ОЦЕНКА ПРОЧНОСТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛА СПЛАВА ЦИРКОНИЯ Э125 В ЗОНЕ ЛОКАЛЬНОГО ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

Сапатаев Е.Е., Кожахметов Е.А., Даулетханов Е.Д.

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

dauletkhanov@nnc.kz

В работе приведены результаты механических испытаний по определению изменений прочностных характеристик материала циркониевого сплава Э125 после локального термического воздействия. Определены зависимости прочностных характеристик материала сплава Э125 от твердости. Определены максимальные и минимальные значения прочности в зонах оплавления и термического воздействия. Выполнена оценка изменения геометрических параметров и твердости пятна термического воздействия от режимов дугового воздействия и условий последующего охлаждения.

Ключевые слова: термические испытания, испытания на растяжение, твердость, прочность.

Введение

Особое место в ядерной энергетике и ядерной промышленности занимает проблема создания и модернизации конструкционных материалов с оптимальной микроструктурой и высокими эксплуатационными свойствами [1]. Циркониевые сплавы широко используются в качестве конструкционных материалов изделий активных зон (АЗ) ядерных энергетических установок (ЯЭУ), которые эксплуатируются в жестких условиях воздействия облучения, высоких температур, тепловых и механических нагрузок, теплоносителя и других неблагоприятных факторов [2]. Стойкость к этим воздействиям в значительной степени определяет работоспособность активной зоны в целом.

Параметры эксплуатации компонентов активных зон ядерных реакторов регламентированы в соответствующих паспортах изделий. Вместе с тем продолжается поиск технологических и конструкторских решений по оптимизации параметров работы и повышению безопасности и экономичности энергетических и исследовательских реакторов. В частности, предусматривается существенно увеличить время эксплуатации и выгорание топлива в тепловыделяющих сборках (TBC) при обеспечении безопасности работы эксплуатируемых ядерных реакторов в целом. Создание экономичных и безопасных ядерных реакторов, а также модернизация действующих ЯЭУ во многом зависят от выявляемых резервов работоспособности циркониевых сплавов, используемых в конструктивных элементах АЗ. Для определения этих резервов необходимо знать свойства изделий из циркониевых сплавов при различных условиях, имитирующих или моделирующих режимы эксплуатации действующих и усовершенствованных активных зон ЯЭУ, главным образом экстремальных температурных воздействиях при аварии с потерей теплоносителя. Авария приводит к нагреву до температур 900-1200°С и окислению, что после последующего резкого охлаждения приводит к охрупчиванию [3-5]. Получение таких сведений о циркониевых материалах при температурно-силовых воздействиях может не только повлиять на изменение регламентированных режимов работы изделий в ЯЭУ, но и в совокупности с другими аспектами реакторостроения инициировать работы по оптимизации технологии производства и конструирования АЗ [6–7]. По этой причине изучение эксплуатационных свойств этих сплавов при воздействии агрессивных сред и высоких температур, а также проблема предотвращения разрушения оболочек тепловыделяющих элементов (ТВЭЛ) при условиях аварии с потерей теплоносителя является важнейшей задачей материаловедения в области циркониевых сплавов для атомной энергетики.

Объект и методика исследования

Объектом исследования являются фрагменты листового материала сплава циркония марки Э125. Для термического испытания были подготовлены образцы размерами 50×24×2 мм в количестве 6 шт. С целью идентификации на каждый образец была нанесена маркировка гравированием с указанием номера серий и порядкового номера. Максимальное отклонение фактических геометрических размеров от заданного не превышает 3%.

Термические испытания образцов циркониевого сплава Э125 осуществлялось с помощью аппарата для аргонодуговой сварки. Суть термических испытаний образцов заключалась в локальном скоростном нагреве до плавления в течение 1÷2 с и охлаждение в различной среде (воздух, аргон и вода). Параметры термических испытаний приведены в таблице 1.

Определение высоты профиля в зоне оплавления проводилось с использованием контактного профилометра *Mitutoyo SJ-410* в режиме безопорного измерения.

Определение микротвердости по Виккерсу проводилось на автоматическом твердомере Q10A+(*Qness*) при нагрузке на индентор 9,8 Н. Микротвердость определялась по ширине участка термического воздействия на обратной стороне образца. Количество измеряемых отпечатков на каждом образце составляло более 15 шт.

Таблица 1. Параметры термического испытания образцов сплава Э125

№ образца	Сила тока, А	Время контакта, с	Среда остывания
3.1	200	1	воздух
3.2	200	1	аргон
3.3	300	1	аргон
3.4	300	2	аргон
3.5	300	2	вода
3.6	300	1	вода

Для испытания на растяжение были подготовлены испытательные образцы в виде полосы номинальным размером (Д×Ш×Т) 50×5×1,5 мм, и отобраны так, чтобы зона оплавления была расположена посередине их рабочей части. С целью формирования равномерного распределения напряжений в образце при растяжении было произведено его утонение шлифовкой с лицевой и обратной сторон на основе данных по профилю высоты. Разделку образца выполняли на электроискровом станке типа 4531 без деформации и нагрева.

Для определения прочностных характеристик были проведены механические испытания при комнатной температуре на универсальной испытательной машине Tinius Olsen 50ST. Расчет прочностных и пластических характеристик осуществлялся в программной среде Horizon согласно ГОСТ 1497-84 «Металлы. Методы испытани на растяжение»[8]. Испытание проводилось при постоянной скорости перемещения активного захвата 5 мм/мин.

Предел прочности при растяжении (орастяж.) рассчитывали по формуле:

$$\sigma_{\text{растяж}_{i}} = \frac{P_i}{S}, \qquad (1)$$

где P_i – разрушающая нагрузка на образец, кH; S – номинальная площадь поперечного сечения, мм².

Площадь поперечного сечения вычисляли по формуле:

$$S = b \times h \,, \tag{2}$$

где *b* – ширина образца, м; *h* – толщина образца, м.

По результатам серий испытаний определяется погрешность величины предела прочности (доверительный интервал) по следующей формуле:

$$\overline{\Delta\sigma_{\text{pactsw.}}} = t_{\alpha n} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(\overline{\sigma_{\text{pactsw.}}} - \sigma_{\text{pactsw.}i}\right)^{2}}{n(n-1)}}, \quad (3)$$

где, n – число измерений; t_{аn} – коэффициент Стьюдента (α=0,95).

Результаты и обсуждение

Фотография поверхности образцов и линейные размеры участка термического воздействия представлены на рисунке 1 и в таблице 2.



ЛИЦЕВАЯ СТОРОНА

Рисунок 1. Фотография внешнего вида образцов после термических испытаний

	Лицевая сторона		Обратная сторона		
№ образца	диаметр ширина зон оплавленного термическо участка, мм влияния, м		диаметр оплавленного участка, мм	ширина зоны термического влияния, мм	
3.1	7,6	18,8	4,3	19,7	
3.2	6,9	15,0	-	15,5	
3.3	7,7	15,9	2,0	16,2	
3.4	8,4	18,6	3,5	19,6	
3.5	9,5	20,1	4,7	20,2	
3.6	7,3	15,7	2,9	15,1	

Таблица 2. Геометрические параметры пятна термического воздействия

Участок термического воздействия состоит из зоны оплавления и зоны термического влияния. Со стороны аргонодугового воздействия (лицевая сторона) в центре зоне оплавления образуется кратер, а по периферии выступ из вытесненного расплавленного материала. На обратной стороне образца также формируется зона оплавления меньшего размера в основном виде выступа.

К зоне термического влияния относится участок металла, не подвергшийся расплавлению, структура и свойства которого изменились в результате нагрева. На поверхности металла в зоне термического влияния формируются цвета побежалости.

Увеличение силы тока и длительности контакта дуги с поверхностью образцов приводит к увеличению линейных размеров оплавленного участка и зоны термического влияния.

Распределение высоты профиля в зоне оплавления на лицевой и обратной сторонах образцов представлены на рисунке 2. Как видно из рисунков, с изменением параметров термического испытания изменяется размеры повреждаемых участков. С увеличением силы тока и время контакта, в центре зоне оплавления образуется кратера большей глубиной и диаметром.

На рисунке 3 представлены результаты определение твердости по ширине пятна термического воздействия.

Не зависимо от параметров термического воздействия на всех образцах наблюдается заметное повышение твердости в переходной зоне между зоной оплавления и основным металлом. В образцах (3.4, 3.5), испытанных при повышенной силе тока дуги (I=300 A) наблюдается заметное повышение твердости в переходной зоне между зоной оплавления и основным металлом, в зоне оплавления снижение твердости.

Характер распределения твердости коррелирует с линейными параметрами пятна термического воздействия. Охлаждение в воде после термического воздействия способствует повышению максимального значения твердости на 5–10% по сравнению с охлаждением в потоке аргона.





Рисунок 2. Распределение высоты профиля в зоне оплавления на лицевой (а) и обратной (б) сторонах образцов

Образец (3.1), охлажденный в воздухе после термического воздействия, по сравнению с образцами, охлажденными в воде и потоке аргона, имеет заниженное значение твердости в зоне термического влияния, а в зоне оплавления – повышенное значение (рисунок 3).

На рисунке 4 и в таблице 3 представлены результаты механических испытаний на растяжение образцов сплава Э125 в исходном и после термических воздействии. Во всех образцах после термического воздействия разрушение происходит на границе зоны термического воздействия с основным металлом. А пятно термического воздействия практически не деформируется, что подтверждает его высокие прочностные характеристики (рисунок 5). Предел прочности образцов практически не изменяется. Лишь относительное удлинение уменьшается на 10–17% по сравнению с исходным материалом.



б)

Рисунок 3. Распределение твердости по ширине пятна термического воздействия

Таблица 3. Механические свойства материала сплав	3a
Э125 до и после термических испытаний	

Усл. название образцов	Предел прочности (σ₅), МПа	Предел текучести (σ₀,₂), МПа	Отн. удлинение (б₅), отн.ед.
Э125_исходный	631	555	0,284
3.1	649	585	0,253
3.2	639	578	0,248
3.3	653	595	0,240
3.4	634	566	0,257
3.5	628	564	0,241
3.6	632	562	0,236

Так как все образцы при механических испытаниях разрушаются на границах зоны термического влияния с основным материалом, не предоставляется возможным определить прочностные характеристики в зонах оплавления и термического влияния. Поэтому дополнительно были проведены термические испытания в интервале температур от 600 °C до 1100 °C для определения зависимости прочностных характеристик от твердости.

Из фрагментов листового материала сплава Э125 были изготовлены плоские образцы (тип II по

ГОСТ 11701-84) для испытания на растяжение с расчетной длиной 25 мм. Разделка фрагментов осуществлялась на ленточнопильном и электроискровом станках.



Рисунок 4. Диаграмма растяжения материала сплава Э125 после термического воздействия



Рисунок 5. Фотография внешнего вида испытательных образцов до и после разрушения

Суть термических испытаний образцов заключалась в быстром нагреве, выдержке при заданной температуре в течение 10 минут (от 600 °C до 1100 °C с шагом 100 °C) и охлаждении в воде.

Нагрев и выдержку осуществляли в камере муфельной электропечи СНОЛ 8,2/1100, предварительно нагретой до требуемой температуры. После изотермической выдержки в течение 10 мин. выполнялось охлаждение в воде.

После термических испытаний были определены прочностные характеристики и твердость образцов циркониевого сплава Э125.

Определение твердости после термических воздействии в диапазоне температур от 600 °С до 1100 °С осуществлялось на автоматическом твердомере *Qness Q60A*+ по методу Бринелля при нагрузке на индентор 300 Н. В результате термообработки при температуре 600 °С наблюдается резкое снижение твердости по сравнению с исходным (без термического испытания) состоянием. Дальнейшее увеличение температуры испытания приводит к заметному увеличению твердости (рисунок 6).



Испытание на растяжение проводилось при постоянной скорости перемещения активного захвата 5 мм/мин. На рисунке 7 представлена условная диаграмма растяжения в исходном состояний и после термических воздействии при различных температурах.

В исходном состояний материал листового проката сплава Э125 имеет значительную прочность и низкую пластичность (см. таблицу 4).

В результате нагрева и быстрого охлаждения при температуре 600 °С наблюдается резкое снижение прочности и повышение пластичности по сравнению с исходным (без термического испытания) состоянием. Дальнейшее увеличение температуры испытания до 900 °C приводит к заметному упрочнению и охрупчиванию материала сплава Э125. В интервале температур испытания от 900 °C до 1100 °C в материале сплава практически сохраняются прочностные и пластические характеристики (рисунок 8).



Рисунок 7. Условная диаграмма растяжения материала сплава Э125 после термического воздействия

В результате анализа данных по прочностным характеристикам и твердости сплава Э125 после термообработки в интервале температуры от 600 °C до 1100 °C выявлено хорошее корреляционное соотношение (рисунок 9) между твердостью (HV) и пределом текучести (σ_{τ}) с коэффициентом детерминации $R^2 \approx 0.82$:

$$\sigma_{0,2} = 1,7551 \cdot HV + 9,784 , \qquad (4)$$

Также существует линейная зависимость (5) между твердостью и пределом прочностью ($\sigma_{\rm B}$) в узком интервале твердости 220÷290 HV:

$$\sigma_{\rm B} = 4,5972 \cdot HV - 547,56. \tag{5}$$

При «экстремальных» условиях термического воздействия (образец № 3.5) максимальная твердость в зоне термического влияния достигает 417 HV1, а применяя вышеприведенное соотношение (4) предел текучести может составить 742 МПа. При этом, минимальное значение твердости 224 HV1 зафиксировано в зоне оплавления образца № 3.6, где прочностные характеристики соответствуют $\sigma_{0,2}$ =403 МПа и σ_{B} = 517 МПа.

Таблица 4. Механические свойства материала сплава Э125 до и после термических испы	паний
--	-------

Усл. название образцов	Температура испытания, ⁰С	Предел прочности (σ₅), МПа	Предел текучести (σ₀,₀₅), МПа	Отн. удлинение (δ₅), %	Отн. сужение (ψ), %
Э125_исходный	до испытания	654	424	15,7	28
Э125-3	600	425	411	41,1	62
Э125-4	700	498	436	32	51
Э125-5	800	613	399	3,8	28
Э125-6	900	789	553	2,4	9
Э125-7	1000	755	554	1,6	5
Э125-8	1100	744	639	1,3	0



Рисунок 8. Зависимости изменения механических свойств от температуры термического испытания



Рисунок 9. Соотношение между твердостью и пределом текучести сплава циркония Э125 в термообработанном состоянии

Также, применяя вышеприведенную формулу (5), были определены прочностные характеристики по

характерным зонам после термического воздействия (рисунок 10). Как видно из рисунка, прочность оплавленной зоны по сравнению зоной термического влияния имеет пониженное значение. Зона термического влияния обладает более высокими прочностными характеристиками, так как при нагреве и охлаждении на этом участке образуется мелкозернистая структура.



Рисунок 10. Изменения прочности по характерным зонам термического воздействия

Заключение

В результате определения прочностных характеристик циркониевого сплава Э125 после термического воздействия при различных режимах можно сделать следующие выводы:

 Обнаружено, что после локального термического воздействия при различных параметрах испытаний формируется зона оплавления и зоны термического воздействия.

– Независимо от параметров термического воздействия на всех образцах наблюдается заметное повышение твердости в переходной зоне, между зоной оплавления и основным металлом, тогда как в зоне оплавления зафиксировано снижение твердости по сравнению с твердостью основного материала.

 Установлена линейная зависимость прочностных характеристик основного материала от числа твердости.

 В результате установленной зависимости прочностных характеристик от твердости, были определены прочностные характеристики по характерным зонам термического воздействия.

Литература

- 1. Булынко Д.Ю. Механические свойства и деформационное поведение циркониевых сплавов ZR-1Nb и ZR-2,5Nb в ультрамелкозернистом состоянии // Научное сообщество студентов XXI столетия. Технические науки: эл. сб. ст. по мат. XXVII междунар. студ. науч.-практ. конф. № 12(26). URL: http://sibac.info/archive/technic/12(26).pdf (дата обращения: 27.03.2020).
- Займовский, А.С. Циркониевые сплавы в атомной энергетике / А.С. Займовский, А.В. Никулина, Н.Г. Решетников // М.: Энергоиздат. – 1981.
- Mardon, J.P. Influence of Composition and Fabrication Process on Out-of-Pile Properties of M5 Alloy / J.P. Mardon, D. Charquet and J. Senevat // Zirconium in the Nuclear Industry: 12th Int. Symp. ASTM STP 1354. – 2000. – P. 505–524.
- Влияние импульсного лазерного облучения на структуру поверхностных слоев циркониевых сплавов / [Кириченко В. Г., Кирдин А. И., Коваленко Т. А., Остапов А. В.] // Вісник Харківського національного університету. Сер. фізична «Ядра, частинки, поля». – 2007. – No 777. – Вип. 2/34/. – С. 41–50
- Shcherbakov E.N., Averin S.A., Sinelnikov L.P., Kozlov A.V., Asiptsov O.I., Shikhalev V.S., Panchenko V.L., Tsygvintsev V.A. Experimental Studies of Э-125 Alloy Physical Properties After Long-Term Use in RBMK // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы // № 1 (68–69), 2007 С. 322–334
- 5. Foster, J.P. ZIRLOTM. Cladding Improvement / J.P. Foster, K. Yueh and R.J. Comstock // Zirconium in the Nuclear Industry: 15th Int. Symp. ASTM STP 1505. 2009. P. 457 469 (Journal of ASTM International, Vol. 5, No. 7, paper ID JAI101188)
- Kobylyansky, G.P. Irradiation-Induced Growth and Microstructure of Recrystallized, Cold Worked and Quenched Zircaloy-2, NSF, and E635 Alloys / G.P. Kobylyansky, A.E. Novoselov, Z.E. Ostrovsky et al. // Zirconium in the Nuclear Industry: 15th Int. Symp. ASTM STP 1505. -2009. - P. 564-582 (Journal of ASTM International. Vol. 5, No. 4, Paper ID JAI101115).
- 7. ГОСТ 1497-84 «Металлы. Методы испытание на растяжение».// Юридическая фирма «Интернет и Право» URL: https://www.internet-law.ru/gosts/gost/4616/ (дата обращения: 2.04.2020).
- ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 Металлы и сплавы. Измерение твердости по Виккерсу. Часть 1. Метод измерения // АО Консорциум «Кодекс» URL: http://docs.cntd.ru/document/1200060184 (дата обращения: 2.04.2020).

ЖЕРГІЛІКТІ ТЕРМИЯЛЫҚ ӘСЕР АЙМАҒЫНДА Э125 ЦИРКОНИЙ ҚОРЫТПАСЫ МАТЕРИАЛЫНЫҢ БЕРІКТІЛІК ҚАСИЕТТЕРІН БАҒАЛАУ

Е.Е. Сапатаев, Е.А. Кожахметов, Е.Д. Даулетханов

ҚР ҰЯО РМК «Атом энергия институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

Бұл жұмыста жергілікті термиялық әсерден кейінгі Э125 цирконий қорытпасы материалының беріктілік қасиеттерінің өзгерісін анықтау бойынша механикалық сынақ нәтижелері келтірілген. Балқу және термиялық әсер аймақтарында беріктіліктің максималды және минималды мәндері анықталды. Э125 қорытпасы материалының беріктілік қасиеттерінің қаттылықтан тәуелділігі анықталды. Доға әсерінің режиміне және кейінгі суыту шарттарына байланысты термиялық әсер дағының қаттылығы және геометриялық параметрлерінің өзгерісін бағалау бойынша жұмыстар орындалды.

Түйінді сөздер: термиялық сынау, созу сынағы, қаттылық, беріктілік.

ESTIMATION OF STRENGTH CHARACTERISTICS OF THE ZIRCONIUM E125 ALLOY MATERIAL IN THE ZONE OF LOCAL THERMAL EXPOSURE

Ye.Ye. Sapatayev, Ye.A. Kozhakhmetov, Ye.D. Dauletkhanov

Branch "Institute of Atomic Energy" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

The paper presents the results of mechanical tests to determine changes in the strength characteristics of the material of zirconium alloy E125 after local thermal exposure. Dependences of the strength characteristics of the material of the E125 alloy on the hardness are determined. The maximum and minimum values of strength in the zones of reflow and heat exposure have been determined. An assessment of the change in the geometric parameters and the hardness of the heat-affected spot from the modes of arc action and the conditions of subsequent cooling is carried out. *Keywords:* thermal tests, tensile tests, hardness, strength.