

高温气冷堆工程验证用国产石墨的强度实验研究

胡玉琴¹, 孙立斌¹, 王洪涛¹, 史力¹, 马少鹏², 苏启晖³

1. 清华大学核能与新能源技术研究院, 北京 100084
2. 北京理工大学宇航学院力学系, 北京 100081
3. 方大集团成都炭素有限责任公司, 成都 610100

摘要 对国产石墨材料(NG-CT-01)进行了强度实验研究。考虑石墨材料强度的分散性,对石墨材料不同批次和坯料不同部位、不同方向进行了取样。根据国标实测了材料的抗拉、抗压和抗弯强度。由于在对石墨的应力评价中,压缩应力是以当量拉应力出现的,且石墨安全评价所用数据一般通过抗拉强度实验确定,所以着重对实测数据中的抗拉强度进行了在95%置信水平、99%可靠度的性能指标下的最小强度计算。为了对石墨强度进行安全评价,必须知道石墨强度的威布尔分布。因此应用Weibull++7软件采用极大似然法对抗拉强度实验数据进行了两参数威布尔分布的参数拟合,并按照德国高温气冷堆设计规范《KTA-3232 反应堆压力容器内的陶瓷堆内构件》的规定修正了威布尔分布参数,为后续高温气冷堆工程验证提供了基础参数。将实验结果和若干国内外规格的石墨数据进行对比,国产石墨的强度参数在其原基础上有所提高,可基本满足工程验证结构和抗震试验的技术要求,目前已经用于大型石墨堆芯结构抗震试验模型的加工制造。

关键词 石墨;强度实验;威布尔分布

中图分类号 TL341

文献标识码 A

doi 10.3981/j.issn.1000-7857.2012.21.006

Domestic Graphite Strength Test for HTR Engineering Verification

HU Yuqin¹, SUN Libin¹, WANG Hongtao¹, SHI Li¹, MA Shaopeng², SU Qihui³

1. Institute of Nuclear and New Technology, Tsinghua University, Beijing 100084, China
2. Department of Mechanics, School of Aerospace Engineering, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China
3. Fangda Group, Chengdu Carbon, Co., Ltd., Chengdu 610100, China

Abstract The strength of domestic graphite (NG-CT-01) is studied by experiments. Considering the dispersion of graphite material strength, samples are cut with different positions, directions, and blocks. The tensile, compressive, and flexural strength of the material are tested according to the national standards. Compressive stress is based on the equivalent tensile stress that appears in the evaluation of the stress on graphite, and the graphite safety evaluation of the data is determined by the tensile strength of the experiment. Therefore, the minimum strength is given based on the calculation of the tensile strength for the measured data. For graphite strength safety evaluation, the graphite strength Weibull distribution must be known. By using the maximum likelihood method, two-parameter Weibull distribution parameters are fitted with the tensile strength of the experimental data by means of the software of Weibull++7. Experimental data are fitted by two-parameter Weibull distribution. The estimated Weibull parameters are modified by following the German HTGR design specifications KTA-3232 HTR Ceramic Pressure Vessels Internals(1992). It provides the basis parameters for the future validation static and dynamic experiments for HTR-PM projects. After comparing the experimental results, the conclusion could be drawn out that the graphite strength parameters have been improved based on the original data, and the parameters are able to basically meet the technical requirements for the structural and seismic engineering verification tests.

Keywords graphite; strength test; Weibull distribution

收稿日期: 2012-05-21; 修回日期: 2012-07-05

基金项目: 国家重大科技专项(ZX06901); 国家自然科学基金项目(11002080)

作者简介: 胡玉琴, 工程师, 研究方向为反应堆结构力学, 电子信箱: huyuqin@mail.tsinghua.edu.cn; 孙立斌(通信作者), 副研究员, 研究方向为反应堆结构力学, 电子信箱: slb@mail.tsinghua.edu.cn

0 引言

高温气冷堆具有第四代核反应堆的主要特征,是第四代核反应堆的主要候选堆型之一。石墨材料耐高温、中子慢化能力强、中子吸收截面小,在高温气冷反应堆堆内构件设计中得到了广泛的应用,成为高温气冷堆不可或缺的材料^[1-2]。清华大学核能技术设计研究院设计建造的 10MW 模块试验堆 HTR-10,经过一系列试验验证,证实 HTR-10 的模块堆设计理念是正确和成功的^[3]。在此基础上设计的高温气冷堆核电站示范工程 HTR-PM,相关研究课题也已列入国家中长期发展计划重大项目^[4-5]。在高温气冷堆若干关键技术中,作为反应堆反射层和重要结构材料的石墨直接影响到反应堆的安全稳定运行,因此对石墨的强度研究具有重要的意义。目前国内外的一些现有石墨材料已有大量的实验数据用于强度评价,但是作为重大专项课题子课题《石墨堆内构件的动力学响应和结构完整性研究》的主要实验用材料之一,国产 NG-CT-01 石墨的力学性能,特别是其抗拉强度分布数据尚未准确测定和评价。

石墨是一种近脆性材料,其各种特性包括强度都具有很大的分散性。导致这种分散性的原因主要是生产中所选的原材料波动,以及工艺流程中各种因素的差异和外部环境的影响,即使同为一个规格的石墨,其强度值都可能有很大的差别。因此必须生产过程中不断地进行试验检查,取得必要的统计数据,以保证石墨强度特性的可靠性,满足高温气冷堆重大专项课题工程验证用石墨的严格要求。考虑到石墨材料强度的分散性,试验对石墨材料不同批次和坯料不同部位、不同方向进行了取样。

1 实验方法

1.1 实验取样规划

石墨材料供货商在生产中按批进行取样,每批每块石墨进行取 X、Y、Z 三个正交方向的压缩和弯曲试样。为提高材料的可用率,石墨材料供货商取样位置为坯料的两端接近表面位置。为研究石墨坯料内部的强度不均匀性,材料供货后,清华核研院随机选取两块石墨坯料进行整体剖析。取样拉伸试样共 112 个、压缩试样 12 个、弯曲试样 14 个。详细取样数量、种类和取样单位见表 1。本文通过实验分别研究了该石墨的抗拉、抗压和抗弯强度,并对实验结果进行统计分析。

表 1 强度实验取样方案

Table 1 Sampling plan for the strength tests

序号	试样种类	试样数量/件	
		清华核研院	石墨材料供货商
1	拉伸试样	112	6
2	压缩试样	12	137
3	弯曲试样	14	137

取 400mm×400mm×200mm 的石墨砖两块,分别进行如图 1 中所示的切割,则可得 X 向抗拉强度试样 49 件,Y 向抗拉强度试样 63 件,总计 112 件。再取 400mm×400mm×200mm 中剩余的部分,切割获取压缩和弯曲试验的试样。具体取样和编号方案如图 2 所示,则可分别得到 X 向压缩强度试样 5 件,Z 向压缩强度试样 7 件,X 向弯曲强度试样 7 件,Y 向弯曲强度试样 7 件,总计压缩强度试样 12 件,弯曲强度试样 14 件。石墨材料供货商在每块石墨坯料上取样。

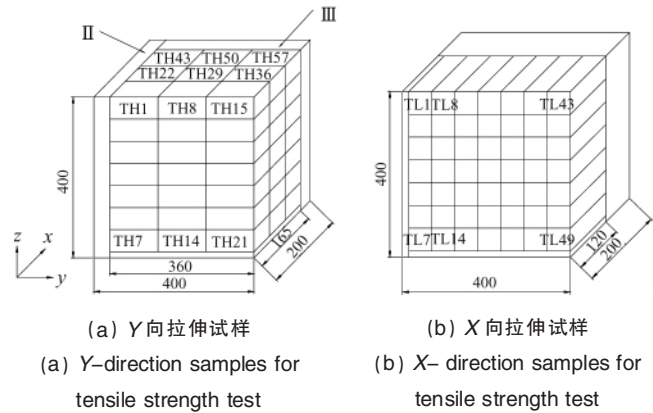


图 1 抗拉强度试验取样编号方案

Fig. 1 Sampling and numbering plan for the tensile strength test

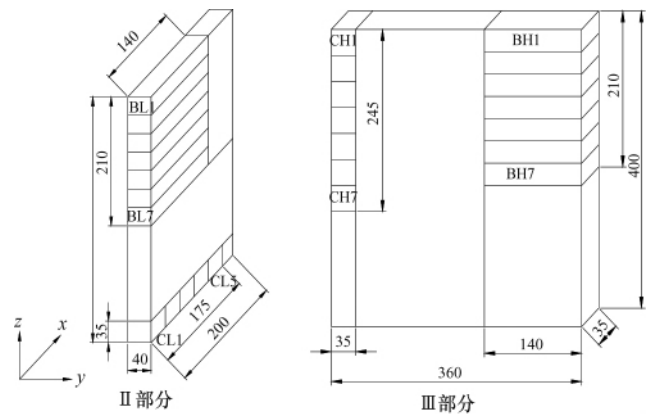


图 2 压缩和弯曲强度试验取样编号方案

Fig. 2 Sampling and numbering plan for compressive strength and flexural strength tests

1.2 抗拉强度试验

根据德国标准《DIN51914-1985 石墨抗拉试验方法》^[6],抗拉强度试验的试样和夹具如图 3 和 4 所示。为确保拉伸实验中试样收到单轴纯拉载荷,拉伸试样夹具设计成链式连接,以排除由于实验机上下夹头对中不准而带来的弯矩和扭矩影响。

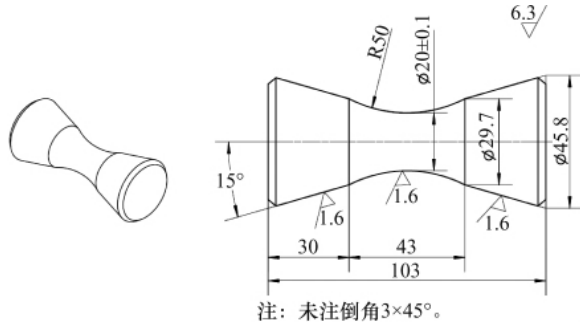


图3 抗拉强度试验试样

Fig. 3 Sample for the tensile strength test



图4 拉伸试样夹具

Fig. 4 Jigs using by the tensile strength tests

$$\sigma_t = 4F / (\pi D^2) \quad (1)$$

其中, σ_t 为抗拉强度, MPa; F 为最大载荷, N; D 为最小直径, mm。

1.3 压缩强度试验

根据《GB/T 13465.3-2002 不透性石墨材料抗压强度试验方法》^[7]取压缩试样为直径 25mm, 高 25mm 的圆柱体。

$$\sigma_c = 4F / (\pi D^2) \quad (2)$$

其中, 压缩强度 σ_c , MPa; 最大载荷 F , N; 最小直径 D , mm。

1.4 弯曲强度试验

根据《GB/T 13465.2-2002 不透性石墨材料抗弯强度试验方法》^[8], 取弯曲试样为 20mm×20mm×120mm 的长方体。

$$\sigma_f = 3FL / (2bh^2) \quad (3)$$

其中, 弯曲强度 σ_f , MPa; 支座跨距 L , mm; 试样宽度 b , mm; 试样厚度 h , mm。

2 数据处理与分析

2.1 实验数据

将全部实验数据的有效数据个数、试样个数、平均值、标准差和规格书强度平均值限值列在表 2 中。从中可看出, 材料供货商的抗压强度结果对比核研院的试验结果, 其平均值高约 9MPa, 标准差低 0.6MPa。分析原因主要是由于材料供货商压缩试验的有效试验数量较多(131:12), 且其取样位置单一, 为每块石墨坯料的段部接近表面的位置, 无法反映出石墨坯料内部不同位置和方向材料强度的分散性。而弯曲试验不同数据来源的结果相对比较接近。抗压强度和弯曲强度的

表 2 3 种强度试验数据

Table 2 Experimental data for three kinds of strength tests

试验种类 (数据来源: A 核研院, B 材料供货商)	有效数据个数 n	试样个数 N	平均值 μ /MPa	标准差 σ /MPa	规格书强度平均值限值/MPa
拉伸试验	A 105* B 6	112 6	25.52 25.22	2.41 3.43	-
压缩试验	A 12 B 131*	12 137	75.53 84.35	6.04 5.40	≥ 60
弯曲试验	A 14 B 137	14 137	34.99 34.67	2.50 2.76	≥ 30

注: * 拉伸实验(A)有 7 个试验样品失效, 压缩试验(B)有 6 个试验样品失效。

Notes: *Seven samples are failed with tensile experiments (A), six samples are failed with compression experiments (B).

试验结果均在材料技术规格书的要求限值之内, 能够满足高温气冷堆重大专项实验工程验证的基本要求。

依据核研院的试验结果, 国产 NG-CT-01 石墨压缩强度是弯曲强度的 2.16 倍, 是抗拉强度的 2.96 倍。其中抗拉强度值最小。考虑到石墨堆内构件在运行工况和事故工况下最危险部位承受拉伸应力, 由于在对石墨的应力评价中, 压缩应力是以当量拉应力出现的, 且石墨安全评价所用数据一般通过抗拉强度实验确定, 因此后续的分析研究只考虑抗拉强度。

2.2 石墨规定的最小强度

由于石墨是近脆性材料, 其强度值的分散性比较大, 不可能采用实际数据的平均值作为设计强度值, 因此要求在 95% 置信水平、99% 可靠度的性能指标下, 求得的石墨强度(称为规定的最小强度), 其计算方法如式(4)石墨规定的最小强度:

$$S_n = \mu - (2.326 + 1.645 / \sqrt{n}) \sigma \quad (4)$$

其中, μ 是平均值, σ 是标准差, n 是有效数据个数。通过表 2 中试验结果计算得到, 国产 NG-CT-01 石墨材料规定的最小抗拉强度 $S_n = 19.55$ MPa。

2.3 石墨抗拉强度威布尔分布

为了对石墨强度进行安全评价, 必须知道石墨强度的威布尔分布。三参数威布尔分布概率密度分布函数为:

$$f(x) = \frac{\beta}{\eta} \left(\frac{x-\gamma}{\eta} \right)^{\beta-1} \exp \left[- \left(\frac{x-\gamma}{\eta} \right)^{\beta} \right] \quad (5)$$

位置函数 $\gamma=0$ 时, 该模型就是两参数的威布尔分布。其中 β 是形状函数, η 是尺度函数。一般工程认为石墨强度的概率分布满足两参数威布尔分布。

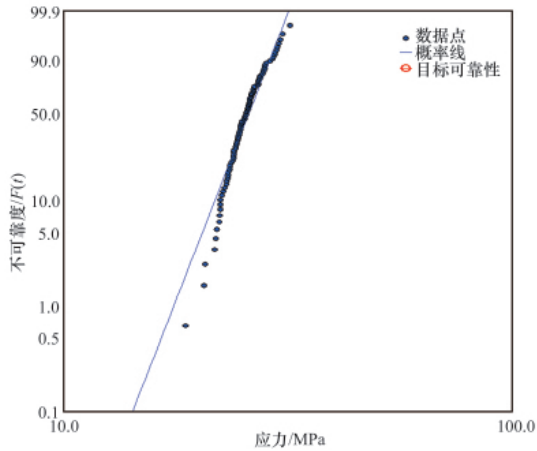
应用 Weibull++7 软件, 采用极大似然法对实验数据两参数威布尔分布参数进行点估计, 得到具体结果见表 3。其中的

表 3 石墨抗拉强度两参数威布尔参数点估计值

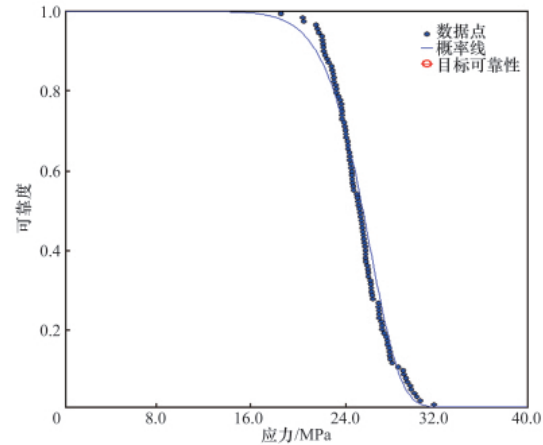
Table 3 Weibull distribution parameters estimation for the two-parameter of graphite tensile strength

试验种类	最大值 /MPa	最小值 /MPa	平均值 μ /MPa	标准差 σ /MPa	形状参数 B	尺度参数 η /MPa	石墨规定的最小强度 S_0 /MPa
拉伸实验	31.97	18.68	25.52	2.40	12.89	26.48	19.55

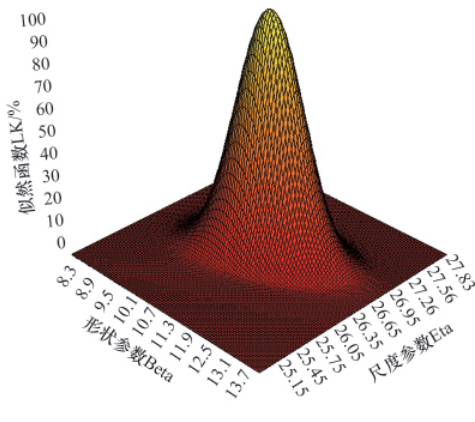
威布尔参数是在先行假定实验数据分布服从威布尔分布的前提下进行的点估计值,然而实验数据是否确实服从威布尔分布要根据假设检验的结果来进行判断,从图 5 可以看出用威布尔分布拟合试验数据结果还是吻合得非常好的,分别给出了 Weibull 概率分布图、可靠度应力图、似然函数曲面图以及 5 级 contour 图。从这些分析结果可以表明石墨材料的强度能很好地用两参数威布尔分布进行拟合,结果可用于石墨部件的概率风险分析。



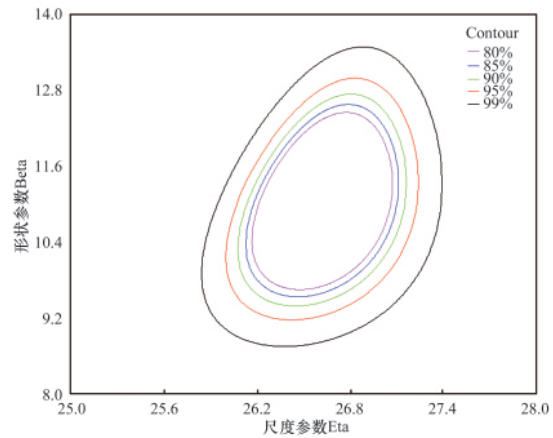
(a) 概率图
(a) Probability-Weibull



(b) 可靠度-应力图
(b) Probability-Stress



(c) 似然函数曲面图
(c) Likelihood function surface



(d) 5 级 contour 图
(d) Five levels contour plot

图 5 Weibull 分布
Fig. 5 Weibull distribution

2.4 威布尔参数的修正

为了保证石墨结构强度概率计算具有 95% 的置信度,根据德国《KTA-3232 反应堆压力容器内的陶瓷堆内构件》^[9]的规定,对通过极大似然法得到的威布尔分布的两个参数应该进行相应的修正。修正公式如(6)和(7)所示。

$$\beta = \beta / t(n; 0.95) \quad (6)$$

$$\eta = \eta \times \exp[-t'(n; 0.95) / \beta] \quad (7)$$

其中 t 和 t' 是修正因子,可根据《KTA 3232 反应堆压力容器内的陶瓷堆内构件》中的图表来确定,见图 6 和图 7 所示。

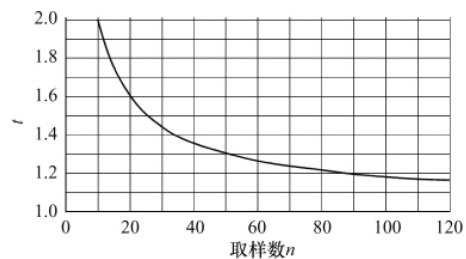


图 6 两参数威布尔分布形状参数 β 修正因子 t (置信度为 0.95)^[9]
Fig. 6 The shape parameter β of two-parameter Weibull distribution modifying factor t (0.95 confidence)^[9]

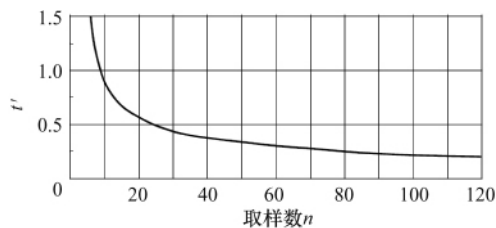


图7 两参数威布尔分布尺度参数 η 修正因子 t' (置信度为 0.95)^[9]

Fig. 7 The scale parameter η of two-parameter Weibull distribution modifying factor t' (0.95 confidence)^[9]

根据公式(6)和(7)以及图6和7确定的修正因子,修正后的形状参数和尺度参数计算结果见表4。

表4 威布尔参数修正表

Table 4 Modified Weibull distribution parameters

试验种类	样本容量 n	形状参数 β	尺度参数 η/MPa	修正因子 t	修正因子 t'	修正后形状参数 β_i	修正后尺度参数 η_i/MPa
抗拉强度	105	12.89	26.48	1.172	0.215	10.00	25.91

根据上述参数,将 NG-CT-01 型石墨与日本的 IG11、德国的 NBG-18 以及几种国产石墨进行相关参数的比较^[2,10-12],比较结果列在表5中。可见之前的几种国产石墨和国外的石墨强度之间还有一定的差距,然而近几年国产石墨的强度在其原有工艺水平上已经有所提高,但考虑到石墨坯料的尺寸

表5 各种石墨参数比较

Table 5 Comparison among all kinds of graphite parameters

对比参数	石墨规格					
	IG11 ^[2]	NBG-18 ^[6,8]	国产 C ^[7]	国产 S ^[7]	国产 R ^[7]	NG-CT-01
平均值/MPa	25.50	19.98	21.88	17.96	19.8	25.52
标准差/MPa	1.78	1.95	2.24	2.69	3.01	2.40
形状参数 β	18.00	11.24	11.24	6.26	6.55	12.89
尺度参数 η/MPa	24.90	20.87	22.87	19.16	21.12	26.48
修正后形状参数 β_i	15.50	9.97	9.61	5.40	5.70	10.00
修正后尺度参数 η_i/MPa	25.60	20.52	22.43	18.50	20.45	25.91
规定的最小强度/MPa	19.20	15.27	16.32	11.29	12.36	19.55

规格、杂质提纯要求,以及辐照数据的积累,国产石墨材料尽管初步满足了高温气冷堆实验验证的要求,但离真正能满足高温气冷堆堆内构件可选用的材料,其在研发、生产、质保和管理方面还任重而道远。

3 结论

通过试验和数据统计分析,得出以下结论:给出国产 NG-CT-01 型石墨抗拉、抗压和抗弯强度的平均值和标准差,抗压强度是抗弯强度的 2.16 倍,是抗拉强度的 2.96 倍,计算出规定的最小强度为 19.55MPa。按照威布尔分布进行拟合,得到石墨材料的尺度参数 26.48,形状参数 12.89。依据德国高温气冷堆设计规范《KTA 3232 反应堆压力容器的陶瓷堆内构件》的规定修正威布尔分布参数,以保证石墨结构强度概率计算具有 95%的置信度,修正后的尺度参数为 25.91,形状参数为 10.00。从上述试验数据和统计分析结果可知国产石墨强度的分散性有了一定的提高,已经基本能够满足高温气冷堆工程验证实验中尺寸规格要求不大、性能要求不十分严格的部分结构试验和抗震试验的技术要求。得到的石墨强度的威布尔分布参数,可以用于石墨部件的体积失效概率设计计算。最后对比了国产石墨材料和国内外几种现有石墨材

料的强度参数,分析了目前国产石墨在强度指标和其分散性的现状,为国产石墨材料的研发和生产提供了数据参考。

参考文献 (References)

- [1] 徐世江. 核石墨研发的设想[J]. 炭素技术, 2010, 29(3): 55-60.
Xu Shijiang. *Carbon Techniques*, 2010, 29(3): 55-60.
- [2] 汪超洋, 张振声, 于溯源. 高温气冷堆石墨材料强度的评价[J]. 核动力工程, 2001, 22(4): 321-323.
Wang Chaoyang, Zhang Zhensheng, Yu Shuyuan. *Nuclear Power Engineering*, 2001, 22(4): 321-323.
- [3] Chen F B, Zhang Z Y, Zheng Y H, et al. Current status of the code validation work using the HTR-10 test data [C]//Proceedings of HTR 2010, Prague, Czech Republic, October 18-20, 2010: 99.
- [4] Zhang Z Y, Wu Z X, Sun Y L, et al. Design aspects of the Chinese modular high-temperature gas-cooled reactor HTR-PM [J]. *Nuclear Engineering and Design*, 2006, 236(5-6): 485-490.
- [5] 张作义, 吴宗鑫, 何树延, 等. 高温气冷堆核电站示范工程部分设备的创新研发[C]. 中国核能可持续发展论坛. 北京: 中国核能行业协会, 2010: 74-81.
Zhang Zuoyi, Wu Zongxin, He Shuyan, et al. HTR nuclear power plant demonstration engineering equipment R & D and innovation [C]. Sustainable Development of China Nuclear Energy. Beijing: China Nuclear Energy Association, 2010: 74-81.

- [6] DIN51914-1985. Testing of carbon materials; determination of tensile strength; solid matters[S]. Berlin: DIN, 1985.
- [7] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 13465.3 2002.不透性石墨材料抗压强度试验方法 [S]. 北京: 中国标准出版社,2003. General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of P.R.C. GB/T 13465.3 2002.Test method for compressive strength of impermeable graphite materials [S]. Beijing: China Standards Press, 2003.
- [8] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 13465.2 2002 不透性石墨材料抗弯强度试验方法 [S]. 北京: 中国标准出版社,2003. General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of P.R.C. GB/T 13465.2 2002. Test method for flexure strength of impermeable graphite materials [S]. Beijing: China Standards Press, 2003.
- [9] KTA-3232 反应堆压力容器内的陶瓷堆内构件 [S]. 德国: 德国核技术委员会, 1992.
- KTA-3232 HTR ceramic pressure for vessels internals [S]. Germany: Nuclear Safety Standards Commission, 1992.
- [10] 高明山. NBG-18 核石墨拉伸强度实验研究 [D]. 北京: 清华大学, 2006.
- Gao Mingshan. Experimental study on nuclear graphite strength of NBG-18[D]. Beijing: Tsinghua University, 2006.
- [11] 亢方亮. 高温气冷堆国产核石墨拉伸强度实验研究[D]. 北京: 清华大学, 2008.
- Kang Fangliang. Experimental study on Chinese nuclear graphite strength for HTR[D]. Beijing: Tsinghua University, 2008.
- [12] Li H W, Gao M S, Sun L B. Strength Weibull distribution analysis for the NBG-18 Graphite in HTR[C]. TRANSACTIONS, 19th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology, Toronto, August 12-17, 2007, S3-4.

(责任编辑 岳臣)

· 学术动态 ·



“2012 年电站自动化信息化学术 和技术交流会议”征文

由中国动力工程学会自动控制专委会主办的“2012 年电站自动化信息化学术和技术交流会议”拟于 2012 年 11 月 1 日在南京市召开。

征文范围:(1) 电站自动控制技术:国内外电站自动化信息化技术发展综述(火电、核电、水电等);新理论新技术在电站自动控制应用;(2) 电站信息化技术:数据挖掘技术在电站信息化中的应用;厂级监控信息系统(SIS)和管理信息系统(MIS);电站建模仿真技术发展与应用;智能仪表与智能传感器应用技术;分散控制系统(DCS)和可编程控制器(PLC)应用技术;现场总线与计算机网络技术及其在电站的应用;(3) 主辅机性能监测与故障诊断技术和寿命管理:机组状态维修和设备维修管理;火电机组性能监测与故障诊断;寿命管理;(4) 机组节能减排与运行优化技术:锅炉燃烧优化技术;节能减排控制技术;运行优化理论与技术;机组间负荷优化分配和调度;电站成本分析与实时报价;(5) 新型机组控制技术:循环流化床锅炉控制系统的设计与应用;超临界、超超临界机组控制系统的设计与应用;垃圾炉控制系统的设计与应用;燃气蒸汽联合循环控制系统的设计与应用;天然气热电冷三联供控制系统的设计与应用;可再生能源发电系统控制技术;IGCC 控制系统的设计与应用;环保监控装置与系统:脱硫脱硝监控技术和设备运行。

联系电话:021-64358710-361。

电子信箱:luwenhua@speri.com.cn。

会议网站:http://www.cpeweb.com.cn/dongli/article.asp?class_id=36&bclass_id=643&art_id=993。