



ОТКРЫТАЯ НАУКА
издательство

Международный журнал информационных технологий и энергоэффективности

Сайт журнала:

<http://www.openaccessscience.ru/index.php/ijcse/>



УДК 669.296

ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ ЦИРКОНИЯ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ОБРАБОТКИ

Го Кэнань

Цзилинский университет, Чанчунь, Китай (130012, КНР, провинция Цзилин, Чанчунь, ул. Цяньцзинь, район Чаоян, 2699) e-mail: guokenan10@gmail.com

В работе исследуются вопросы подготовки образцов методом мокрого фрезерования, нанесения покрытий магнетронным напылением, определения структурных характеристик циркониевых сплавов и измерение нанотвердости для целей дальнейшего улучшения различных свойств материалов оболочек ядерных реакторов.

Ключевые слова: Циркониевые сплавы, нанотвердость, рентгеноструктурный анализ, металлографический анализ, мокрое шлифование.

STUDYING THE STRUCTURE OF ZIRCONIUM DEPENDING ON PROCESSING

Guo Henan

Jilin University, Changchun, China (130012, China, Jilin Province, Changchun, Qianjin Street, Chaoyang District, 2699) e-mail: guokenan10@gmail.com

The paper examines the issues of sample preparation by wet milling, magnetron sputtering coating, determination of structural characteristics of zirconium alloys and measurement of nanohardness for further improvement of various properties of nuclear reactor shell materials.

Keywords: Zirconium alloys, nanohardness, X-ray diffraction analysis, metallographic analysis, wet grinding.

Ядерная энергия - это высокоэффективный вид энергии, плотность которой более чем в несколько сотен раз превышает плотность энергии ископаемых. Атомная энергетика - одна из ключевых основ энергоснабжения и обеспечения национальной безопасности. Доля атомной энергетика в общем объеме мирового производства электроэнергии составляет 10,4 процента, и по состоянию на март 2019 года в 30 странах мира эксплуатируется 449 коммерческих ядерных энергетических реакторов общей установленной мощностью 396 ГВт, а в стадии строительства находится 55 ядерных энергоблоков, установленная мощность которых составляет 57 ГВт.[1,2] Ожидается, что по мере развития технологий ядерная энергия выйдет за рамки своей роли простого поставщика электроэнергии и будет использоваться в различных сферах, включая производство ядерного водорода, высокотемпературного технологического тепла, ядерного отопления и опреснения.[3]

Циркониевые сплавы обладают превосходным сочетанием свойств, при этом сечение поглощения тепловых нейтронов составляет всего $0,18 \times 10^{-28} m^2$. Циркониевые сплавы Zircaloy-2, Zircaloy-4 и Zr-1Nb имеют сечение поглощения тепловых нейтронов всего $(0,20 - 0,24) \times 10^{-28} m^2$. Они обладают хорошей коррозионной стойкостью к высокотемпературной воде и пару под высоким давлением при температуре $300^\circ C \sim 400^\circ C$, а

также хорошей стойкостью к нейтронному облучению внутри сваи. Кроме того, циркониевый сплав обладает такими преимуществами, как малый коэффициент теплового расширения, высокая теплопроводность, хорошая совместимость с ядерным топливом и легкость холодной обработки. Поэтому циркониевые сплавы широко используются в качестве материалов для корпусов ядерных реакторов.

В ядерных реакторах тепловыделяющая оболочка, являясь первым защитным барьером, не только заполняет активную зону ядерного топлива, но и поддерживает структурную целостность всей оболочки при передаче тепла для предотвращения утечки продуктов деления в ходе ядерной реакции, поэтому работоспособность тепловыделяющей оболочки напрямую влияет на безопасность эксплуатации ядерных реакторов.

Соответствующие исследования показали, что модификация поверхности оболочечных материалов из циркониевого сплава с помощью технологии напыления может значительно улучшить их характеристики безопасности при аварийном разрушении, метод напыления не требует изменения существующей ядерной системы, а используемая технология обработки оболочечных труб из циркониевого сплава становится все более совершенной, что имеет такие преимущества, как экономическая простота, короткий цикл исследований и разработок, легкость применения и т.д.

Исследованию подвергались пластинчатые образцы из сплава Э110 в различном состоянии. Образцы были облучены ионами на циклотроне тяжелых ионов ДЦ-60 до дозы 3 сна.

Образцы для исследований отрезали на станке «Accutom 5» (Рисунок 1а) фирмы «Struers» алмазным отрезным диском толщиной 0,5 мм и запрессовывали методом холодной заливки с применением эпоксидной смолы Specifix-40.



а

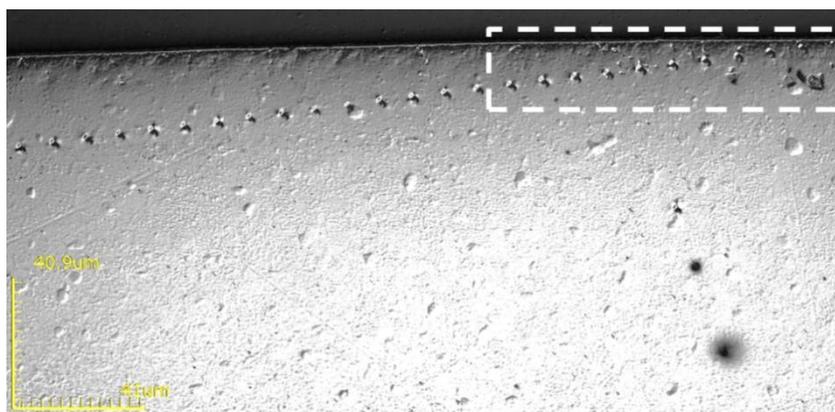


б

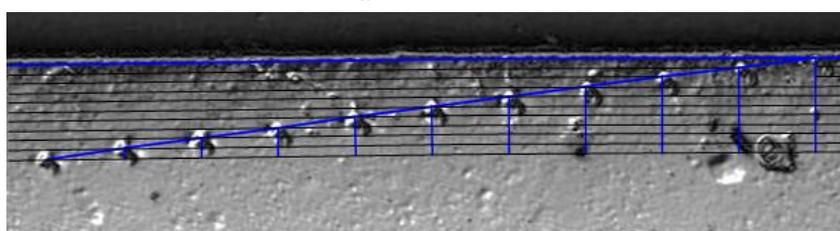
Рисунок 1 – Внешний вид прецизионного отрезного станка Accutom 5 (а) и шлифовально–полировального станка Tegra System

Исследование нанотвердости проводилось с использованием системы наноиндентирования Agilent G200 и лазерного конфокального микроскопа Olympus Lext OLS3000. Суть метода заключается в определении характеристик твердости при наноиндентировании на участках вблизи наружной поверхности с последующим построением зависимости твердость - удаленность от поверхности. Нагрузка при наноиндентировании была выбрана исходя из требуемой толщины отпечатка и составила (0,5-1) gf.

На Рисунке 2а представлено типичное изображение поверхности образца проведения одной серии испытаний, на рисунке 2б участок этого же образца в сопоставлении с расчетными координатами для индентирования.



а



б

Рисунок 2 – Внешний вид поверхности образца после испытания по определению нагартованного слоя (а) и сопоставление расположения полученных отпечатков с расчетными координатами (б)

Точное расстояние полученных отпечатков от наружной поверхности образца определялось в программном обеспечении лазерного конфокального микроскопа Olympus Lext OLS3000 при увеличении $\times 2000$. Таким образом, проведение нескольких серий измерений позволяет с высокой точностью определять зависимость величины нанотвердости от расстояния от наружной поверхности.

Оценка структуры металлографическим и рентгеновским анализом и анализ механических свойств покрытия путем измерения нанотвердости сплава E110 с хромовым покрытием.

Например, четыре вещества, Zr-Nb, Zr-1%Nb+Cr, Zr-исх (обл.) и Zr+H (обл.), были проанализированы, и были получены следующие Рисунки 3-6.

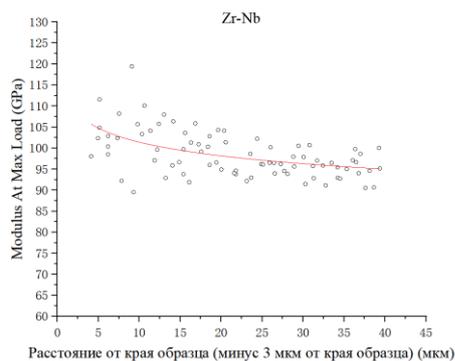


Рисунок 3- Максимальная нагрузка Zr-Nb в зависимости от расстояния от края образца

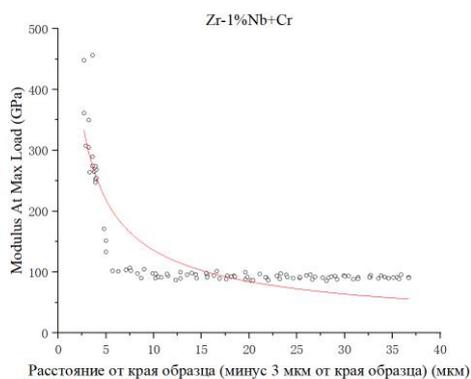


Рисунок 4-Максимальная нагрузка Zr-1%Nb+Cr в зависимости от расстояния от края образца

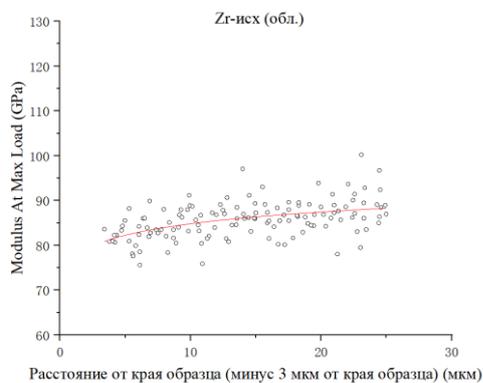


Рисунок 5-Максимальная нагрузка Zr-исх (обл.) в зависимости от расстояния от края образца

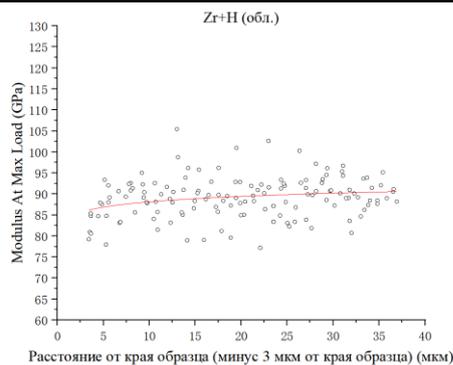


Рисунок 6-Максимальная нагрузка Zr-1%Nb+Cr (обл.) в зависимости от расстояния от края образца.

Во-первых, чтобы выяснить, разрушает ли процесс хромирования собственные свойства сплава e110 и образуются ли новые соединения, мы провели XRD-анализ сплавов Zr-1%Nb и Zr-1%Nb-Cr, соответственно, и получили Рисунок 7.

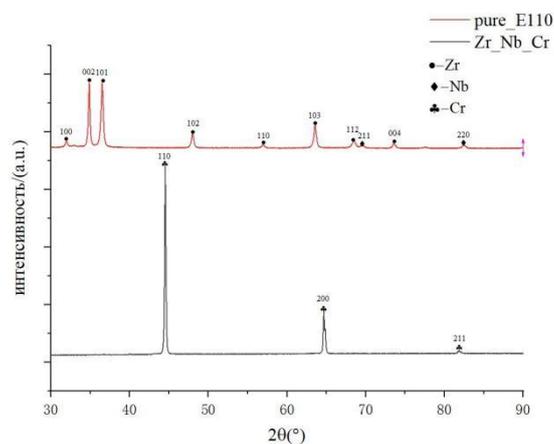


Рисунок. 7 - Сравнение дифрактограмм рентгеновских лучей Zr-Nb и Zr-Nb-Cr.

Таблица 1 – Результаты рентгеноструктурного анализа системы Zr1%Nb

Sample	Phase	Phase content, vol. %	Lattice parameters	Crystallite size according to CSR, nm	Microvoltage, $\Delta d/d \cdot 10^{-3}$
Zr1%Nb	Zr	100	a: 3,2357 c: 5,1465	42	1,9
Zr1%Nb-Cr	Cr	100	a: 2,8869	54	0,4

По результатам РСА и данным, приведенным в Таблице 1, видно, что хромовое покрытие нанесено равномерно, и дополнительных фаз оксида хрома и оксида циркония не образуется.

Рентгеноструктурный анализ образца (Zr-Nb_исходный и Zr-Nb+Cr_исходный) проведён и получено изображение XRD. Добавление Cr изменяет положение пиков на изображении, поэтому хромовое покрытие может изменить способность циркониевого сплава рассеивать рентгеновские лучи.

При nanoindentировании твердость сплавов Zr-Nb медленно уменьшается с увеличением расстояния от края образца, а твердость сплавов Zr-Nb+Cr резко уменьшается с увеличением расстояния до 5 мкм от края образца, а затем медленно уменьшается, когда расстояние превышает 5 мкм. Твердость сплавов Zr-исх (обл.) и Zr-1%Nb+Cr (обл.) медленно увеличивается с увеличением расстояния от края образца.

Список литературы

1. МЭА. Статистика электроэнергетики.[2019-04-03].
2. МАГАТЭ. База данных по ядерным энергетическим реакторам.[2019-04-02].
3. МАГАТЭ. Неэлектрические области применения ядерной энергии: опреснение морской воды, производство водорода и другие промышленные применения. Oarai: МАГАТЭ, 2007.
4. 李佩志. 我国锆合金的研究现状 //稀有金属材料与工程. – 1993. – Т. 22. – №. 4. – С. 7-16.
5. 王旭峰 и др. 锆合金在核工业中的应用及研究进展 //热加工工艺. – 2012. – Т. 41. – №. 2. – С. 71-74.
6. Яманака С., Мияке М., Кацура М. Исследование растворимости водорода в циркониевых сплавах //Журнал ядерных материалов. – 1997. – Т. 247. – С. 315-321.
7. Уэплинг Д., Массих А. Р., Штоле П. Модель охрупчивания, вызванного гидридами, в сплавах на основе циркония //Журнал ядерных материалов. – 1997. – Т. 249. – №. 2-3. – С. 231-238.
8. Эклэнд Г. Дж. Охрупчивание и бистабильная кристаллическая структура гидрида циркония //Physical review letters. – 1998. – Т. 80. – №. 10. – С. 2233.
9. Вариас А. Г., Массих А. Р. Моделирование водородного охрупчивания циркониевых сплавов при напряжении и температурных градиентах //Журнал ядерных материалов. – 2000. – Т. 279. – №. 2-3. – С. 273-285.
10. Чжан Ю. и др. Путь образования гомогенного гидрида в α -Zr: моделирование молекулярной динамики с оптимизированным по заряду многочастичным потенциалом //Acta Materialia. – 2016. – Т. 111. – С. 357-365.

References

1. IEA. Electricity Statistics.[2019-04-03].
2. IAEA. The database on nuclear power reactors.[2019-04-02].
3. IAEA. Non-electric applications of nuclear power: Seawater desalination, hydrogen production and other industrial applications. Oarai: IAEA, 2007.
4. 李佩志. 我国锆合金的研究现状 //稀有金属材料与工程. – 1993. – Т. 22. – №. 4. – С. 7-16.
5. 王旭峰 et al. 锆合金在核工业中的应用及研究进展 //热加工工艺. – 2012. – Т. 41. – №. 2. – pp. 71-74.
6. Yamanaka S., Miyake M., Katsura M. Study on the hydrogen solubility in zirconium alloys

- //Journal of Nuclear Materials. – 1997. – Т. 247. – pp. 315-321.
7. Wäppling D., Massih A. R., Stähle P. A model for hydride-induced embrittlement in zirconium-based alloys //Journal of nuclear materials. – 1997. – Т. 249. – №. 2-3. – pp. 231-238.
 8. Ackland G. J. Embrittlement and the bistable crystal structure of zirconium hydride //Physical review letters. – 1998. – Т. 80. – №. 10. – pp. 2233.
 9. Varias A. G., Massih A. R. Simulation of hydrogen embrittlement in zirconium alloys under stress and temperature gradients //Journal of Nuclear Materials. – 2000. – Т. 279. – №. 2-3. – pp. 273-285.
 10. Zhang Y. et al. Homogeneous hydride formation path in α -Zr: Molecular dynamics simulations with the charge-optimized many-body potential //Acta Materialia. – 2016. – Т. 111. – pp. 357-365.
-