

**ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ГИДРИДОВ ПО ТОЛЩИНЕ ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА  
Э110 ПОСЛЕ НАВОДОРОЖИВАНИЯ ИЗ ГАЗОВОЙ СРЕДЫ**

М.Н. Бабихина

Научный руководитель: ассистент кафедры общей физики В.Н. Кудияров  
Томский политехнический университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050 E-mail:  
m.babihina@mail.ru

**THE INVESTIGATION OF HYDRIDES BULK DISTRIBUTION IN ZIRCONIUM ALLOY E110  
AFTER HYDROGENATION AT GAS ATMOSPHERE**

M.N. Babihina

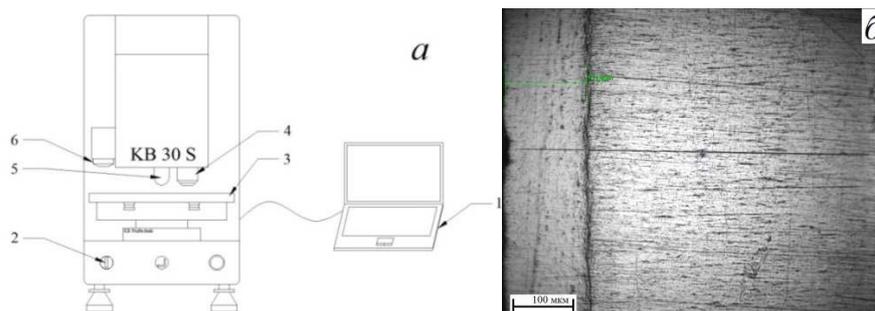
Scientific supervisor: assistant of General Physics department V.N. Kudiiarov  
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050  
E-mail: m.babihina@mail.ru

***Annotation.** The study of hydrides distribution gradient in bulk of zirconium alloy E110 after hydrogenation was performed by measuring the Vickers microhardness. Hydride layer in the zirconium alloy has formed after hydrogenation at low temperature and high pressure. There is gradient distribution of hydrides and hydrogen in the hydride layer. That was confirmed by analysis of the hydrogen profile which was obtained by glow discharge optical emission spectrometry*

Цирконий и сплавы на его основе обладают малым сечением захвата тепловых нейтронов и высокой коррозионной стойкостью, и нашли широкое применение в ядерной энергетике. В процессе эксплуатации в активной зоне ядерного реактора изделия из циркониевых сплавов подвергаются коррозии и наводороживанию. При этом в циркониевых оболочках тепловыделяющих элементов происходит проникновение водорода преимущественно с внешней стороны и как следствие после эксплуатации наблюдается неравномерное распределение гидридов по толщине стенки твэлов [1-3]. Для проведения механических испытаний оболочечных труб из циркониевых сплавов в обоснование проектных критериев эксплуатации водо-водяных энергетических реакторов необходима подготовка экспериментальных образцов с плотным гидридным слоем у внешней стороны. Такие образцы могут быть подготовлены при наводороживании в среде чистого водорода под давлением (1-2 атм.) и температуре 300-320 °С. В настоящей работе проведена оценка распределения гидридов по толщине специально подготовленных экспериментальных образцов используя металлографический анализ и изучение распределения микротвердости образцов по поперечному шлифу.

**Материал и методика исследований.** Для исследования использовались прямоугольные плоские образцы циркониевого сплава Э110 размерами 20×20×0,6 мм. Образцы подверглись шлифованию для удаления окисной пленки с помощью наждачной бумаги с маркировкой по ISO-6344 600, 1500, 2000 и 2500. Наводороживание проводилось на установке GasReactionControllerLP [4] в течение 6 часов при температуре 300-320 °С до концентрации 2500 ppm. Концентрация водорода измерялась на анализаторе RHEN602 фирмы LECO. Анализ распределения водорода в подготовленных образцах осуществлялся на

спектрометре плазмы тлеющего разряда Profiler 2. Микротвердость измерялась с помощью твердомера Виккерса KB 30SPrufttechnikGmbH, схема которого представлена на рисунке 1а.



*Рис. 1. Схема твердомера Виккерса KB 30SPrufttechnikGmbH (а): 1 – компьютер со специальным программным обеспечением; 2 – кнопка включения питания; 3 – столик; 4 – 20X объектив; 5 – индентор (алмазная пирамидка); б – обзорная камера и снимок профиля поперечного шлифа образца циркониевого сплава Э110 после наводороживания(б)*

Твердомер Виккерса KB 30SPrufttechnikGmbH состоит из компьютера со специальным программным обеспечением (1) и непосредственно системы для измерения твердости. На лицевой панели системы расположены кнопки питания и экстренной остановки системы (2). Для измерения твердости исследуемый образец помещается на регулируемый во всех трех осях автоматический столик (3). Анализ состояния поверхности и создание фотографий поверхности возможно при использовании объектива (4) с увеличением 20 или с использованием обзорной камеры (б). Индентация поверхности с помощью алмазной пирамидки (5) возможна с нагрузками в диапазоне от 0,01 до 5 кг. После проведения индентации автоматически измеряются длины диагоналей отпечатка, и определяется микротвердость по Виккерсу.

Образцы циркониевого сплава Э110 после наводороживания были залиты в эпоксидную смолу для дальнейшей работы с поперечным шлифом образца. Затем образцы подверглись механической шлифовке и полировке для проведения металлографических исследований. Для исследования особенностей распределения гидридов по толщине образца проводилась серия из 40 измерений микротвердости с одинаковой нагрузкой 0,05 кг. Данные измерений микротвердости дополнены анализом распределения водорода по глубине образца.

**Результаты исследований.** На рисунке 1б представлен снимок поперечного шлифа циркониевого сплава Э110 после наводороживания. Согласно данным оптической микроскопии в результате наводороживания на внешней поверхности образцов имеется плотный гидридный слой толщиной 130 мкм. Результаты рентгеноструктурного анализа подтверждают данный результат.

На рисунке 2а представлены результаты измерения микротвердости поперечного шлифа образца циркониевого сплава Э110. Гидридный слой обладает большей твердостью по сравнению с циркониевой матрицей [5]. Однако в самом гидридном слое имеется градиент распределения твердости. Такой эффект может объясняться тем, что в процессе наводороживания при невысокой температуре и высоком давлении обеспечиваются низкая скорость диффузии при высокой скорости проникновения водорода. Это приводит к тому, что гидриды формируются непосредственно после проникновения водорода вблизи поверхности материала. Последующее проникновение водорода происходит через сформированный гидрид, что ведет к снижению скорости сорбции водорода. Как результат, при низкой скорости

диффузии и невысокой температуре происходит формирование гидридов непосредственно при наводороживании.

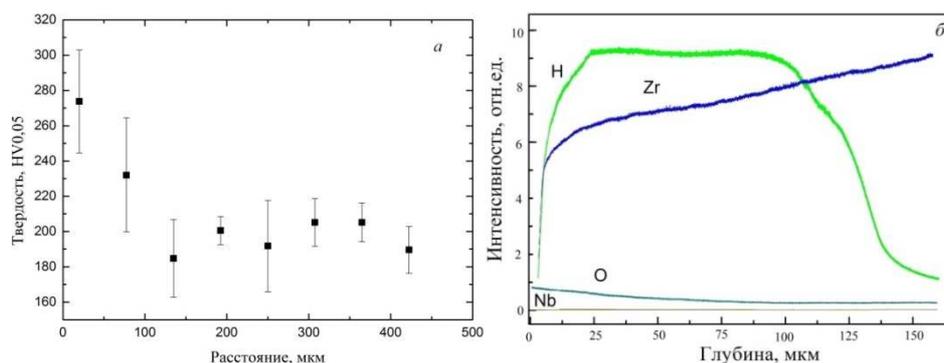


Рис. 2. Результаты измерения микротвердости поперечного шлифа (а) и профиля распределения водорода по глубине наводороженного образца циркониевого сплава Э110 (б)

Уменьшение количества водорода в образце с ростом глубины подтверждает анализ распределения водорода методом спектрометрии плазмы тлеющего разряда (рисунок 2б). С ростом глубины анализа происходит увеличение интенсивности сигнала циркония и небольшое уменьшение интенсивности сигнала водорода. При этом тот факт, что толщина гидридного слоя составляет 130 мкм, так же подтверждается профилем распределения водорода по глубине.

**Заключение.** Исследование распределения микротвердости по поперечному шлифу циркониевого сплава Э110 наводороженного до концентрации 2500 ppm со сформированным гидридным слоем толщиной 130 мкм показало, что в гидридном слое имеется градиент распределения водорода. Такой эффект связан с особенностями наводороживания при низкой температуре и высоком давлении водорода, что обуславливает формирование гидрида непосредственно при наводороживании. Дальнейшее проникновение водорода происходит через сформированный гидрид, что приводит к неравномерному распределению водорода в самом слое. Градиент распределения водорода по глубине подтверждается спектрометрией плазмы тлеющего разряда.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Воеводин В. Н. Конструкционные материалы ядерной энергетики–вызов 21 века //Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 2007. – №. 2. – С. 10-22.
2. Steuwer A. et al. Evidence of stress-induced hydrogen ordering in zirconium hydrides //Acta Materialia. – 2009. – Т. 57. – №. 1. – С. 145-152.
3. Nagase F. Hydride behavior in Zircaloy cladding tube during high-temperature transients //Journal of Nuclear Materials. – 2011. – Т. 415. – №. 1. – С. 117-122.
4. Кудияров В. Н., Лидер А. М. Изучение процессов сорбции и десорбции водорода при помощи автоматизированного комплекса GasReactionControllerLP. – 2013. - №.10. – С. 3466-3471.
5. Rico A. et al. Nanoindentation measurements of the mechanical properties of zirconium matrix and hydrides in unirradiated pre-hydrided nuclear fuel cladding //Journal of Nuclear Materials. – 2014. – Т. 452. – №. 1. – С. 69-76.