

## МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СПЛАВА $Zr1Nb$



*И.Н. Бутенко, В.Н. Пелых, Ю.В. Тур*

*Институт физики твёрдого тела,  
материаловедения и технологий  
ННЦ ХФТИ; г. Харьков, Украина*

Проведены металлографические исследования сплава  $Zr1Nb$  на основе тройной шихты, полученного методом двойного вакуумно-дугового переплава. Показано, сплав  $Zr1Nb$  имеет однородную структуру по высоте и сечению слитка, что подтверждается измерениями твердости, микротвердости, структуры и микроструктуры.

### ВВЕДЕНИЕ

Металлургия циркония получила интенсивное развитие после того, как цирконий стал основным компонентом конструкционных сплавов для атомной техники. Цирконий обладает рядом преимуществ – малое сечение захвата тепловых нейтронов, высокая коррозионная стойкость и др. [1]. Эти свойства циркония в сочетании с хорошей совместимостью с ядерным горючим, сравнительно высокими технологическими свойствами (деформируемостью и свариваемостью) делают его весьма перспективным материалом для ядерных реакторов [2,3].

Технологии циркониевого производства являются очень сложными и требуют специального подхода, начиная от стадии очистки хлоридов или фторидов циркония до выплавки слитков циркония или его сплавов. Поскольку цирконий является весьма активным металлом, то его плавка без загрязнения кислородом, азотом и материалом тигля представляет собой сложную задачу [5]. Одним из наиболее распространенных методов выплавки сплавов циркония является вакуумно-дуговой переплав (ВДП). В Украине разработана кальциетермическая технология получения циркония, включающая кальциетермическое восстановление тетрафторида циркония с последующей электронно-лучевой плавкой. Цирконий, полученный по этой технологии, имеет повышенное содержание кислорода, что существенно ухудшает его свойства.

Целью данной работы было проведение исследований микроструктуры, микротвердости и твердости сплава  $Zr1Nb$ , полученного на основе тройной шихты методом двойного вакуумно-дугового переплава.

### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для выплавки опытной партии слитков сплава  $Zr1Nb$  на основе кальциетермического циркония с содержанием кислорода  $\leq 0,1$  мас.% использовались электроды, состоящие из сплава КТЦ-110, йодидного циркония, оборотов трубного производства и листовой ниобий.

Соответствующее соотношение составных частей сборного электрода позволило получить сплав  $Zr1Nb$  с содержанием кислорода  $\leq 0,09$  мас.%.

Для проведения исследований слиток сплава  $Zr1Nb$ , выплавленный методом двойного вакуумно-дугового переплава, разрезался по высоте на темплеты толщиной 10 и 25 мм. Схема раскроя слитка показаны на рис.1. На темплетях толщиной 10 мм были проведены исследования микроструктуры, микротвердости и твердости, а также содержания легирующего элемента и примесей.

Для исследований микроструктуры и измерений микротвердости вырезались образцы призматической формы сечением 10x10 мм и высотой 10...15 мм. Для приготовления шлифов вырезанные образцы закреплялись в струбцинах и шлифовались вручную на бумаге различной зернистости с постепенным переходом от более грубого к более тонкому абразиву. Полирование шлифов осуществлялось на кругах, обтянутых грубошерстным сукном, в качестве абразивного материала применяли суспензию из прокипяченной воды и фильтрованной окиси хрома (100 г / 1,5 л воды). Окончательное полирование выполнялось на кругах, обтянутых бархатом, с помощью чистого бензина. Полировку проводили до придания шлифу зеркального блеска.

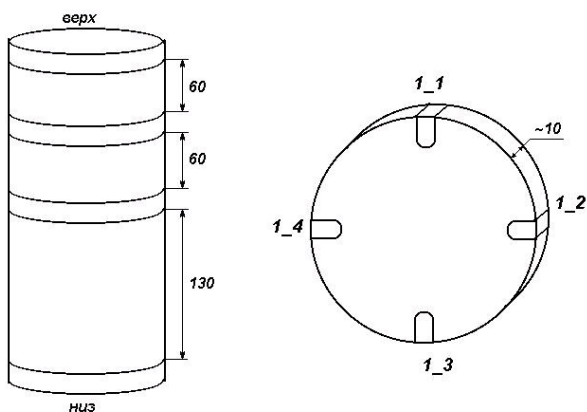


Рис 1. Схема раскроя слитка

Просмотр и съемку шлифов из циркониевых сплавов проводили на металлографических микроскопах в нескольких диапазонах увеличения. При необходимости использовали поляризованный свет. Микротвердость образцов измерялась прибором ПМТ-3 при нагрузке 0,1 кг. Средний разброс при определении длины диагоналей составлял 1...2 %, погрешность при измерении микротвердости не превышала 5 %.

Твёрдость образцов по Бринелю измерялась на приборе ТШ-2 при использовании шарика-индентора диаметром 5 мм и нагрузке 1000 кг.

Для выявления микроструктуры циркониевых сплавов путём химического травления использовались реактивы, состоящие из смесей с различным содержанием кислот (плавиковая, азотная и др.) и перекиси водорода.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Анализ структуры циркониевых сплавов показал, что макроструктура темплетов слитка сплава Zr1Nb после первого передела (см. рис.2, а) однородна по высоте и сечению слитка с незначительной разнотекстурностью, наиболее благоприятная структура формируется в середине слитка, отдельные зерна ниобиевой β-фазы достигают 25...30 мкм в поперечнике.

В макроструктуре темплетов слитка сплава Zr1Nb после второго ВДП (рис.2, б) наблюдалось мелкое равноосное зерно размером до 6,0 мм, по высоте были обнаружены вытянутые макрозерна до 12,1 мм.

Микроструктурные исследования сплава циркония после второго передела показали, что его микроструктура состоит из пластин α-фазы, между которыми расположены прослойки ниобиевой β-фазы, а также прослойки α-фазы, расположенных по границам β-зёрен. Исходные зёрна β-фазы очень крупные

и имели весьма большой разброс по размерам от единиц до десятков миллиметров. На рис.3 показана микроструктура слитка циркониевого сплава после двойного вакуумно-дугового передела.

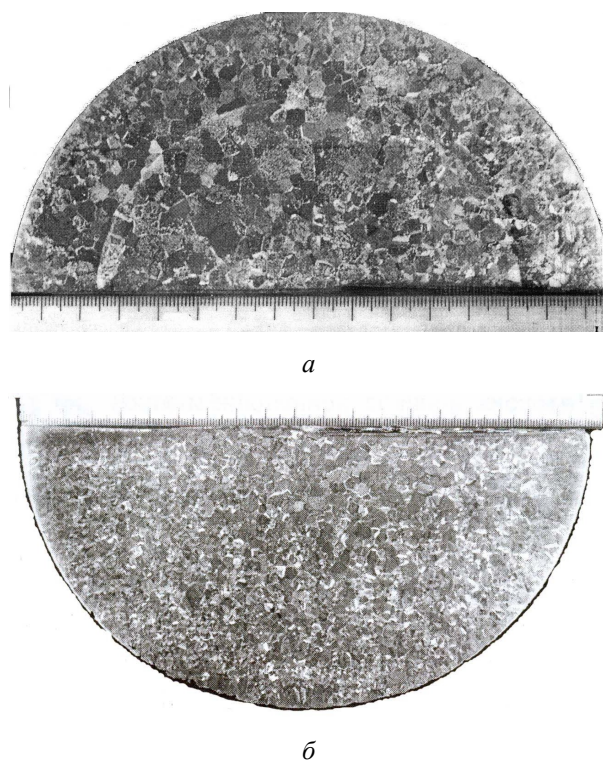


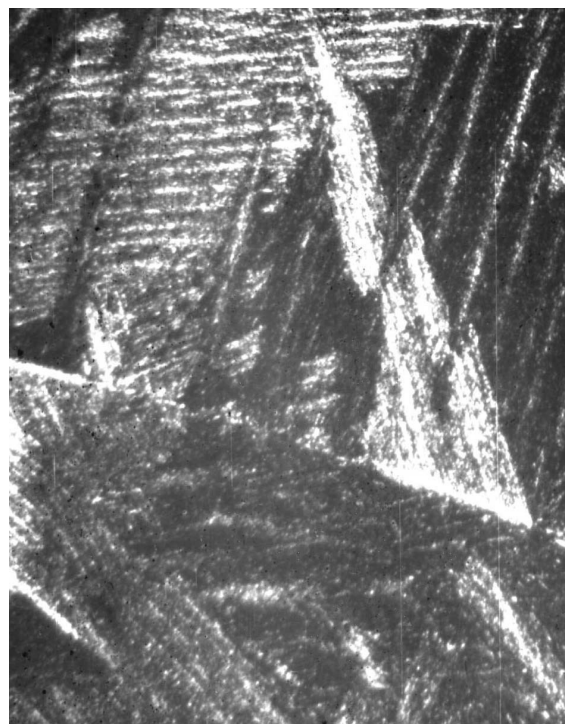
Рис.2. Макроструктура сплава Zr1Nb после первого (а) и второго (б) вакуумно-дугового передела

Измерения микротвёрдости и твёрдости по объёму слитка проводилось на темплатах, вырезанных из сплава. Оценка распределения кислорода по диаметру слитка проводилась по набору данных твёрдости.

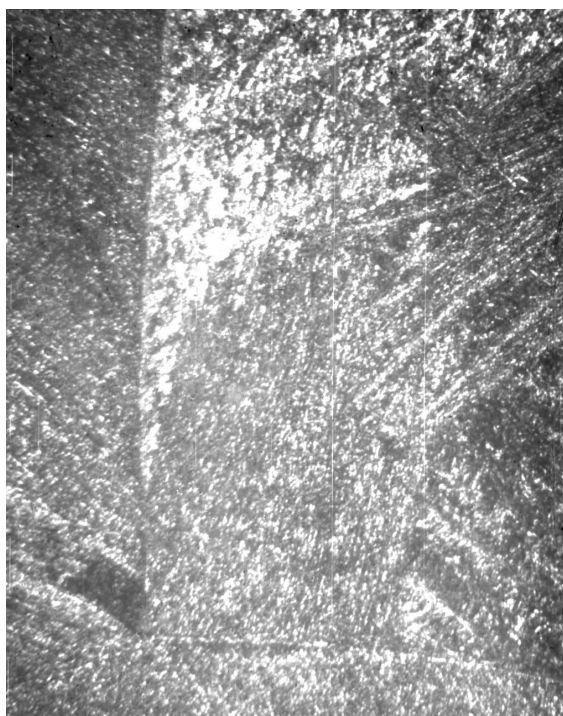
Измерения твёрдости на шести слитках приведены в табл.1. Из нее следует, что содержание кислорода в слитках практически одинаково. Значение твёрдости по Бринелю на слитке №1 после второго передела в различных местах составляет 1380...1410 МПа. Данные по микротвёрдости слитка показаны на рис.3, из них видно, что кислород распределён равномерно по всему объёму слитка. Однородность и равномерность кислорода и легирующего элемента (ниобия) подтверждается и химическим анализом. Данные химического анализа приведены в табл.2 (анализ проводился в центральной заводской лаборатории ГНПП "Цирконий", г. Днепропетровск). Результаты анализа показывают, что распределение содержания кислорода равномерно по объёму слитка и соответствует распределению по твёрдости и микротвёрдости, а распределение других примесей соответствует техническим условиям (ТУ001.257-85) на сплав.



1\_1;  $H\mu = 1430$  МПа



1\_3;  $H\mu = 1510$  МПа



1\_2;  $H\mu = 1930$  МПа



1\_4;  $H\mu = 1700$  МПа

Рис.3. Микроструктура сплава Zr1Nb после двойного ВДП.  
Обозначения под рисунками соответствуют местам вырезки образцов (см.рис.1)

Таблица 1

Значения твёрдости по Бринеллю слитков циркония после дугового переплава  
(первый переплав,  $D=150$  мм)

Место измерений	Номер слитка					
	1	2	3	4	5	6
Верх темплета, НВ (МПа)	1442	1380	1389	-	1335	1353
Низ темплета, НВ	1435	1407	1381	1393	1317	1362

## Химический состав сплава Zr1Nb после второго переплава

Элемент	1 темплет (верх)	2 темплет	3 темплет	4 темплет	ТУ 001.257-85
O <sub>2</sub>	0,07	0,09	0,09	0,08	0,06...0,1
Hf	0,008	0,009	0,007	0,008	0,01
F	0,003	<0,003	<0,003	0,003	0,003
N	0,005	0,0042	0,0058	0,005	0,006
C	0,0052	0,0055	0,0069	0,0062	0,02
Si	0,0044	0,0047	0,0039	0,0056	0,02
Al	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,008
Ni	0,0035	0,0022	0,0023	0,0021	0,02
Fe	0,008	0,009	0,0083	0,007	0,05
Ti	<0,002	<0,002	<0,002	<0,002	0,007
Cr	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,02
Mn	<0,0001	<0,0001	0,0002	0,0004	0,002
Cu	0,0004	0,0005	0,0019	0,0005	0,005
Ca	<0,001	0,0011	0,0018	0,0024	0,03
Mo	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,005
B	<0,00003	<0,00003	<0,00003	<0,00003	0,00005
Be	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,003
Cd	<0,00003	<0,00003	<0,00003	<0,00003	0,00003
Pb	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,005
K	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,004
Li	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,0002
Cl	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,003
Nb	1,00	0,96	0,96	1,00	0,9...1,1

## ВЫВОДЫ

Исследования микроструктуры, микротвёрдости и твёрдости слитков после вакуумно-дуговой плавки показали, что сплав Zr1Nb, выплавленный на основе тройной шихты, имеет равномерную структуру по объёму слитка. Данные химического анализа показывают равномерность распределения кислорода и легирующего элемента (ниобия), а содержание примесей соответствует требованиям ТУ на этот сплав.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Д. Дуглас. *Металловедение циркония*. Под ред. А.С. Займовского. М.: Атомиздат, 1975.
2. В.М. Ажажа, П.Н. Вьюгов, С.Д. Лавриненко, К.А. Линдт, А.П. Мухачёв, Н.Н. Пилипенко.

*Цирконий и его сплавы: технологии производства, области применения: Обзор*. Харьков: НИЦ ХФТИ, 1998.

3. А.С. Займовский, В.В. Калашников, И.С. Головин. *Тепло выделяющие элементы атомных реакторов*. М.: Атомиздат, 1966.
4. Г.А. Некрасова, Б.Г. Парфёнов, Ю.В. Смирнов, А.С. Пиляев. Производство циркониевых сплавов и технические требования, предъявляемые к ним // *Атомная техника за рубежом*. 1978, №3, с.17-27.
5. А.В. Циплаков и др. // *Атомная энергия*. 1984, т.56. №3, с.131.
6. А.С. Займовский, А.В. Никулина, Н.Г. Решетников. *Циркониевые сплавы в атомной энергетике*. М.: Энергоиздат, 1981.

## МЕТАЛОГРАФІЧНІ ДОСЛІДЖЕННЯ СПЛАВУ Zr1Nb

*І.М. Бутенко, В.М. Пелих, Ю.В. Тур*

Проведено металографічні дослідження сплаву Zr1Nb на основі потрійний шихти, отриманого вакуумно-дуговою плавкою. Показано, сплав Zr1Nb має однорідну структуру по висоті і перетину злитка, що підтверджується вимірюваннями твердості, микротвердості, структури і микроструктури.

## METALLOGRAPHIC RESEARCHES OF Zr1Nb ALLOY

*I.N. Butenko, V.N. Pelykh, Yu.V. Tur*

The experimental data of researches of Zr1Nb on base triple charge, obtained by vacuum-arc melting. In this article show that alloy Zr1Nb have homogeneous structure on height and to section of ingot, that confirmed of measurements of Brinell hardness, microhardness and microscopic structure.