

Я.А. ЧУБАРОВА, инж.-иссл.Зкат. ННЦ ХФТИ (г. Харьков),

А.П. ГОРДАЯ, инж.-иссл. ННЦ ХФТИ (г. Харьков)

АНАЛИЗ МИКРОСТРУКТУРЫ ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПЬЮТЕРНЫХ МЕТОДОВ

В статті викладено результати металографічних досліджень труб-оболонок твєлів з цирконієвого сплаву українського (Zr1%Nb) та російського (E-110) виробництва. Використана комп'ютерна програма обробки знімків мікроструктури матеріалів, яка пропонується для визначення якості виробів по розміру зерна та кількості другої фази на одиницю поверхні шліфа.

In the given article are presented results of metallography researches of the cladding tubes of Ukrainian (Zr1%Nb) and Russian (E-110) make. The computer program uses for processing images of the materials microstructure, offered for use in estimation of the quality according to the grain size and amount of second phase per a section unit.

Введение. Развитие ядерной энергетики требует разработки специальных конструкционных материалов, предназначенных для изготовления оболочек тепловыделяющих элементов реакторов на тепловых нейтронах.

В связи с жесткими условиями работы оболочек твэлов, материалы, предназначенные для их изготовления должны иметь необходимые механические, коррозионные и радиационные свойства, а также примесный состав и структурное состояние. Специфика использования этих материалов заключается, прежде всего, в том, что они должны поглощать как можно меньше тепловых нейтронов, обладая при этом вышеперечисленными требованиями. Также жесткость эти требований обусловлена ответственным назначением и тяжелыми условиями работы в активной зоне ядерного реактора, так как твэл является элементом, который предотвращает выход ионизирующих и радиационных излучений. Известно, что таким материалом является цирконий: в нём прекрасно сочетаются все необходимые свойства для реакторных условий в процессе работы.

Работа выполняется в связи с разработкой в Украине производства комплектов для твэлов и тепловыделяющих сборок из циркониевой руды, добываемой в Украине. Так как технология получения сплавов в Украине (кальциетермический метод восстановления циркония из тетрафторида циркония) отличается от принятой для производства оболочек из сплава Э-110 для твэлов действующих реакторов типа ВВЭР-1000 (электrolитическое восстановление циркония из фторцирконата калия), то хотя сплавы по легированию сходны (добавка 1%Nb), примесный состав в них может отличаться.

Цель работы методами металлографии провести исследование структуры труб-оболочек из циркониевого сплава Zr1%Nb украинского производства в сравнении с трубами из сплава Э-110 российского производства.

Задачей исследования является изучение структурных особенностей вышеперечисленных сплавов: распределение примесных включений, выделений вторых фаз, определение параметров зеренной структуры.

Микроструктура металлов и сплавов характеризуется величиной зерна, его расположением, формой, размером и количеством различных фаз. От этих факторов зависят физико-механические свойства сплавов.

Большинство способов выявления микроструктуры сводится к выявлению границ между фазами, к получению рельефа на поверхности зёрен и окрашиванию фаз или структурных составляющих (колоний). При этом удаётся выявить качественное различие фаз, двойниковые образования, блочную структуру и ориентировку зёрен относительно плоскости шлифа и взаимную ориентировку зёрен.

Различные фазы сплава отличаются химическим составом, кристаллическим строением, механическими свойствами. Поэтому в основе всех методов выявления структуры лежит подбор условий, которые помогают выявить различия фаз и отличить их друг от друга.

Исследуемый материал. В качестве исследуемого материала использовали оболочки твэл из циркониевого сплава Zr1%Nb украинского и Э-110 российского производства. Их отличает содержание кислорода. Химический состав исследуемого материала приведен в таблице 1.

Таблица 1
Химический состав исследуемых материалов

Сплав	Примеси (% мас) 10^{-3}													
	O	N	C	Ca	Si	Al	Cu	Ti	Fe	Ni	Cr	Mn	H	F
Zr1%Nb	130-140	6	10	4,0	18	1,4	2,1	1,5	25	4,0	1,3	2	1,5	3
Э110	< 100	6	20	20	20	8,0	5,0	5,0	20	20	20	5	1,5	3

Объектом исследования являлась шлифованная поверхность образца. Ее получали обработкой залитого в серу образца на шлифовальных машинах с использованием абразивных материалов, величина абразивного зерна которых изменялась от 150 до 9 мкм. В процессе изготовления шлифов в качестве охлаждающей жидкости использовали воду. Изучение структуры

на металлографическом микроскопе МИМ-8. Структура лученных образцов была сфотографирована в светлом поле и в поляризованном свете.

Результаты металлографических исследований $Zr1\%Nb$ и Э-110. В настоящее время с помощью программы разработанной в НТК ЯТЦ ННЦ ХФТИ профессором Ганном и его коллегами, можно производить расчет, как включений всех видов, так и определять размеры зерен [4,5,6].

Данная программа предполагает:

преобразование фотоснимка в графический файл формата BMP с использованием компьютерного сканера;

измерение размеров с помощью программы графической обработки изображений;

создание файла видимых размеров на выбранной площади;

-статистическую обработку файла, получение средних значений диаметра, квадрата диаметра видимых размеров, определения видимой плотности на поверхности шлифа;

построения гистограммы распределения видимых размеров;

восстановление истинной функции распределения;

построения гистограммы распределения истинных размеров;

-определение истинной концентрации, средних размеров и объёмной доли.

Исходя из вышесказанного, можно предлагаемую методику обработки снимков микроструктуры представить в виде блок-схемы (см. рис. 1).

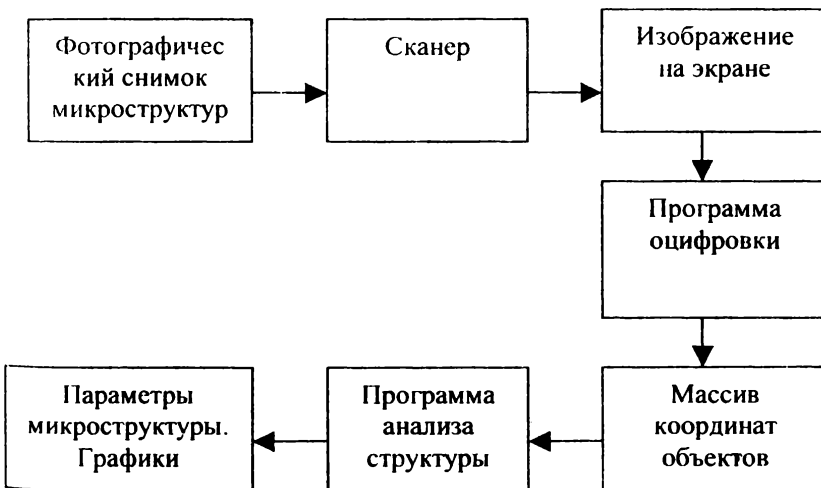


Рис. 1. Блок-схема программ

Для проведения параметризации снимков микроструктуры их вначале сканировали с использованием программы Microsoft Photo Editor, расширение bmp. Далее с помощью программы Digit_2Zr производили оцифровку снимков структуры (при этом получаем файл оцифровки) и обработав его в программе Precipi2 получаем 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.

При обработке снимков микроструктуры по предложенной программе определены концентрация, размер и объемная доля зёрен и частиц второй фазы, проявляемых на уровне металлографических исследований в сплавах украинского (Zr1Nb) и российского (Э110) производства.

На рис. 2 и 3 представлены изображения структуры сплава украинского (Zr1Nb) и российского (Э-110) производства (поперечное сечение образцов, поляризованный свет).

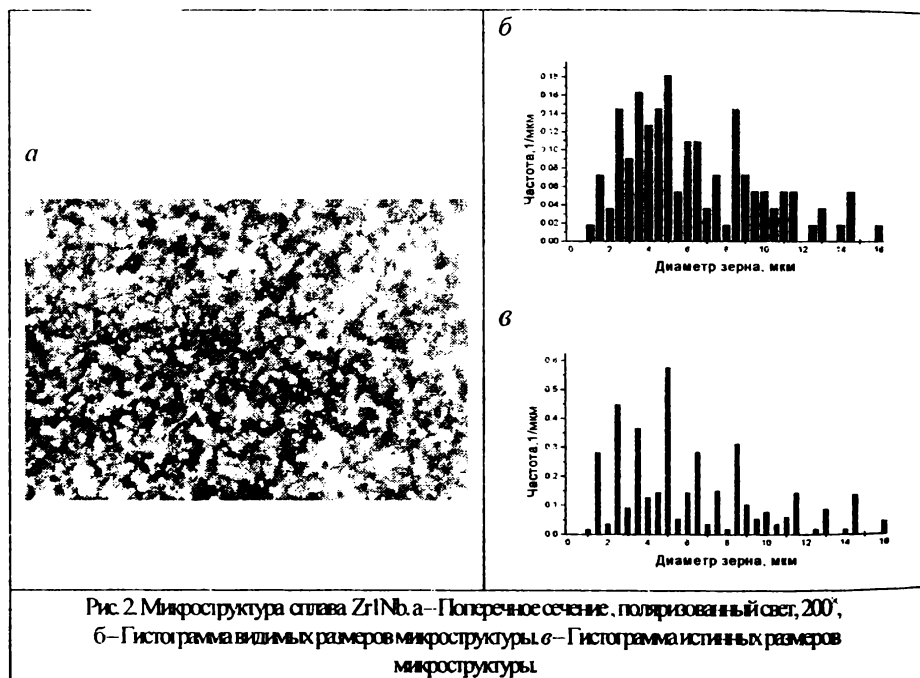


Рис. 2 Микроструктура сплава Zr1Nb. а-- Поперечное сечение, поляризованный свет, 200 \times , б-- Гистограмма видимых размеров микроструктуры в-- Гистограмма истинных размеров микроструктуры

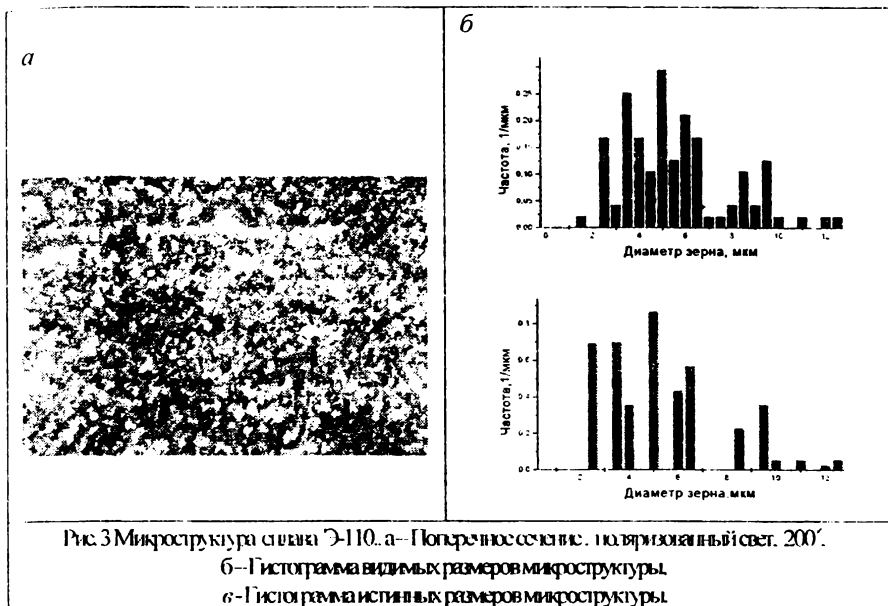


Рис.3 Микроструктура сплава Э-110. а- Поперечное сечение, поляризованный свет, 200 \times .
 б- Гистограмма видимых размеров микроструктуры.
 в- Гистограмма истинных размеров микроструктуры.

Полученные результаты представлены в таблицах 2 и 3.

Таблица 2

Видимые параметры зёрненной структуры

Название сплава	Плотность (1/см ²)	D _{ср} (мкм)	D _{срв} (мкм)	D _{ср} (мкм)
Zr1Nb	4.724·10 ⁵	6.594	7.422	4.895
Э-110	5.923·10 ⁵	5.816	6.260	4.952

Таблица 3

Истинные параметры зёрненной структуры

Название сплава	Концентрация (1/см ³)	D _{ср} (мкм)
Zr1Nb	6.144·10 ⁸	7.689
Э-110	7.614·10 ⁸	7.779

На рисунках 4 и 5, а также в таблицах 4 и 5 представлены результаты обседа частиц второй фазы.

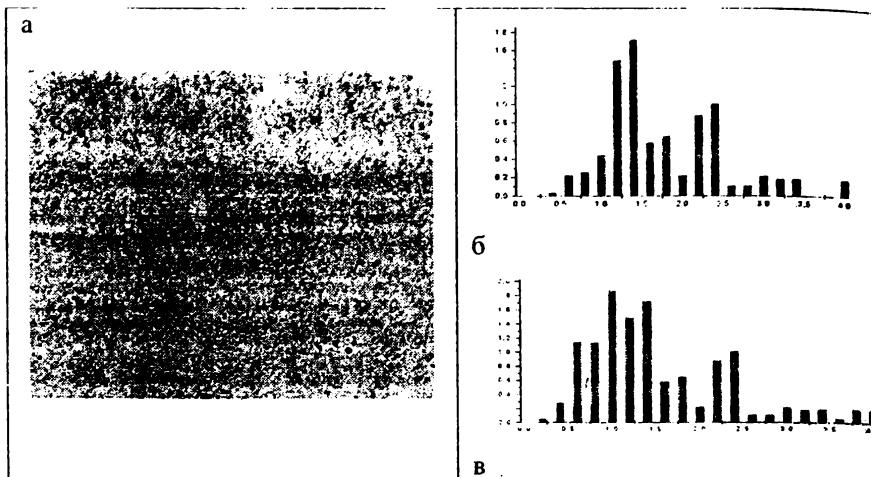


Рис. 4. Вид поверхности образца из сплава Zr1Nb после травления.

а - Светлопольное изображение структуры, 200 \times , б - Гистограмма видимых параметров, в - Гистограмма истинных размеров

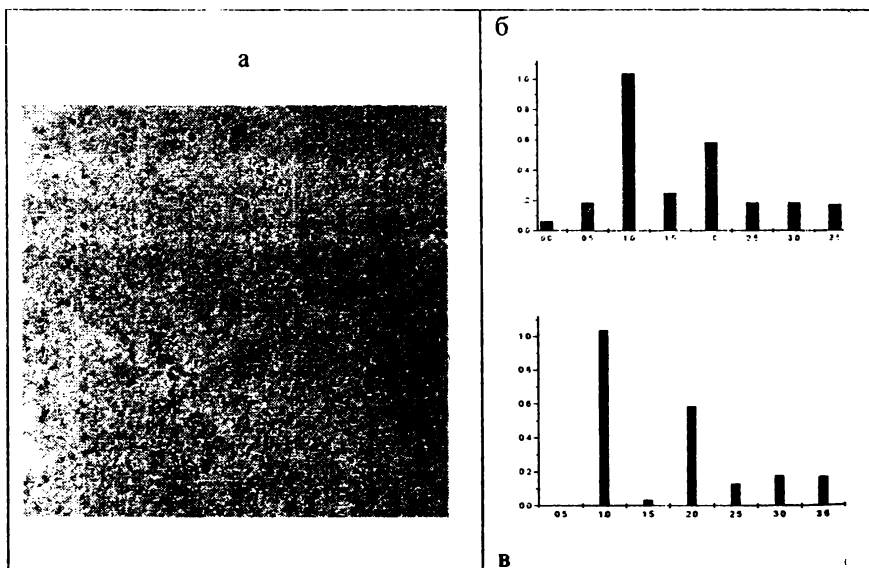


Рис.5. Вид поверхности образца из сплава Э110 после травления.

а - Светлопольное изображение структуры, 200 \times , б - Гистограмма видимых параметров, в - Гистограмма истинных размеров

Результаты обсчета частиц второй фазы представлены в таблицах 4 и 5.

Таблица 4

Видимые параметры структуры

Название сплава	Плотность ($1/\text{см}^2$)	$D_{\text{ср}}$ (мкм)	$D_{\text{ср}^2}$ (мкм)	$D_{\text{ср}}$ (мкм)
Zr1Nb	$4.550 \cdot 10^6$	1.815	1.957	1.530
Э-110	$4.225 \cdot 10^6$	1.947	2.133	1.297

Истинные параметры структуры

Название сплава	Концентрация ($1/\text{см}^3$)	Объемная доля	$D_{\text{ср}}$ (мкм)
Zr1Nb	$1.893 \cdot 10^{10}$	$1.368 \cdot 10^{-1}$	2.403
Э-110	$6.015 \cdot 10^9$	$4.379 \cdot 10^{-2}$	2.037

Обсуждение. При выполнении данной исследовательской работы была поставлена задача изучить структуру в сплавах, полученных различными металлургическими методами и с различным содержанием кислорода. В работе использовали образцы трубок из экспериментального сплава Zr1%Nb и штатного сплава Э-110.

На основании проведенных материаловедческих исследований, с использованием комплекса компьютерных программ, был проведен сравнительный анализ структуры сплава Э-110 и Zr1%Nb, который показал и сходство, и различие элементов структуры обоих сплавов. Сходство заключается в величинах размеров зерен, которые находятся в диапазоне 5-10 мкм и в наличии мелких включений (или выделений). Размеры включений в обоих типах сплавов составляли в основном менее 0,1-1,5 мкм, но встречались и включения с размером 2-3 мкм, а также некоторые дефекты более крупных размеров.

В целом проведенное исследование структуры показало, что дальнейшее её изучение необходимо продолжить, чтобы изучить все различия в характеристиках кальциетермического сплава Zr1%Nb и электролитического сплава Э-110.

Выводы. Проведенные металлографические исследования структуры циркониевых сплавов позволили установить такие их особенности:

микроструктура образцов отожженного сплава Э-110 представлена равноосными рекристаллизованными зёрнами со средним размером от 3 до 12 мкм (см. рис. 3). Микроструктура образцов отожженного сплава Zr1%Nb подобна структуре сплава Э-110. Для неё характерны равноосные рекристаллизованные зёрна размером 5-10 мкм (см. рис. 2).

в обоих сплавах наглядно представлено (см. рис. 4, 5) присутствие включений белого цвета округлой формы не более 0.5 – 1 мкм. Также наблюдается система “черных пикселей”, их концентрация на образцах разных сплавов значительно различается. Полагаем, что “черные пиксели” представляют собой фрагменты альфа фазы иной травимости. Их характерный размер 0.5-3 мкм.

Список литературы: 1.В.А.Цыканов, Е.Ф. Давыдов. Радиационная стойкость тепловыделяющих элементов ядерных реакторов. Москва, Атомиздат, 1977. 2. Н.М. Бессоровайный, Ю.С. Беломытцев и др. Конструкционные материалы ядерных реакторов. Часть 1. Москва, Атомиздат, 1972. 3. А.В.Бобылёв. Механические и технологические свойства металлов: Справочник. М., Металлургия, 1987 4. Ганн В.В. Черняева Т.П. Стукалов А.И. и др. Компьютерная программа обработки снимков микроструктуры материалов, предлагаемая для использования при оценке качества изделий по количеству второй фазы // ВАИГ Труды конференции по проблеме циркония и гафния в атомной энергетике. Алушта. 14-19 июня 1999. Харьков, 1999. С.100. 5. Козицкий Д.В. Новиков В.У. Иванова В.С. Компьютерная методика мультифракционного анализа структуры материалов. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов.1998. Т.64. №11 С.33-36. 6. Кадушников Р.М., Каменин И.Г., Алневский В.М. 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. 7.Н.А.Богомолова. Практическая металлография. М.1982. 272 с. 8. И.М.Неклюдов, В.М.Ажажа, В.Н.Воеводин и др. Исследование микроструктуры твэльных труб из кальциетермического сплава Zr1%Nb (КТЦ-110) // Вопросы атомной науки и техники Серия: «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение». 2002. №6 (82). с.106-111

Поступила в редколлегию 15.04.04