**《锆合金管材内压蠕变试验方法》**

**标准（送审稿）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，气体伸长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。

本标准是采用闭环控制的增加装置，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，是中国核工业集团有限公司与西北有色金属研究院共同出资，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、苏州热工研究院有限公司、西安汉唐分析检测有限公司（原西北有色金属研究院实验室、原西部金属材料股份有限公司实验室），深圳市万斯得自动化设备有限公司，各单位均是锆合金科研、检测或配套领域的资深企业，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
     1. 起草阶段

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（责任人：戴训）、苏州热工研究院有限公司（责任人：张晏玮）为第一验证单位，主要负责本试验方法的条件试验与结论验证；西安汉唐分析检测有限公司（责任人：焦磊）、深圳市万斯得自动化设备有限公司（责任人：岳栋）为第二验证单位，主要负责本试验方法的结论验证。

2018年10月编制工作组完成相应方法的调研与研究，形成了行业标准《锆合金管材内压蠕变试验方法》草案稿Ι，以及试验验证报告的草案稿Ι，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，对草案稿Ι进行修改，完善实验报告与编制说明，形成草案稿Ⅱ。

2019年3月27日在株洲召开的有色金属标准工作会议（工作会第二次会议），会上西北有色金属研究院、中国核动力研究设计院、中核建中核燃料元件有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、金堆城钼业股份有限公司、宝钛集团有限公司、国核宝钛锆业股份公司等单位的专家代表，对本标准、编制说明、研究报告的草案稿Ⅱ进行了认真、细致的讨论，形成会议纪要如下：

1. 将标准英文名称中“Internal Pressure”修改为“burst”。
2. 精炼术语，标准编制工作组应对计划规定出哪些术语进行仔细的商讨。
3. 将“试验应力”修改为“试验力”。
4. 补充抽真空试验与氩气保护试验的等效比对。

根据株洲会议要求，编制组进行补充实验，根据实验验证结果，对草案稿Ⅱ进行修改，形成征求意见稿。

* + 1. 征求意见阶段

2019年6月编制组通过中国有色金属标准质量信息网上公开，发函至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，以及标准工作会议等形式对《锆合金管材内压蠕变试验方法》（征求意见稿）征询意见。

2019年7月23日至24日在大理召开的有色金属标准工作会议（工作会第三次会议）对本标准征求意见稿进行了讨论，会上国标（北京）检验认证有限公司、西北有色金属研究院、宝钛集团有限公司、金堆城钼业股份有限公司等单位的专家代表，对本标准与编制说明的征求意见稿，以及试验验证报告进行了认真、细致的讨论，形成会议纪要如下：

1. 标准第3章节术语应进行精炼；
2. 标准第4章节原理应进行精炼；
3. 标准第8.1章节升压时间建议删除；
4. 标准第9章节试验数据处理建议规范化。

2019年8月编制工作组根据在大理召开的工作会第三次会议的会议精神，以及征求意见阶段各单位提出的意见和建议，对标准进行进一步修改和完善。

2020年3月编制工作组召开了视频工作会，针对标准内容进一步进行了认真、细致的讨论，为优化标准各术语描述等关键技术内容，形成会议纪要如下：

1. 国家电投集团科学技术研究院有限公司使用X射线衍射法测量残余应力，残余应力延伸影响不会超过10mm，建议标准第3.1章节为“*L*0宜为不包含样品两端距离密封连接处各10mm的剩余长度。”编制工作组一致同意。
2. 将外径形变测量系统精度改为0.005mm；将规定温度（T）修约改为1℃。

编制工作根据征求意见阶段各单位反馈的意见和建议，以及内部工作会讨论结果，对本标准、编制说明进行了修改、补充和完善，形成了送审稿。

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 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 27418-2017 测量不确定度评定和表示

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，参考GB/T 228.1-2010《金属材料 拉伸试验 第1部分：室温试验方法》、GB/T 228.2-2015《金属材料 拉伸试验 第2部分：高温试验方法》、GB/T 2039-2012《金属材料 单轴拉伸蠕变试验方法》的试验要求与经验，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。

* 1. 原理

将密封好的样品一端与增压系统连接，试验环境宜为真空或惰性气氛保护，升温至试验温度后，在管材内部以惰性气体为介质施加恒定的试验力，并保持一定时间，测定外径蠕变延伸率、蠕变速率等力学性能。

* 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。密封方式推荐硬密封，尽可能避免对样品力学性能造成影响。尽可能避免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。

中国核动力研究设计院与苏州热工研究院分别验证该结论：推荐使用硬密封。

* 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。

中国核动力研究设计院与苏州热工研究院分别验证该结论：推荐使用车床取样。

* 1. 有效长度

因样品两端的硬密封处会产生一定程度的应力，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） |
| --- | --- | --- |
| C-1 | 130 | 65 |
| C-2 | 128 | 52 |
| C-3 | 126 | 46 |
| C-4 | 130 | 28 |
| C-5 | 120 | 53 |
| C-6 | 127 | 62 |
| C-7 | 126 | 23 |
| C-8 | 123 | 59 |
| C-9 | 125 | 63 |
| C-10 | 124 | 26 |
| C-11 | 130 | 18 |
| C-12 | 129 | 16 |
| C-13 | 128 | 42 |
| C-14 | 130 | 55 |
| C-15 | 127 | 24 |

因为样品破口处是随机出现的，理论上样品会在随机出现的壁厚最薄弱处破裂，征求意见稿时平行分析了10个样品，经收到国家电投集团科学技术研究院有限公司修改意见后，增加了5个平行样品，由表1的15个随机试验结果可知，样品密封造成的应力延伸在长度方向上对样品的负面影响不超过16mm。

中国核动力设计研究院验证该结论：密封造成的应力延伸在长度方向上对样品的负面影响不超过20mm。苏州热工研究院经验结论为影响不超过（10~15）mm。

国家电投集团科学技术研究院有限公司使用X射线衍射法测量残余应力，残余应力延伸影响不会超过10mm，建议修改为10mm。

综上所述，定义有效长度为：样品两端装载密封卡套后，宜为不包含样品两端距离密封卡套接口处各10mm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不均匀氧化现象，试验研究了样品不均匀氧化对蠕变性能的影响，结果见表2与表3。

表2 氩气保护试验结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 不抽真空试验 | | | 氩气保护试验 | | |
| 编号 | 试验后外观 | 外径伸长率（%） | 编号 | 试验后外观 | 外径伸长率（%） |
| 1 | 样品存在黄褐色、蓝色等不均匀氧化色。 | 0.41 | 1 | 样品未见黄褐色、蓝色等不均匀氧化色，外观颜色均匀。 | 0.47 |
| 2 | 0.37 | 2 | 0.42 |
| 3 | 0.39 | 3 | 0.50 |
| 平均 | 0.39 | 平均 | 0.46 |

表3 真空度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 抽真空试验 | | | | | | | | |
| 5×10-1Pa试验 | | | 5×10-2Pa试验 | | | 5×10-3Pa试验 | | |
| 编号 | 试验后外观 | 外径伸长率  （%） | 编号 | 试验后外观 | 外径伸长率  （%） | 编号 | 试验后外观 | 外径伸长率  （%） |
| 1 | 样品未见黄褐色、蓝色等不均匀氧化色，外观颜色均匀。 | 0.51 | 1 | 样品未见黄褐色、蓝色等不均匀氧化色，外观颜色均匀。 | 0.52 | 1 | 样品未见黄褐色、蓝色等不均匀氧化色，外观颜色均匀。 | 0.42 |
| 2 | 0.45 | 2 | 0.42 | 2 | 0.51 |
| 3 | 0.44 | 3 | 0.43 | 3 | 0.47 |
| 平均 | 0.47 | 平均 | 0.46 | 平均 | 0.47 |

由表2与表3试验结果可知，样品的不均匀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不均匀氧化，并确保一定的安全余量后，建议试验真空度不少于5×10-2Pa或采用冲氩（氦）气体保护。

中国核动力研究设计院与苏州热工研究院分别验证该结论：不抽真空时外径伸长率为0.38%，真空度为5×10-1Pa时外径伸长率为0.45%，真空度为5×10-2Pa与5×10-3Pa时外径伸长率均为0.46%，采用惰性气体保护时外径伸长率为0.45%，因此建议真空度不小于5×10-2Pa，或采用惰性气体保护。

1. 主要试验与验证
   1. 验证结果

起草单位与验证单位的N36锆合金试验结果统计见表4，Zr-4合金试验结果统计见表5。

表4 N36锆合金包壳管样品试验结果对比

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验条件 | 试验温度400℃，试验参考应力130MPa，试验时间240h | | | | | | | | |
| 试验单位 | 平行试验结果（%） | | | | | | （%） | Ϭ（%） | RSD |
| 西部新锆核材料  科技有限公司 | 0.45 | 0.42 | 0.41 | 0.48 | 0.49 | 0.45 | 0.45 | 0.0316 | 7.03% |
| 中国核动力研究  设计院 | 0.50 | 0.44 | 0.41 | 0.44 | 0.49 | 0.42 | 0.45 | 0.0369 | 8.20% |
| 苏州热工研究院  有限公司 | 0.43 | 0.41 | 0.44 | 0.48 | 0.42 | 0.47 | 0.44 | 0.0279 | 6.31% |
| 西安汉唐分析检测  有限公司 | 0.50 | 0.46 | 0.47 | 0.41 | 0.42 | 0.46 | 0.45 | 0.0333 | 7.34% |
| 深圳市万斯得自动  化设备有限公司 | 0.43 | 0.45 | 0.42 | 0.46 | 0.49 | 0.50 | 0.46 | 0.0319 | 6.96% |
| 备注 | 表示平均值，Ϭ表示标准偏差，Ϭr表示重复性条件下的标准偏差，其中Ϭr只进不舍。 | | | | | | | | |

由结果可知，使用本标准的试验方法，验证单位试验结果与起草单位结果无显著性差异，锆合金管材蠕变伸长率结果稳定，精密度良好。

表5 Zr-4合金包壳管样品试验结果对比

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验条件 | 试验温度400℃，试验参考应力130MPa，试验时间240h | | | | | | | | |
| 试验单位 | 平行试验结果（%） | | | | | | （%） | Ϭ（%） | RSD |
| 西部新锆核材料  科技有限公司 | 1.42 | 1.34 | 1.52 | 1.41 | 1.38 | 1.46 | 1.39 | 0.0627 | 4.51% |
| 中国核动力研究  设计院 | 1.26 | 1.32 | 1.27 | 1.34 | 1.52 | 1.29 | 1.33 | 0.0963 | 7.22% |
| 苏州热工研究院  有限公司 | 1.41 | 1.31 | 1.36 | 1.42 | 1.52 | 1.34 | 1.39 | 0.0747 | 5.36% |
| 西安汉唐分析检测  有限公司 | 1.51 | 1.52 | 1.32 | 1.35 | 1.31 | 1.44 | 1.41 | 0.0945 | 6.71% |
| 深圳市万斯得自动  化设备有限公司 | 1.43 | 1.35 | 1.34 | 1.37 | 1.53 | 1.27 | 1.38 | 0.0891 | 6.45% |
| 备注 | 表示平均值，Ϭ表示标准偏差，Ϭr表示重复性条件下的标准偏差，其中Ϭr只进不舍。 | | | | | | | | |

由结果可知，使用本标准的试验方法，验证单位试验结果与起草单位结果无显著性差异，锆合金管材蠕变伸长率结果稳定，精密度良好。

* 1. 不确定度的评定

本标准附录中提供的不确定度评定的实例，依据GB/T 27418-2017《测量不确定度评定和表示》，并参考GB/T 228.1-2010《金属材料 拉伸试验 第1部分：室温试验方法》、GB/T 228.2-2015《金属材料 拉伸试验 第2部分：高温试验方法》、GB/T 2039-2012《金属材料 单轴拉伸蠕变试验方法》的实例，根据试验数据运算求得。

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

2020年3月