

**ОЦЕНКА ТОЛЩИНЫ ГАЗОНАСЫЩЕННОГО СЛОЯ  
НА ПОВЕРХНОСТИ ГОРЯЧЕПРЕССОВАННЫХ ТРУБ  
ИЗ СПЛАВА Zr1Nb С ПОМОЩЬЮ КОЛИЧЕСТВЕННОГО  
МИКРОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА**

В. С. Вахрушева<sup>1</sup>, Г. Д. Сухомлин<sup>2</sup>, О. А. Коленкова<sup>1</sup>

*Научно-исследовательский трубный институт им. Я. Е. Осады  
(ГП «НИТИ») г. Днепропетровск<sup>1</sup>, ГВУЗ «ЛГАСиА»<sup>2</sup>*

**Введение**

В рамках создания в Украине национального ядерно-топливного цикла Научно-исследовательским трубным институтом (ГП «НИТИ») разработана новая ресурсосберегающая технология изготовления труб-оболочек тепловыделяющих элементов (ТВЭЛ) атомных реакторов из украинского сплава циркония с 1% ниобия – Zr1Nb. Эта технология предусматривает получение трубных заготовок под холодный передел путем однократного высокотемпературного прессования слитков малого диаметра с большими степенями деформации [1].

Сплавы на основе циркония обладают повышенной склонностью к газонасыщению при высоких температурах [2], что приводит к снижению уровня пластичности поверхностных слоев горячепрессованных труб. Для уменьшения времени пребывания сплава в высокотемпературной области в технологии предусмотрен скоростной индукционный нагрев слитков под прессование. Кроме того, на поверхность литых заготовок наносят слой защитного стеклопокрытия [3].

Газонасыщенный слой, образовавшийся на поверхности полученных труб в процессе нагрева и прессования, удаляют механической обработкой (обточкой и расточкой). Неполное удаление газонасыщенного слоя может привести к образованию дефектов в процессе холодной прокатки. С другой стороны, с увеличением толщины удаляемого слоя возрастает расходный коэффициент металла, поэтому для определения параметров механической обработки необходимо по возможности точно оценивать реальную глубину газонасыщения. Химический анализ и метод определения микротвердости в данном случае не эффективны.

Целью данной работы была оценка влияния температурно-временных и деформационных параметров прессования на структуру газонасыщенного слоя и уровень газонасыщения поверхности горячепрессованных труб, а также разработка способа оценки толщины газонасыщенного слоя на основе количественного микроструктурного анализа.

**Материал и методика исследований**

Исследовали горячепрессованные трубы, полученные прессованием слитков электронно-лучевого переплава после нагрева до различных температур в межкритическом интервале ( $\alpha+\beta$ ) и в  $\beta$ -области. Нагрев слитков под прессование проводили в вертикальном индукторе мощностью 250 кВт с частотой тока 2500 Гц. Прессование проводили на горизонтальном гидравлическом прессе с усилием 16 мН со скоростью 0,4 м/с. Варьировали время нагрева, время выдержки и коэффициент вытяжки ( $\mu$ ) при прессовании. В таблице 1 приведены параметры нагрева и прессования труб.

Таблица 1

Параметры нагрева и прессования при изготовлении горячепрессованных труб

№ маршрута	Температура нагрева, °С	Время нагрева $\tau$ , мин.	Время выдержки $\tau$ , мин.	Коэф-т вытяжки, $\mu$	Степень деформации $\varepsilon$ , %
1	900	~12	10	22,0	95,5
2	950	~15	–	13,6	92,6
3	1000	~17	10	13,6	92,6
4	1000	~17	10	6,7	85,1
5	1100	~17	10	13,3	92,5
6	1200	~20	–	21,6	95,4

Структуру горячепрессованных труб изучали качественным и количественным методами с помощью светового микроскопа "Неофот 21" и автоматического анализатора структуры "Эпиквант".

#### Результаты и их обсуждение

Увеличение концентрации кислорода в приповерхностных слоях заготовок из сплава Zr1Nb при нагреве приводит к смещению критических точек фазовых превращений в область более высоких температур [4]. Исследования микроструктуры показали, что после прессования в межкритическом интервале температур ( $\alpha+\beta$ ) и в  $\beta$ -области в поверхностных слоях горячепрессованных труб образуется структура, существенно отличная от структуры основного объема металла. Пример структурно-аномального слоя, образовавшегося у поверхности горячепрессованной трубы, полученной по маршруту 6, приведен на рисунке 1. Из рис. 1г видно, что основное тело трубы имеет однородную структуру мартенситного типа без выделений избыточного  $\alpha$ -циркония. В то же время у поверхности наблюдается слой со структурой, совершенно отличной от основного объема металла (рис. 1а). В свою очередь, этот слой не однородный, а состоит из трех слоев с различной структурой.

Наружный, максимально газонасыщенный слой (обозначен цифрой 1 на рис. 1а, б) представляет собой полностью перекристаллизованную  $\alpha$ -фазу циркония.

Во втором слое (обозначен цифрой 2 на рис. 1а, б) степень перекристаллизации составляет не более 10%. Этот слой состоит из небольших участков с перекристаллизованной структурой и расположенных между ними перекристаллизованных пластин  $\alpha$ -циркония, перемешанных в процессе деформации, в которых из-за значительного повышения концентрации кислорода перекристаллизация не прошла.

Третий слой, расположенный более глубоко (обозначен цифрой 3 на рис. 1а, в), имеет частично перекристаллизованную структуру. Степень перекристаллизации в этом слое по мере удаления от наружной поверхности составляет от 50 до 90%.

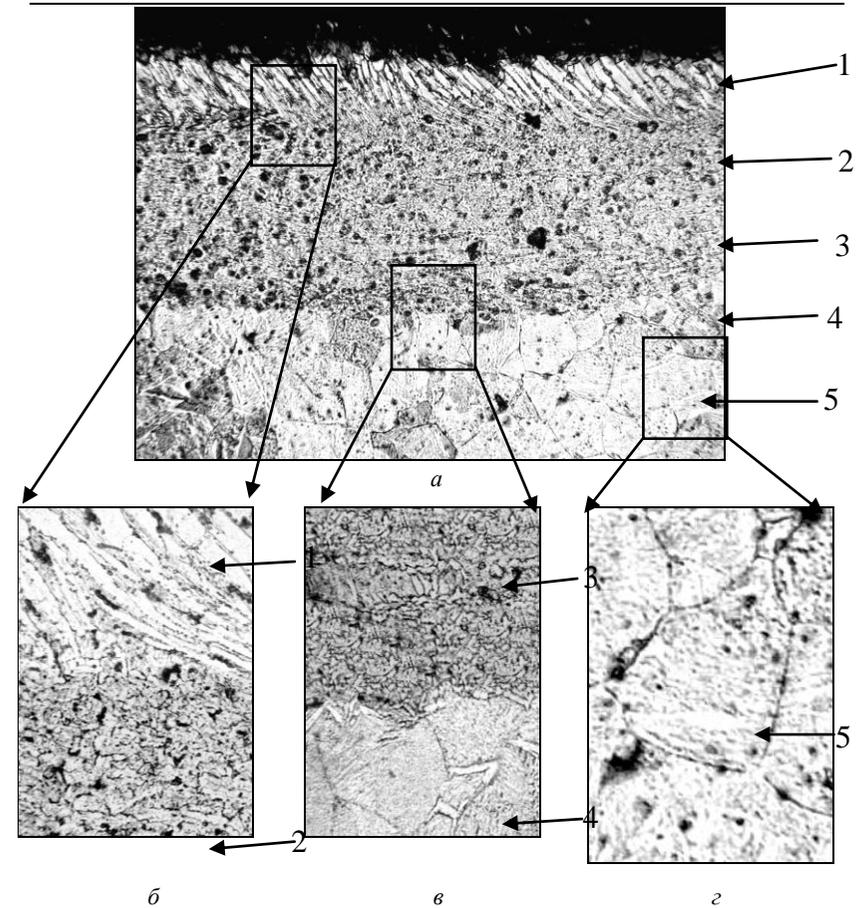


Рис. 1. Структурно-аномальный слой у наружной поверхности горячепрессованной трубы со структурой мартенситного типа:  
*a* – структурно-аномальный слой,  $\times 100$ ; *б* – верхняя граница слоя,  $\times 500$ ;  
*в* – нижняя граница слоя,  $\times 500$ ; *г* – основная структура трубы,  $\times 500$ .

Основной металл трубы, расположенный глубже структурно-аномального слоя (обозначен цифрой 5 на рис. 1*а, г*), имеет полностью перекристаллизованную структуру мартенситного типа. В то же время, в структуре слоя, расположенного непосредственно под структурно-аномальным, (обозначен цифрой 4 на рис. 1*а, в*) имеются некоторые отличия. В этом переходном слое, как и во всем основном объеме металла, полностью прошла перекристаллизация и в результате закалки образовалась структура мартенситного типа. Но по границам зерен бывшей  $\beta$ -фазы выделился избыточный  $\alpha$ -

цирконий. Это указывает на более раннюю активизацию процесса  $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения и является доказательством того, что в этом слое содержание кислорода несколько выше, чем в объемах металла, находящихся глубже. Количественная оценка показала, что толщина переходного слоя составляет от 20 до 30% от толщины структурно-аномального слоя.

Таким образом, изучение структуры поверхностных слоев горячепрессованных труб показало, что изменения, сопровождающие образование структурно-аномального слоя, отражают изменение концентрации кислорода по мере увеличения расстояния от наружной поверхности. Это позволяет методом световой микроскопии с помощью количественного микроструктурного анализа проводить оценку глубины газонасыщения поверхности, так как по толщине структурно-аномальных слоев можно с высокой степенью достоверности определить величину газонасыщенного слоя, образовавшегося на их поверхности.

На основе полученных данных разработана методика определения максимальной толщины газонасыщенного слоя в горячепрессованных трубах из сплава Zr1Nb. В соответствии с этой методикой непосредственно на шлифах, изготовленных из горячепрессованных труб, проводят измерение толщины (L) структурно-аномальных слоев, образовавшихся на наружной и внутренней поверхностях труб. Затем из полученных значений для каждого образца выбирают максимальные значения толщины структурно-аномального слоя ( $L_{max}$ ) для наружной и для внутренней поверхностей.

Расчетную толщину газонасыщенного слоя ( $L_p$ ) определяют по формуле:

$$L_p = 1,5 \cdot L_{max}$$

Коэффициент 1,5 введен с учетом того, что истинная глубина газонасыщения больше толщины слоя со структурой, отличной от основного объема металла, и учитывает предельную толщину переходного слоя.

По разработанной методике была проведена оценка толщины газонасыщенного слоя на поверхности горячепрессованных труб из сплава Zr1Nb, полученных по маршрутам, приведенным в таблице 1.

В таблице 2 приведены измеренные и расчетные значения толщины газонасыщенного слоя на поверхности горячепрессованных труб, изготовленных по разным маршрутам.

Таблица 2

Измеренная и расчетная толщина газонасыщенного слоя на поверхности горячепрессованных труб

№ маршрута	Т-ра нагрева, °С	Время нагрева $\tau$ , мин.	Время выдержки $\tau$ , мин.	Козф. вытяжки, $\mu$	Степ. деформ. $\epsilon$ , %	Толщина слоя, мкм			
						Наружная поверхность		Внутренняя поверхность	
						$L_{max}$	$L_p$	$L_{max}$	$L_p$
1	900	~12	10	22,0	95,5	160	240	115	172,5
2	950	~15	–	13,6	92,6	185	277,5	145	217,5
3	1000	~17	10	13,6	92,6	190	285	120	180
4	1000	~17	10	6,7	85,1	360	540	250	375
5	1100	~17	10	13,3	92,5	220	330	155	232,5
6	1200	~20	–	21,6	95,4	185	277,5	120	180

Анализ результатов измерений показал, что повышение температуры нагрева на 100°C приводит к увеличению толщины газонасыщенного слоя в среднем на 15-18%. В то же время, с увеличением коэффициента вытяжки в 2 раза толщина газонасыщенного слоя на поверхности горячепрессованных труб также уменьшается примерно в 2 раза. Уровень газонасыщения внутренней поверхности труб на 20-30% ниже по сравнению с уровнем газонасыщения наружной поверхности. При этом, даже в трубах, полученных с наименьшим коэффициентом вытяжки ( $\mu = 6,7$ ) при наибольшей общей длительности нагрева и выдержки (~27 минут) расчетная толщина газонасыщенного слоя составляет немногим более 0,5 мм.

На основе полученных результатов установлено, что для полного устранения газонасыщенного слоя с поверхности горячепрессованных труб достаточно при обточке и расточке удалять слой до 1мм с учетом состояния поверхности.

### **Выводы**

1. В работе изучена структура поверхностных слоев горячепрессованных труб из сплава Zr1Nb.
2. Полученные результаты показали, что изменение концентрации кислорода в процессе газонасыщения приводит к структурным изменениям в поверхностных слоях труб по сравнению со структурой основного объема металла.
3. Установлено, что на основе количественного металлографического анализа по толщине структурно-аномальных слоев можно проводить оценку глубины газонасыщения поверхности горячепрессованных труб.
4. Разработана методика и проведена оценка толщины газонасыщенного слоя на поверхности горячепрессованных труб из сплава Zr1Nb, полученных по различным технологическим вариантам.
5. Показано, что для полного удаления с поверхности горячепрессованных труб газонасыщенного слоя достаточно при обточке и расточке удалять слой до 1мм с учетом состояния поверхности.

### **Список литературы**

1. Разработка технологии и освоение сплавов циркония украинского производства в процессе изготовления труб для твэлов / Неклюдов И. М., Ажажа В. М., Вахрушева В. С. [и др.] // –XVII международная конференция по физике радиационных явлений и радиационному материаловедению. – Алушта, 4–9 сентября 2006 г.: труды конф. – Харьков, 2006. – 346 с. – С. 113–114.
2. Займовский А. С. Циркониевые сплавы в атомной энергетике. / Займовский А. С., Никулина А. В., Решетников Н. Г. – М.: Энергоиздат, 1994.– 256 с.
3. Пат. 81167 Україна, МПК В 21 С 23/02, С 22 F 1/18. Спосіб виготовлення цирконієвих труб / Сокурєнко В. П., Вахрушева В. С., Сухомлин Г. Д., Благова В. А., Буряк Т. М., Коленкова О. А., Дергач Т.А.; заявник та патентоутримувач Державне підприємство «Науково-дослідний і конструкторсько технологічний інститут трубної промисловості ім. Я. Ю. Осади». – № а200600077; заявл. 03.01.2006 ; опубл. 10.12.2007, бюл. № 20.
4. Черняева Т. К. Кислород в цирконии: Обзор / Черняева Т. К., Стукалов А.И., Грицина В. М. – Харьков: НТК ЯТЦ ННЦ ХФТИ, 1999. – 112с.