2). Отмечено, что для получения полированной поверхности идентичного качества для сплава Zr1Nb потребовалась более длительная полировка, что может быть связано с более высокой твердостью этого материала (190...210 кг/мм²) по сравнению с Э110 (150...170 кг/мм²), которую, в свою очередь, связывают с более высоким содержанием кислорода (см. таблицу). Это подтверждает то, что в зависимости от свойств и, в частности, химического состава исследуемых образцов обычно рекомендуемые [3] методы подготовки могут быть неудовлетворительными.

Темные участки неправильной формы (см. рис.1, 2) могут быть ошибочно интерпретированы как неметаллические включения, однако они могут представлять собой внедренные в металл частицы абразива либо остатки рисок.

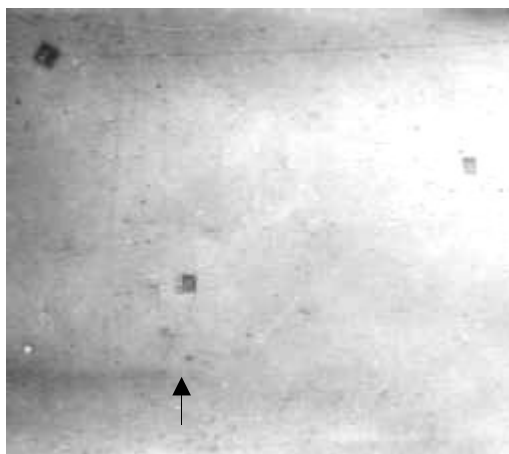


Рис. 1. Полировка (в течение 5 мин) на бильярдном сукне и алмазной пасте 1/0 поверхности шлифа трубы из сплава Zr1Nb, x200

Химическое травление различными реактивами. Для выявления структуры циркониевых сплавов применяется большое количество травителей с различными составляющими [2]. Микроструктура циркониевых сплавов выявляется смесью разбавленных растворов плавиковой и азотной кислот. Растворитель и соотношение его частей следует подбирать для каждого данного случая (вода, глицерин, этиловый спирт (редко), перекись водорода).

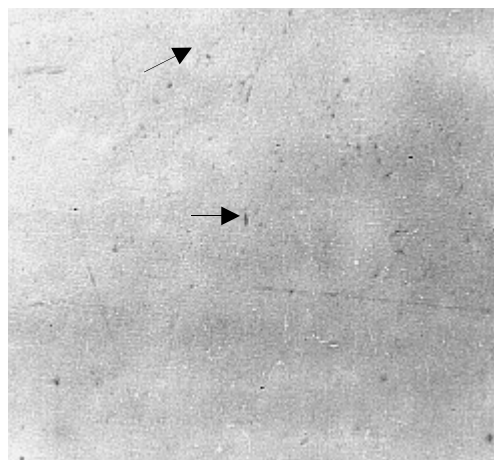
Ряд растворов был нами опробован. Наиболее широко используемый травитель имеет состав: HF 5мл; HNO₃ 45мл; H₂O 50мл

На рис.3 приведены результаты применения данного раствора. Видимые после травления элементы структуры в виде темных участков правильной округлой формы можно трактовать как химические неоднородности повышенной травимости. Из приведенных фотографий структур видно, что при применении данного раствора количество таких участков и их размеры после глубокого травления резко увеличиваются.

В качестве сравнения можно привести фотографии структуры, полученные при использовании травителя следующего состава: HF – 15 мл; H₂SO₄ – 15 мл; HCl – 2 мл; H₂O – 25 мл. На рис.4 показан вид поверхности образца после применения данного раствора в светлом поле. Как видно вид поверхности при применении этого раствора также существенно зависит как от времени травления, так и от свойств исследуемых материалов. Как кратковременное, так и глубокое травление не привело к растравливанию неоднородностей. При применении раствора этого состава поверхность образцов после глубокого травления является более гладкой, чем при кратковременном травлении. Этот раствор, по нашему мнению, целесообразно применять для химической полировки таких материалов и выявления зеренной структуры в поляризованном свете (рис 5).



а



б

Рис. 2. Полировка (в течение 1 мин (а) и 3,5 мин (б)) на бильярдном сукне и алмазной пасте 1/0 поверхности шлифа трубы из сплава Э-110, x200

Ниже приведены изображения структуры в прямом свете (рис.6) и поляризованном (рис.7) после использования следующего раствора (время травления 90 с): глицерин – 60 мл; HF – 20 мл; HNO₃ – 20 мл. Использование в качестве растворителя глицерина вместо воды приводит к более мягкому травлению.

Количество растравленных областей невелико. Данный травитель также может быть использован для химической полировки шлифов и контрастного выявления структуры в поляризованном свете (см. рис.7).

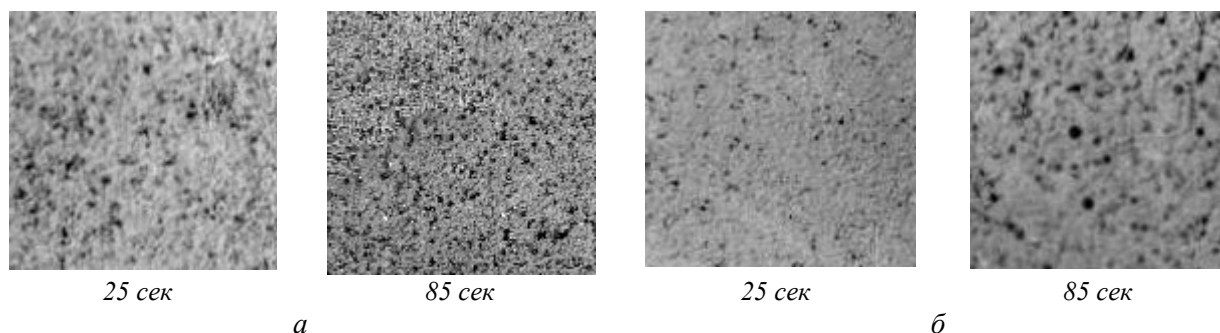


Рис. 3. Изображение изменения поверхности шлифа трубы из сплава Zr1Nb (а) и из сплава Э-110 (б), x200

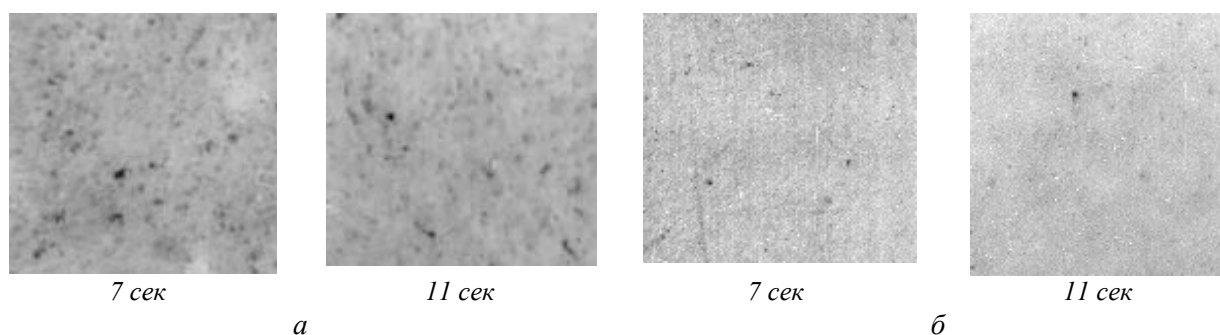


Рис. 4. Изображение изменения поверхности шлифа трубы из сплава Zr1Nb (а) и из сплава Э-110 (б), x200

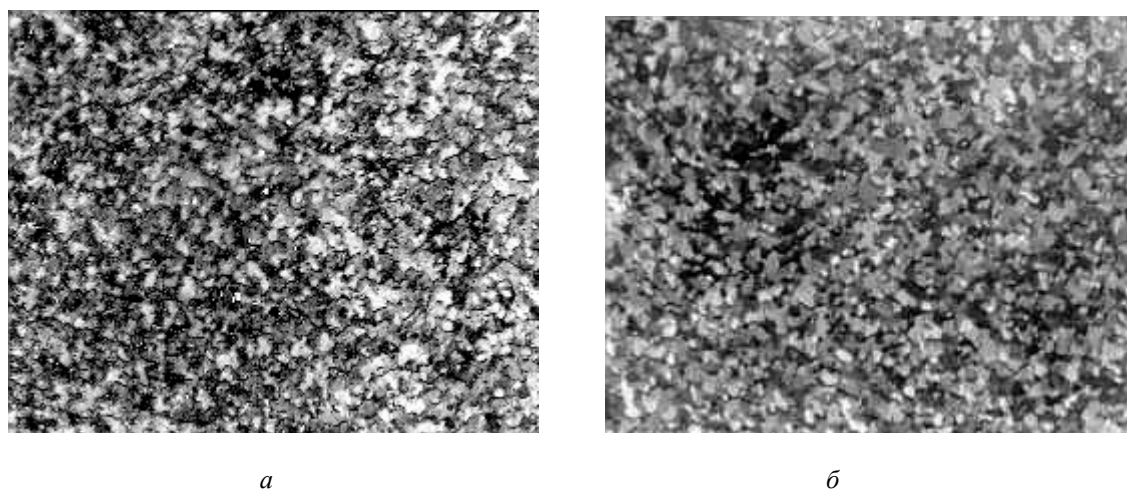


Рис.5. Зеренная структура сплава Zr1Nb (а) и Э-110 (б), поляризованный свет, x200

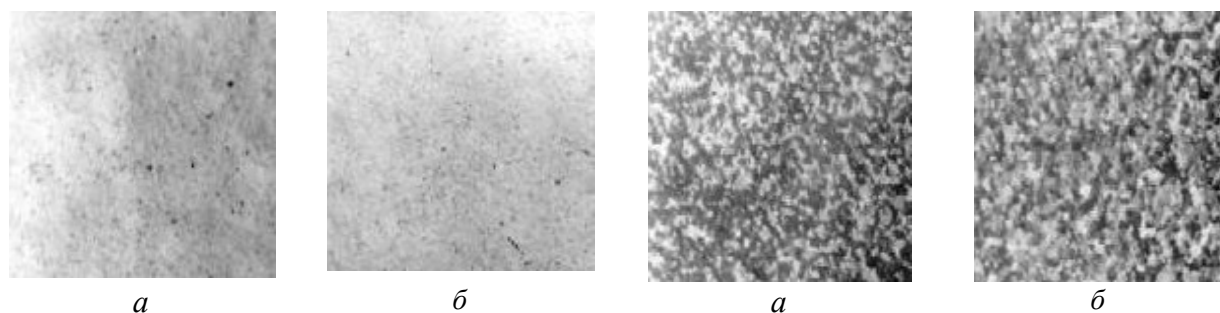


Рис.6. Светлопольное изображение сплава Zr1Nb(a) и Э-110(б), x200

Рис.7. Зеренная структура Zr1Nb (а) и Э-110 (б) в поляризованном свете, x200

ВЫВОДЫ

Рассмотренные способы подготовки микрошлифов из циркониевых сплавов могут быть использованы в металлографических лабораториях для качественного выявления структуры и избежания неправильной интерпретации полученной после полировки и травления картины. Показано, что на каждой стадии обработки проявляются особенности, связанные со свойствами конкретного материала. Анализ полученной микроструктуры показал, что вид структуры в значительной мере зависит как от применяемого травителя, так и от времени травления. Предложенные способы подготовки позволяют вы-

делить более контрастно те или иные элементы структуры.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г.Л. Миллер. *Цирконий*. М.: Изд-во иностранной литературы, 1955, 392с.
2. Л.В. Баранова, А.Н. Демина. *Металлографическое травление металлов и сплавов*. М.: «Металлургия», 1986, 256 с.
3. Е.В. Панченко, Ю.А. Скаков. *Лаборатория металлографии*. М.: «Металлургия», 1965, 440с.
4. Vander Voort, George F. *Metallography, principles and practice*, New York; McGraw-Hill, 1984.

СПОСОБИ ПІДГОТОВКИ ЗРАЗКІВ ЦИРКОНІЄВИХ СПЛАВІВ ДЛЯ МЕТАЛОГРАФІЧНОГО ДОСЛІДЖЕННЯ

Н.І. Іщенко, Я.А. Чубарова

Розглянуто процес готування металографічних зразків з цирконієвих сплавів, які містять 1% Nb. Наведені поверхні, що отримані при послідовних стадіях шліфування та полірування зразків як із сплаву на основі електролітичного цирконію (E110), так і з труб сплаву Zr+1%Nb на основі кальцієтермічного цирконію, а також вигляд структури, яку виявлено при короткочасному та глибокому хімічному травленні розчинами різного складу, що використовують для таких сплавів.

THE METHODS OF ZIRCONIUM ALLOYS PREPARATION FOR METALLOGRAPHIC RESEARCH

N.I. Ischenko, Ya.A. Chubarova

The process of metallographic specimen preparation for zirconium alloys is considered. The surfaces, that were obtained after successive stages of grinding and polishing of the samples from calcium-thermal Zr1Nb (Zr1%Nb mas.) cladding tubes, and from electrolytic alloy E110 tubes are shown and the appearances of structure, which were revealed by short-time and deep etching by solutions of different composition are presented.