

**ОПТИМИЗАЦИЯ ТОЛЩИНЫ ВОДОРОДОНЕПРОНИЦАЕМЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ
НИТРИДА ТИТАНА**

Фу Сяо

Научный руководитель: ассистент кафедры Общей Физики М.С. Сыртанов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: fuxiyao0526@gmail.com

**THE THICKNESS OPTIMIZATION OF HYDROGEN IMPERMEABLE COATING BASED ON
TITANIUM NITRIDE.**

Fu Xiyao

Scientific Supervisor: assistant of General Physics department M. S. Syrtanov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin Avenue, 30, 634050

E-mail: fuxiyao0526@gmail.com

***Abstract.** In this paper the hydrogen sorption by TiN coated zirconium alloy Zr1%Nb with different thickness was investigated. It was found that hydrogen sorption rate decreases with coating thickness growth, while adhesion increasing. The application of coating based on titanium nitride about 2 microns thick reduces hydrogen sorption rate more than two order.*

Цирконий и сплавы на его основе являются важным конструкционным материалом легководных атомных зонах [1]. Существует проблема защиты конструкционных материалов, работающих в водородосодержащих средах от деструктивного воздействия водорода. Известно, что водород оказывает существенное влияние свойства металлов и сплавов. Проникновение водорода в объём материала приводит к коррозии, охрупчиванию и деградации механических свойств. Эффективным методом защиты циркониевых сплавов от проникновения водорода является нанесение водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана [2]. Увеличение толщины таких покрытий приводит к росту эффективности барьерных свойств по отношению к водороду, однако существенно ухудшается адгезия. В связи с этим, подбор оптимальной толщины покрытий на основе нитрида титана является актуальной проблемой.

Целью данной работы является оптимизация толщины водородонепроницаемых покрытий на основе нитрида титана.

Приборы, методы исследования. При проведении экспериментов было подготовлено 8 образцов циркониевого сплава Э-110 с линейными размерами 20×20×1 мм. Шлифование осуществлялось с использованием кремневой шлифовальной бумаги. Отжиг осуществляют при 580°C в течение 180 мин. Нанесение покрытий осуществлялось на вакуумной ионно-плазменной установке «Радуга спектр» при различном времени напыления. Время распыления варьировалось от 10 до 100 минут.

Измерение толщины покрытий TiN проводилась на приборе Calotest CAT-S-0000. Calotest CAT-S-0000 - это прибор, в котором реализован способ истирания покрытия с помощью стального шара с

известным радиусом [3]. Процедура истирания продолжается до образования в зоне контакта полусферы. Полученный шаровой сегмент имеет определенную глубину и диаметр основания, по которым и рассчитывается толщина пленки.

Оценка толщины покрытий проводилась по формуле:

$$l = \frac{1}{2} \left(\sqrt{4R^2 - d^2} - \sqrt{4R^2 - D^2} \right)$$

где l – толщина покрытия, R – диаметр шара, D – диаметр большого круга, d – диаметр маленького круга.

Измерение адгезионной прочности проводилось на приборе Micro Scratch Tester фирмы CSEM методом контролируемого нанесения царапины алмазным индентором.

Исследование сорбции водорода проводилось на автоматизированном комплексе Gas Reaction Controller, в котором процесс наводороживания осуществляется из газовой фазы.

Оценка скорость сорбции водорода проводилась по формуле:

$$v = \frac{\Delta c}{\Delta t}$$

где v – скорость сорбции водорода, Δc – изменение содержания водорода, Δt – изменение времени.

Результаты и их обсуждение.

Измеренные толщины покрытий на исследуемых образцах представлены в таблице 1.

Таблица 1

Толщины покрытий TiN на образцах циркониевого сплава Э-110

Время распыления, мин.	10	25	50	100
Толщина, мкм	0,60	0,70	0,92	1,88

Толщины покрытий TiN, нанесенных методом магнетронного распыления увеличивается с ростом времени распыления. Для времени распыления от 10 до 100 минут наблюдается повышение толщины покрытий от 0,60 до 1,88 мкм соответственно.

Для оценки адгезионной стойкости покрытий TiN на циркониевых сплавах Э-110 была измерена адгезионная прочность покрытий. Измеренные адгезионной прочности на исследуемых образцах представлены в таблице 2.

Таблица 2

Адгезионная прочность на образцах циркониевого сплава Э-110

Толщина покрытия, мкм	0,60	0,70	0,92	1,88
Адгезионная прочность, Н	9,45	5,12	4,29	3,70

Из таблицы 2 видно, адгезия покрытий TiN, нанесенных методом магнетронного распыления, уменьшается с ростом толщины покрытия. Для покрытий с толщиной от 0,60 мкм до 1,88 мкм наблюдается уменьшение адгезионной прочности от 9,45 до 3,70 Н соответственно.

Для исследования влияния толщины покрытий нитрида титана на водородопроницаемость были проведены измерения скорости сорбции водорода образцами. Насыщение образцов осуществлялось при температуре 350 °С, давлении водорода в камере 0,66 атм. Кривые сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 в исходном состоянии и с покрытиями нитрида титана различной толщины представлены на рисунке 1.

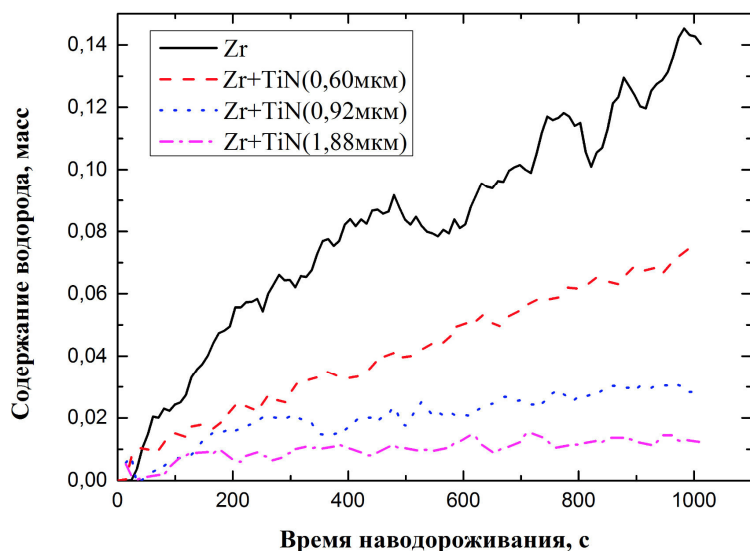


Рисунок 1. Кривые сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 в исходном состоянии и с покрытиями нитрида титана различной толщины.

Скорость сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 в исходном состоянии составила $1,13 \times 10^{-4}$ масс/с. Из рисунка 1 видно, что увеличение толщины покрытия на основе нитрида титана приводит к снижению скорости сорбции. Значение скорости сорбции циркониевого сплава с покрытием нитрида титана толщиной 1,88 мкм составило $6,51 \times 10^{-6}$ масс/с. Нанесение покрытия нитрида титана толщиной 1,88 мкм приводит к снижению скорости сорбции циркониевым сплавом Э110 более чем на два порядка.

Выводы. Адгезия покрытий TiN, нанесенных методом магнетронного распыления, уменьшается с ростом толщины покрытия. Для покрытий с толщиной от 0,60 мкм до 1,88 мкм наблюдается уменьшение адгезионной прочности от 9,45 до 3,70 Н соответственно. Скорость сорбции водорода образцами циркониевого сплава Э-110 в исходном состоянии больше, чем образцами циркониевого сплава Э-110 с покрытием на основе нитрида титана. С увеличением толщины покрытия нитрида титана наблюдается снижение водородопроницаемости. Нанесение покрытий нитрида титана толщиной порядка 2 мкм методом магнетронного распыления приводит к снижению скорости сорбции циркониевым сплавом Э110 на два порядка.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Куприн А. С., Белоус В. А., Воеводин В. Н. Высокотемпературное окисление на воздухе оболочек из циркониевых сплавов Э110 и Zr-1Nb с покрытиями. // ISSN 1562-6016. ВАИТ. – 2014. – №1(89). – 126 с.
2. Y. Fukai. The metal-hydrogen system. Basic bulk properties. Series: Springer Series in Materials Science. vols. 21. 2nd rev. and updated ed. 2005, XII, 497 p.
3. N.X. Randall. Finer particle size allows better coating characterisation with the Calotest. Applications bulletin, Dokument AB №5, CSM Instruments, Advanced Mechanical Surface Testing, 1997.