



中华人民共和国国家标准

GB/T 38913—2020

核级锆及锆合金管材氢化物取向因子 检测方法

Test methods for hydride orientation fraction of nuclear grade
zirconium and zirconium alloy tubes

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:国核宝钛锆业股份公司、国核锆铪理化检测有限公司、宝鸡钛业股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、宝鸡钛谷新材料检测技术中心有限公司、有色金属技术经济研究院。

本标准主要起草人:张天广、李刚、张梦霓、卫新民、李献军、史文、李帆、王松茂、杨艳、李小宁、岳强、张江峰。



核级锆及锆合金管材氢化物取向因子 检测方法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了核级锆及锆合金管材氢化物取向因子检测的方法。
本标准适用于经高压釜渗氢或气体渗氢的核级锆及锆合金管材氢化物取向因子检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。
GB/T 13298 金属显微组织检验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

氢化物 **hydride**
氢与金属性较强的金属形成的化合物。

3.2

径向氢化物 **radial hydride**
在锆及锆合金管材某一确定的检查截面上,氢化物与管材径向夹角(θ)不大于产品标准、技术条件或需方要求的规定,且其实际长度不小于 15 μm 的氢化物。

3.3

氢化物数 **hydride count**
 N
在锆及锆合金管材某一确定的检查截面上,实际长度不小于 15 μm 的氢化物数量计数。

3.4

径向氢化物数 **radial hydride count**
 N_θ
在锆及锆合金管材某一确定的检查截面上,径向氢化物(3.2)数量计数。

3.5

氢化物取向因子 **hydride orientation faction**
 F_n^θ
在锆及锆合金管材某一确定的检查截面上,径向氢化物数(3.4)与氢化物数(3.3)之比。

4 原理

铅及铅合金管材与氢气或氢氧化锂反应,以氢化物的形式析出。在铅及铅合金管材某一确定的检查截面典型区域处,统计径向氢化物数和氢化物数,计算其比值。

5 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室用二级水。

5.1 氢氧化锂, $\rho=1.46\text{ g/cm}^3$ 。

5.2 硝酸, $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

5.3 氢氟酸, $\rho=1.12\text{ g/mL}$ 。

5.4 过氧化氢, $\rho=1.13\text{ g/mL}$ 。

5.5 乳酸, $\rho=1.20\text{ g/mL}$ 。

5.6 无水乙醇, $\rho=0.789\text{ g/mL}$ 。

6 仪器设备

6.1 高压釜:应具有温度、压力测量及时间控制功能。

6.2 气体渗氢设备:具有温度、流量控制功能。

6.3 金相显微镜:应配备图像采集系统和金相分析软件,金相分析软件应具有长度、角度测量功能。

7 样品

7.1 取样部位与数量按产品标准或技术条件规定。推荐高压釜渗氢样品长度尺寸为 $30\text{ mm}\pm 3\text{ mm}$,推荐气体渗氢样品长度尺寸为 $13\text{ mm}\pm 3\text{ mm}$ 。

7.2 样品在制备过程应避免因剪切、加热影响的区域。不能使用有改变样品应力状态的方法进行样品制备。

8 试验步骤

8.1 渗氢过程

渗氢过程应按照附录 A 的方法进行。渗氢量上下限可参见附录 B 所对应的形貌图。

8.2 金相制备

8.2.1 渗氢后的样品不应对管壁进行处理,对任一截面按 GB/T 13298 规定的方法制备金相样品,确保足够的去除量,金相样品制备过程中不准许加热和加压。

8.2.2 样品制备完成后,采用浸蚀方式进行样品截面的浸蚀,推荐选用下列浸蚀剂之一:

a) 乳酸:硝酸:氢氟酸=45:45:8(体积比);

b) 过氧化氢:硝酸:氢氟酸=45:45:1(体积比)。

也可采用其他能够清晰显示出氢化物的浸蚀剂,浸蚀时间为 $10\text{ s}\sim 40\text{ s}$ 。

8.3 氢化物取向因子检测

- 8.3.1 检测截面区域应为整个管材样品截面中典型氢化物形貌的区域。推荐采用放大倍率为 100 倍。
- 8.3.2 使用金相分析软件,选定待测氢化物形貌照片中管材外径边界,确定圆心位置(如图 1 所示),再沿管材壁厚方向等分为外层、中层、内层三个区域。



说明:

1、2——外层氢化物;

3 ——中层氢化物;

4 ——内层氢化物。

图 1 氢化物取向因子检测示意图

- 8.3.3 分别对外层、中层、内层三个区域的氢化物数和径向氢化物数进行记录。
- 8.3.4 若所测氢化物相交,在交点处分割,若氢化物长度较长,无需分割。如图 1 所示,外层氢化物 1 可分割为 5 片氢化物,外层氢化物 2 可分割为 2 片氢化物,中层氢化物 3 可分割为 6 片氢化物,内层氢化物 4 可分割为 2 片氢化物。

9 试验数据处理

采用测量法按照式(1)分别计算外层、中层、内层氢化物取向因子,计算结果保留小数点后两位。

$$F_n^\theta = \frac{N_\theta}{N} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

F_n^θ ——氢化物取向因子,无量纲;

N_θ ——径向氢化物数,单位为片;

N ——氢化物数,单位为片。

10 试验报告

试验报告应至少包括下列内容:

- a) 本标准编号;
- b) 样品信息及标识;
- c) 渗氢方法及试验条件;
- d) 试验结果;
- e) 试验人员及试验日期。

附录 A

(规范性附录)

核级锆及锆合金管材渗氢方法

A.1 渗氢前样品处理

A.1.1 高压釜渗氢前样品制备

A.1.1.1 使用无水乙醇浸泡擦洗样品,擦洗干净后用水冲洗 3 次,单次时间为 2 min~3 min。

A.1.1.2 使用体积配比为:氢氟酸:硝酸:水=1:4.5:4.5 的酸洗液(或其他酸洗液)进行酸洗。

A.1.1.3 酸洗后的样品迅速转移到流动水中冲洗,冲洗时间为 1 min~2 min,然后冷风吹干。

A.1.2 气体渗氢前样品制备

A.1.2.1 使用无水乙醇浸泡擦洗样品,擦洗干净后用水冲洗,时间为 2 min~3 min。

A.1.2.2 使用体积配比为氢氟酸:硝酸:水=35:90:484 的酸洗液进行酸洗,酸洗后将样品迅速转移到流动水冲洗,反复酸洗、冲洗 4 次,每次酸洗时间为 20 s,冲洗时间为 1 min~2 min。

A.1.2.3 冲洗后的样品在 50℃ 中性清洗溶液中超声清洗,时间为 10 min,接着用水漂洗,时间为 1 min~2 min,最后在无水乙醇浸泡后,冷风吹干。

A.2 渗氢过程

A.2.1 高压釜渗氢:用氢氧化锂配制浓度为 1 mol/L 或其他浓度的氢氧化锂水溶液,在温度为 $360\text{℃} \pm 6\text{℃}$,压力为 $18.6\text{ MPa} \pm 1.4\text{ MPa}$ 条件下进行渗氢。

A.2.2 气体渗氢:通有氢气、氩气混合气(建议氢气体积分数为:1.8%~2.2%,其余为氩气,也可使用其他安全的氢气体积分数)的气体渗氢设备中,采用预充氢氩混合气 10 min~20 min,再加热至 $399\text{℃} \pm 14\text{℃}$ 的方式进行渗氢。若需方同意,样品可以在温度不超过 414℃ 的惰性气体中保温 $5\text{ h} \pm 1\text{ h}$ 进行热处理,如果使用真空热处理,为防止脱氢,压力不应小于 1.33 MPa。降温过程中建议冷却速率应低于 14℃/min 。

A.2.3 渗氢时间:以测量区域内,100 倍条件下氢化物数量大于或等于 100 片所需的渗氢时间,作为高压釜、气体渗氢的时间。

附 录 B
(资料性附录)

核级锆及锆合金管材渗氢量范围形貌图

B.1 渗氢量上限形貌图

核级锆及锆合金管材渗氢量上限形貌图如图 B.1 所示。

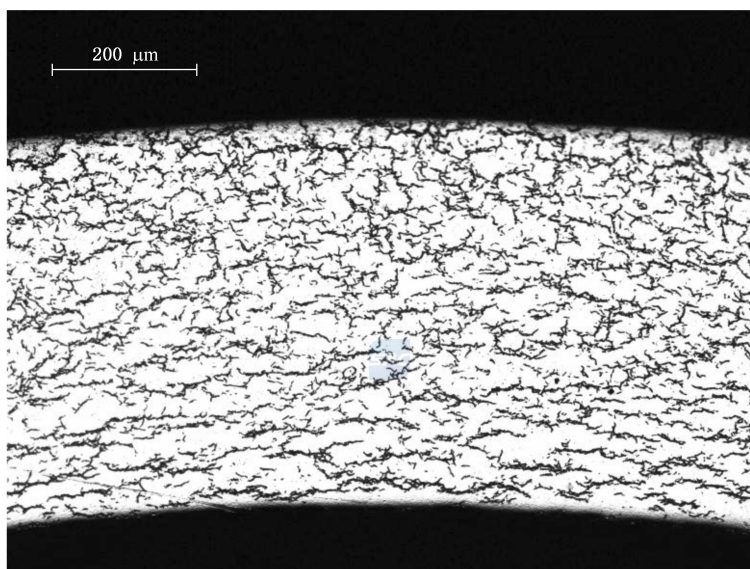


图 B.1 核级锆及锆合金管材渗氢量上限形貌图(100×)

B.2 渗氢量下限形貌图

核级锆及锆合金管材渗氢量下限形貌图如图 B.2 所示。

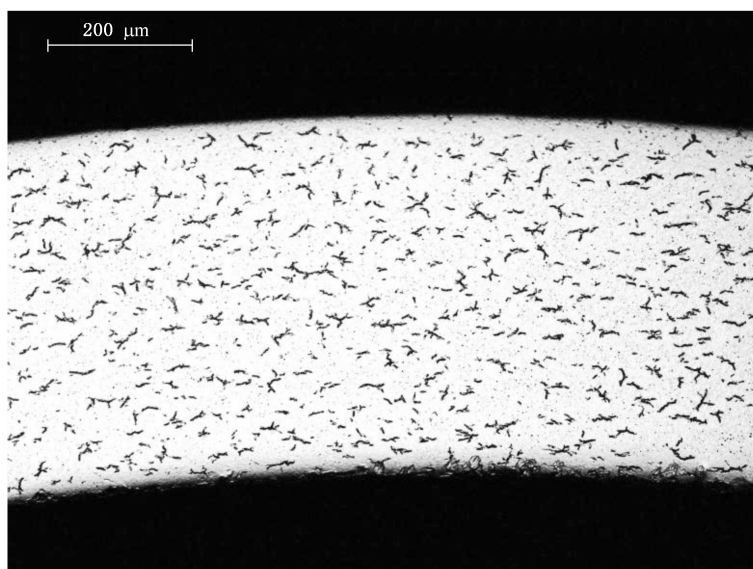


图 B.2 核级锆及锆合金管材渗氢量下限形貌图(100×)