《核级锆及锆合金氢化物取向因子测量方法》

编制说明（征求意见稿）

1.工作简况

1.1项目来源

根据国标委综合【2017】128号《国家标准委关于下达2017年第四批国家标准制修订计划的通知》要求，由国核宝钛锆业股份公司起草《锆及锆合金氢化物取向因子测量方法》国家标准，项目计划编号为20173520-T-610，计划完成年限2019年。

1.2本标准所涉及的产品简况

锆及锆合金的热中子吸收截面低，用锆合金代替不锈钢作核反应堆的结构材料，可以节省铀燃料1／2左右，良好的经济性推动了锆合金的研发。同时，锆合金具有适中的力学性能，良好的加工性能、抗腐蚀性能和较好的抗中子辐照性能，因此锆合金被普遍用作核动力水冷反应堆的燃料包壳管、压力管、导向管、仪表管、端塞棒和定位格架等结构材料。

当前国内核工业用锆合金无缝管年需求量在1000t，随着国家能源产业调整，国家大力发展核能，锆合金无缝管产品需求量还在不断增加，随着近年来雾霾影响，改变我国以燃煤为主的能源结构，大力发展清洁能源，规模化核电建设，同时伴随“一路一带”战略实施，将核电推向国外市场，锆合金无缝管需求量也会增加。

1.3承担单位情况及主要工作过程

1.3.1 承担单位情况

国核宝钛锆业股份公司（简称“国核锆业”）由国家核电技术公司和宝钛集团有限公司于2007年11月共同出资组建。国核锆业是集研发与生产为一体的核级锆材专业化公司，被确定为引进美国西屋公司AP1000全套核级锆材技术的唯一指定用户。

国核锆业产品体系涵盖核级海绵锆生产，锆合金熔炼、坯料制备及返回料加工，管、棒、板、带材成品制造等完整的核级锆材产业链。国核锆业生产线设计产能为：年产核级海绵锆2000吨、锆合金铸锭2000吨、板带材80吨、管棒材1000吨可以满足100台百万级核电机组用锆材的需要，生产规模与能力位居世界前列。

依托国核锆业而设立的“国家能源核级锆材研发中心” （简称“中心”），于2009年11月被国家能源局正式批准授牌，因此国核锆业成为集生产制造平台、科技研发平台和理化检测平台为一身的高科技技术领军企业。中心已成为核级锆材基础技术研究、应用性能研发与检测机构。

通过核级锆材技术的引进、吸收和在创新，国核锆业正在成为具备拥有各种堆型核级锆材生产技术、门类齐全、能够满足市场各类需求的综合性供应厂商。

1.3.2 主要工作过程

2018年年初，成立了项目组。2018年4月完成标准初稿，编制说明。编制组在总结了国内外锆合金氢化物取向因子测量方法现状以及ASTM B811附录A2相关锆合金氢化物取向因子测量标准内容的基础上，结合国内锆合金氢化物取向因子测量应用情况和经验，在此基础上编写征求意见稿。

2. 标准编制原则和确认标准主要内容的论据

2.1标准编制原则

本标准的编写原则是依据GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》要求，参考ASTM B811 附录A2，从内容到文字进行编写，总结了锆及锆合金氢化物取向因子测量相关技术，在现行测量技术和设备水平的基础上，结合日常应用情况和经验而成本标准。力图使该标准与我国金属材料检验基本规则相一致。

2.2确定标准主要内容的论据

2.2.1渗氢的基本方法：高压釜渗氢、氢气渗氢。

ASTM B811 附录A2中提到使用诸如蒸汽或氢氧化锂水溶液的高温热压、电解沉降、氢气吸附等方法把氢气渗入试样内。主要为以上三种，国内现阶段工业化生产检测用渗氢方法主要为氢氧化锂水溶液的高压釜渗氢、氢气渗氢两种。国核锆业上述两种方法都具备。

2.2.1.1 高压釜渗氢

常见国内文献调研和检测现状：在装有用氢氧化锂配置浓度为1 mol/L氢氧化锂水溶液的高压釜中，温度为360 ℃±6 ℃，压力为18.6±1.4 MPa条件下渗氢。

2.2.1.2 气体渗氢

国外文献调研和检测现状：通有氢氩混合气的气体渗氢设备中，在温度为400±14 ℃条件下渗氢。

气体渗氢中氢气含量的选择问题上，国核锆业进行了大量的试验，并与气体供应商进行多次技术、安全等问题的沟通、交流。氢含量浓度低渗氢时间过长不利于日常检测，浓度过高存在安全隐患。同时若混合气中氢气范围较宽不利于渗氢试验稳定性控制，综合供应商气体制备技术、渗氢时间以及安全性要求，确定氢气体积分数：1.8 %～2.2 %，其余为氩气。

2.2.1.3 渗氢时间依据多年经验，并与国外专家讨论，提出氢化物片数大于等于100片的要求。

2.2.3 金相制备

试样制备过程遵循GB/T13298规定进行研磨、抛光、腐蚀。腐蚀剂依据ASM手册中的规定：过氧化氢：硝酸：氢氟酸= 70 ml： 40 ml：2 ml,浸蚀10 s ～40 s；乳酸：硝酸：氢氟酸=45 ml：45 ml：8 ml，浸蚀10 s ～40 s；华昌资料中腐蚀剂：过氧化氢：硝酸：氢氟酸= 45ml： 45 ml：1 ml,浸蚀10 s ～40 s任选其一进行腐蚀。

2.2.4 氢化物取向因子测量

锆合金管材氢化物取向因子检测方法：测量法。

2.2.4.1 放大倍数及区域选择

金相观察采用明场，容易区分氢化物和基体。ASTM B811 A2中提到观察放大倍数100×至500×。观察按照一般金相观察原则，先整体观察后局部、重点观察。ASTM B811 A2中提到测量区域应是在整个试样横截面中典型的氢化物显微结构。本标准结合国内成品管材尺寸，推荐放大倍数为100倍。选取试样横截面最能体现径向氢化物分布的形貌进行图像采集。

2.2.4.2 测量法

测量法是使用图形处理软件，在氢化物形貌照片上，计数径向氢化物数，总氢化物数，然后计算氢化物取向因子。

图形处理软件，可以识别氢化物与径向夹角（即Q角），长度，并可以完成统计计算。

ASTM B811 A2中规定：根据每一层的显微组织，计算在放大倍率1×下的长度大于等于0.000625 in.（0.015 mm）的氢化物薄层数（或在放大倍率100×下长度大于等于1/16 in.，即1.5 mm）。同时，对于放大倍率1×下在次生方向上长度大于0.000625 in.（0.015 mm）的氢化物片应作为独立的一个氢化物片作为独立的一个氢化物片来计数。结合实际测量经验将次生方向分成S型、拐点、缠结等情况加以规定，使测量具有可操作性。

3. 标准水平分析

与国外标准水平基本相当。

5 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

无

6 专利及涉及知识产权

无

7 分歧意见的处理经过和依据

无

8 标准用为强制性或推荐性国家标准的建议

无

9 贯彻标准的要求和措施建议

无

10 废止现行有关标准的建议

无

11 其它应予以说明的事项

无

12 预期效果

明确核级锆及锆合金氢化物取向因子测量方法，统一测量方法。

《核级锆及锆合金氢化物取向因子测量方法》

国家标准编制小组

二〇一八年六月二十八日