

**МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА Э110 МЕТОДОМ
ВЫСОКОИНТЕНСИВНОЙ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ**А.В. Курочкин

Научный руководитель: ассистент, к.ф.-м.н. Е.Б. Кашкаров

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: avkurochkin93@mail.ru**MODIFICATION OF THE SURFACE OF ZIRCONIUM E110 ALLOY BY THE METHOD OF
HIGH-INTENSITY ION IMPLANTATION**A.V. Kurochkin

Scientific Supervisor: assistant PhD E.B. Kashkarov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: avkurochkin93@mail.ru

***Abstract.** In this work, a deep surface modified layer of TiZr was obtained using high-intensity low-energy implantation of titanium ions into the zirconium alloy Zr-1Nb. The effect of irradiation dose on the microstructure, phase composition, thickness and tribological properties of surface modified zirconium alloy were investigated.*

Введение. Циркониевые сплавы широко используются в качестве конструкционного материала для оболочек тепловыделяющих элементов активной зоны водо-водяных энергетических реакторов. Циркониевые сплавы обладают низким сечением поглощения тепловых нейтронов, высокой коррозионной стойкостью в воде при температуре 350-360 °С и хорошими механическими свойствами. Однако, в процессе эксплуатации реакторов циркониевые сплавы подвержены коррозии и наводороживанию, что приводит к деградации их физико-механических свойств. Для повышения коррозионной стойкости и механических свойств поверхности циркониевых сплавов разрабатываются различные методы, включающие осаждение покрытий и модифицирование поверхности пучками заряженных частиц [1].

Материалы и методы исследования. В качестве подложки использовался сплав циркония Э110 (Zr-1Nb) размерами 20×20×2 мм. Поверхностные дефекты были удалены в результате механической обработки поверхности при помощи наждачной бумаги с маркировками по ISO-6344 600, 1500, 2000 и 2500 и полировки с использованием алмазной пасты. Шероховатость подложки составила $R_a=0,08$ мкм. Имплантация проводилась при температуре в диапазоне от 650 °С до 720 °С. Температура образца контролировалась с помощью термопары, закрепленной на обратной стороне образца. Доза ионной имплантации оценивалась по формуле (1) [2]:

$$D=6.25 \times 10^{18} \times j \times t \times f \times \tau / Z \quad (1)$$

где j – плотность ионного тока, t – время экспозиции, f – частота импульсов, τ – длительность импульсов, Z – среднее зарядовое состояние ионов титана.

Доза ионной имплантации изменялась от $5,4 \times 10^{20}$ ион/см² при плотности тока 120 мА/см² и длительности импульса от 4 мкс до $6,75 \times 10^{20}$ ион/см² при длительности импульса 5 мкс. При плотности тока 170 мА / см² доза ионной имплантации достигла $9,56 \times 10^{20}$ ион/см². Однако общая доза ионной имплантации была приблизительно на 10% больше за счет времени нагревания образцов.

Результаты и их обсуждение. На рисунке 1 представлены профили распределения элементов по глубине. На начальном этапе распыления наблюдается повышенная интенсивность элементов С, Н, О. Это указывает на наличие поверхностных загрязнений и оксидов из-за того, что не проводилась предварительная очистка поверхности образцов после имплантации. Интенсивность сигнала титана постепенно уменьшается на фоне увеличения содержания циркония, что указывает на градиентное распределение титана по глубине модифицированного слоя. Градиентное распределение титана наблюдается для всех режимов ионной имплантации (рис. 1 а-в). Повышение дозы ионной имплантации приводит к увеличению глубины легированного слоя титана от 6 до 13 мкм.

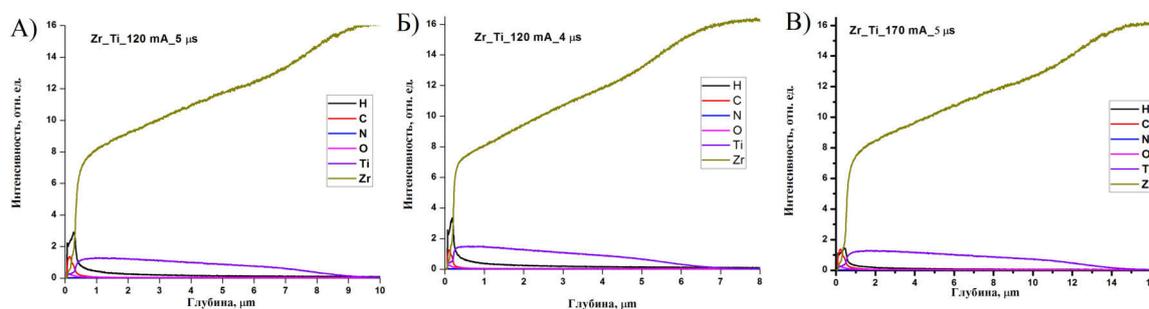


Рис. 1 GDOES профили распределение элементов по глубине после ионной имплантации

На рисунке 2 приведены результаты рентгеноструктурного анализа образцов сплава Zr-1Nb до и после ионной имплантации. Циркониевый сплав имеет гексагональную плотноупакованную (ГПУ) кристаллическую решетку. Кристаллическая структура поверхностного слоя значительно изменилась после высокоинтенсивной ионной имплантации титана. Помимо α-фазы циркония образовывались фазы на основе твердого раствора циркония с титаном различной стехиометрии α'–Zr_{0,5}Ti_{0,5} и α(α')–Zr_{0,7}Ti_{0,3}.

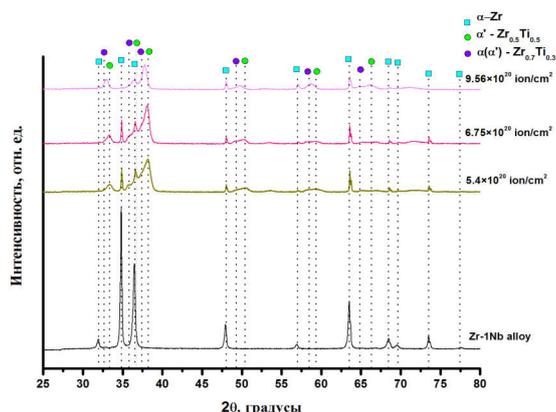


Рис. 2 Рентгенограммы образцов

Сформированный модифицированный слой имеет пластинчатую микроструктуру с двумя ярко выраженными слоями: верхний слой с типичной мартенситной микроструктурой и нижний слой с удлиненными пластинами α–TiZr фазы, как показано на рисунке 3.

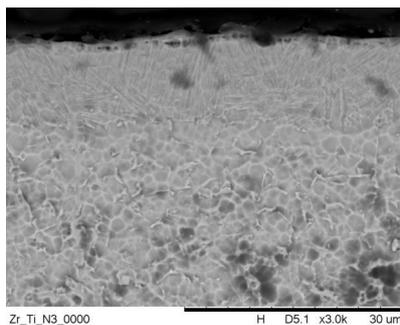


Рис. 3. СЭМ-изображения поперечного шлифа исследуемых образцов

Износостойкость была оценена на основе измерений средней площади поперечного сечения трэка износа (рис. 4). Для сплава Zr-1Nb средняя площадь трэка составила 4400 мкм^2 , в то время как для сплава имплантированного титаном площадь снизилась на 22–40%, что указывает на повышение износостойкости сплава.

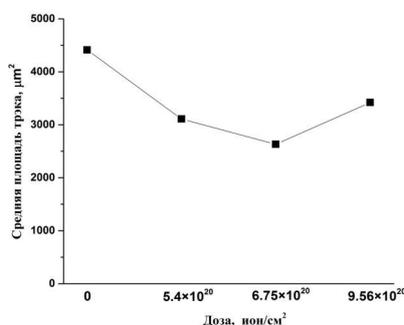


Рис. 4. Средняя площадь трэка износа

Износостойкость сплава возрастает с увеличением дозы имплантации при плотности тока 120 мА/см^2 . Однако дальнейшее увеличение дозы имплантации при более высокой плотности тока приводит к ухудшению износостойкости. Такое поведение может быть вызвано высокой шероховатостью поверхности, а также размером зерна модифицированного сплава.

Заключение. Была показана принципиальная возможность формирования глубоких имплантированных слоёв при высокоинтенсивной имплантации ионов титана низких энергий в циркониевый сплав. В результате ионной имплантации формируется модифицированный слой с пластинчатой микроструктурой, толщина которого увеличивается от 6 до 13 мкм в ростом дозы облучения от $5,4 \times 10^{20}$ до $9,56 \times 10^{20}$ ион/см² соответственно. Установлено, что в результате высокоинтенсивной имплантации формируются фазы на основе твердых растворов Zr-Ti с ГПУ решеткой. Формирование TiZr слоя приводит к повышению износостойкости сплава.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Duan Z. et al. Current status of materials development of nuclear fuel cladding tubes for light water reactors //Nuclear Engineering and Design. – 2017. – Vol. 316. – pp. 131-150.
2. Ryabchikov A. I. et al. High-intensity low energy titanium ion implantation into zirconium alloy //Applied Surface Science. – 2018. – Т. 439. – С. 106-112.