**《锆合金管材内压蠕变试验方法》**

**标准（征求意见稿第二稿）编制说明**

1. 工作简况
   1. 任务来源及计划要求

根据工信部《工业和信息化部办公厅关于印发2018年第二批行业标准制修订计划的通知》（工信厅科[2018]31号）的文件精神，由西部新锆核材料科技有限公司负责起草《锆合金管材内压蠕变试验方法》有色行业标准。计划编号：2018-0522T-YS，项目完成年限为2020年。

* 1. 立项的目的和意义

国家大力发展核电产业，核电“走出去”是国家“一带一路”战略构架中非常重要的一个板块。推进我国自主知识产权的“华龙一号”核电技术，是践行核电“走出去”战略的实施，也是开启中国核电“一带一路”战略的布局。由于我国缺乏燃料组建用锆合金包壳管等堆内材料内压蠕变试验方法标准，制约了我国核材料的推广与发展，在核用锆合金管材内压蠕变性能评价上也缺乏仲裁机制。

锆合金由于其优良的核性能已被广泛地应用在反应堆中作为包壳材料和结构材料，锆合金管材内压蠕变性能是衡量锆合金包壳管安全性的重要指标，也是锆合金管材设计开发、鉴定、验收的重要技术指标。试验模拟了在核反应堆内高温环境下，假设当包壳管内部出现异常情况产生了大量气体，气体膨胀导致包壳管内部压强显著增大的情况下，验证锆合金的耐蠕变性能，最终考验锆合金包壳管的安全性。

通过对本标准的制定规范了国内锆合金管材内压蠕变试验方法，同时也可有力地促进核材料行业的安全、质量发展，特别对核工业的安全与发展具有重要的意义。

* 1. 项目所涉及的方法简况

锆合金管材内压蠕变试验方法目前尚无国际、国家、行业标准，目前锆合金的研究机构与生产企业均采用企业标准开展该工作，需及时建立标准，以体现我国锆合金管材内压蠕变试验方法的实际水平。

本标准是采用伺服控制的增加装置，在一端密封的锆合金管材中，抽调内部空气后，通过冲氩加载压力，在高温试验环境下，通过光学测量装置，观测长周期下锆合金管材指定位置的外径变化量，最终计算锆合金管材的内压蠕变性能。标准中包含方法原理、所用试剂、仪器设备、试验步骤、数据处理等。

* 1. 起草单位情况

西部新锆核材料科技有限公司（以下简称西部新锆）成立于2013年4月，是以发改委、工信部、财政部三部委批准的“自主化先进压水堆燃料组件用锆合金结构材料产业化”项目为推动成立的独立法人公司。公司的首要目标是建设核用锆、铪材自主化科研生产基地，搭建世界一流的国家级核用特种金属材料研发、评价、性能分析、检测、中试和工业化生产为一体的创新平台，整合核用材料优势资源，推进重大科技成果的产业化和产业聚集发展。具有雄厚的锆及锆合金研发实力，曾获得过国家科学技术进步奖等国家级奖项3项，省部级奖项9项，主持或参与制、修订国家标准、行业标准十余项，现行2007版GB/T 21183标准的主要制定人目前均在本公司任职，公司在国内、国际锆、铪等稀有难熔金属及其合金的研发方面拥有较高的知名度。目前拥有各项发明专利16项，拥有自主知识产权的合金牌号如N36、N18、C7等，并掌握其全部金属压力加工技术，所研制、生产的合金性能优异，达到了国外M5、Zirlo锆合金水平，产品广泛应用于国防、核工业和民用领域。2018年11月我国首次实现自主品牌N36锆合金工业化规模生产，西部新锆公司顺利交付20个组件的N36锆合金管材，这些锆管将应用于我国首座“华龙一号”核电站，意味着我国开始向核大国迈向核强国。

本项目承担单位还包括中国核动力设计研究院、西安汉唐分析检测有限公司（原西部金属材料股份有限公司实验室、原西北有色金属研究院实验室），各单位均是锆合金科研与检测领域的资深企业，在锆合金管材内压蠕变试验中具有丰富的经验，在编制工作中能配合主要编制单位对相关数据、行业发展概况、技术参数进行收集、分析和改进，并作为验证单位承担本标准的验证工作，对编制工作以及编制水平的提高起到了积极的推动作用。

* 1. 主要工作过程

2018年5月在接到标准制定任务后，成立了标准编制工作组，确定了各成员的工作职能和任务，制订了工作计划和进度安排，填写了“推荐性行业标准项目任务书”。

2018年8月在银川召开的有色金属标准工作会议（工作会第一次会议）对本标准任务落实，确定中国核动力设计研究院为第一验证单位，西安汉唐分析检测有限公司为第二验证单位。

2018年10月编制工作组完成相应方法的调研，收集、整理相关文献资料，形成了试验方法的整体思路并开始方法试验等工作。

2019年2月编制工作组完成相应方法的研究，形成了行业标准《锆合金管材内压蠕变试验方法》征求意见稿第一稿，以及试验验证报告的征求意见稿第一稿，交中核建中核燃料元件有限公司、中核北方核燃料元件有限公司、中国原子能工业有限公司、国核宝钛锆业股份公司、重庆大学、上海大学等进行意见征集，并将连同验证样品一并寄往各验证单位。

2019年3月编制工作组陆续收到各单位的反馈意见与验证报告，对反馈的意见进行汇总处理，对征求意见稿第一稿进行修改，完善实验报告与编制说明，形成征求意见稿第二稿。

1. 标准编制原则
   1. 标准制定的原则

锆合金是关键的核反应堆用材料，包壳管是核反应堆的第一道安全屏障，锆合金管材内压蠕变性能是评价包壳管安全性能的重要指标及新型包壳管研制的重要判定指标之一，因而使其检验标准化具有重要的意义。

充分考虑目前企业实际需要。

充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

* 1. 遵守标准

本标准遵守下列基础标准：

GB/T 1.1-2009 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写

GB/T 20001.4-2015 标准编写规则 第4部分：试验方法标准

GB/T 6379.2-2004 测量方法与结果的准确度 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6379.6-2009 测量方法与结果的准确度 第6部分：准确度值的实际应用

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

1. 标准主要内容的确定依据
   1. 概况

本标准由西部新锆核材料科技有限公司与中国核动力研究设计院共同研究，结合GB/T 228.2-2015《金属材料 拉伸试验 第2部分：高温试验方法》以及GB/T 2039-2012《金属材料 单轴拉伸蠕变试验方法》，经过调研在锆合金包壳管研制的实际水平上进行制定确定的。

本标准的试验及验证报告见附件《锆合金管材内压蠕变试验方法》试验验证报告。

* 1. 原理

将密封好的样品装于试验装置中，一端为自由端，另一端与伺服控制的增压系统连接，排空管材内部空气，并使用氩气或氦气以气压方式对管材内部施加小负荷的预载应力，抽真空加热至规定温度，继续施加气压对管材内部施加恒定的试验应力，并保持一定时间，获得外径蠕变伸长率。

* 1. 密封方式

试验发现焊接密封导致样品表面有显著的氧化现象以及长度方向上存在很长的热影响区。密封方式选择硬密封，尽可能避免对样品力学性能造成影响。不允许使用焊接密封等可能导致样品力学性能发生显著变化的密封方式。

* 1. 取样方式

取样加工方式分别采用车床和环切刀各取3个样品进行试验，试验结果发现环切刀切断的样品均在加载试验应力的过程中发生密封处脱落，试验失败。分析认为环切刀等加工方式破坏了样品外表面，并产生了形变和应力，不利于样品密封。

* 1. 有效长度

因样品两端的硬密封处会产生比较明显的应力，该应力会沿着样品向中心方向延伸一定长度，导致该部分区域强度提高，伸长率下降。为确保样品有效长度为100mm，分析密封应力在样品长度方向的延伸影响，随机选取总长度为150mm的10个样品，在常温下持续施加压力直至样品破裂。通过测量破裂位置距离密封端面的距离分析不受应力延伸影响的长度，结果见表1。

表1 有效长度试验结果

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品编号 | 两端密封处的间距（mm） | 破口距离密封处的长度（mm） |
| 1 | 130 | 65 |
| 2 | 128 | 52 |
| 3 | 126 | 46 |
| 4 | 130 | 28 |
| 5 | 120 | 53 |
| 6 | 127 | 62 |
| 7 | 126 | 37 |
| 8 | 123 | 59 |
| 9 | 125 | 63 |
| 10 | 124 | 26 |

由表1可知，密封造成的应力延伸在长度方向上对样品的影响不超过26mm，因此定义有效长度为：样品两端装载密封卡套后，不包含样品两端距离密封卡套各30mm的剩余长度。

* 1. 真空要求

因蠕变试验周期过长，样品在试验过程中可能存在缓慢的氧化现象，试验研究了样品氧化对蠕变性能的影响，结果见表2。

表2 真空度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 不抽真空试验 | | 抽真空试验 | | | | | |
| 5×10-1Pa试验 | | 5×10-2Pa试验 | | 5×10-3Pa试验 | |
| 试验后外观 | 外径伸长率（%） | 试验后外观 | 外径伸长率（%） | 试验后外观 | 外径伸长率（%） | 试验后外观 | 外径伸长率（%） |
| 1 | 样品存在显著蓝色、黄色等氧化色。 | 0.31 | 样品未见显著蓝色、黄色等氧化色，外观颜色均匀。 | 0.51 | 样品未见显著蓝色、黄色等氧化色，外观颜色均匀。 | 0.52 | 样品未见显著蓝色、黄色等氧化色，外观颜色均匀。 | 0.47 |
| 2 | 0.22 | 0.45 | 0.42 | 0.42 |
| 3 | 0.37 | 0.44 | 0.43 | 0.50 |
| 平均值 | 0.30 | 0.47 | 0.46 | 0.46 |

由表2试验结果可知，样品的氧化对蠕变试验结果存在一定程度的影响，为确保样品不因试验过程氧化，试验对真空度要求5×10-2Pa。

* 1. 允许差

因蠕变试验周期过长，导致锆合金管材内压蠕变试验数据量较少，因此采用允许差进行精密度试验。在再现性条件下获得的独立试验结果的测定值，计算再现性标准偏差ϬR，允许差=2.8ϬR，允许差计算只进不舍，结果见表3。

表3 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| *A*fD / % | 允许差 / % |
|  |  |
|  |  |

1. 标准水平分析

本标准根据我国锆合金管材内压蠕变试验行业情况首次制定，填补了我国核工业用锆合金管材内压蠕变性能试验方法的一项空白。本标准在起草过程中结合我国核用锆合金包壳管内压蠕变试验多年的经验，在编制过程中进行了大量的试验与验证工作，同时兼顾了我国核用材料科研院所、高等院校、生产加工企业的经验与现状。

经查询，本标准为首次提出，未查询到ASTM、ASME等具有同类型相关标准，分析认为本标准为国际先进水平。

1. 与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准的制定与现行标准没有冲突，且符合我国目前法律、法规的规定。

1. 标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准无涉及专利情况。

1. 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

1. 标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议该标准为推荐性行业标准。

1. 贯彻标准的要求和措施建议，包括：

无。

1. 废止现行有关标准的建议

无。

1. 其他应予说明的事项

无。

1. 预期效果

本标准充分考虑了我国锆合金材料科研院所、生产与加工企业、使用企业的工艺技术水平。本标准颁布执行后，有利于采用统一的方法开展锆合金管材内压蠕变试验工作，有利于进一步加强核反应堆用材料的核安全评价手段，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。因此在本标准实施后，可积极向科研院所，生产、加工和使用的企业以及国内外用户推荐采用本标准。

锆合金管材内压蠕变试验方法编制工作组

2019年2月