

УДК 621.039.53

## ХАРАКТЕР РАЗРУШЕНИЯ И ПЛАСТИЧНОСТЬ ТРУБ ИЗ ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ $Zr-Nb-Sn-Fe$ С ГИДРИДАМИ РАЗЛИЧНОЙ ОРИЕНТАЦИИ ПРИ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЯХ

© 2025 г. Н. С. Сабуров<sup>а</sup>, М. Г. Исаенкова<sup>б</sup>, М. И. Петров<sup>б</sup>, П. С. Джумаев<sup>б</sup>,  
А. А. Плясов<sup>а, \*</sup>, В. А. Маркелов<sup>а</sup>, А. С. Сабуров<sup>а</sup>

<sup>а</sup>АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов  
им. акад. А.А. Бочвара», Москва, 123060 Россия

<sup>б</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, 115409 Россия

\*E-mail: alex\_plyasov@mail.ru

Поступила в редакцию 11.10.2024 г.

После доработки 15.10.2024 г.

Принята к публикации 16.10.2024 г.

В работе приведены результаты механических испытаний кольцевых образцов из модельного циркониевого сплава  $Zr-Nb-Sn-Fe$  с гидридами различной ориентации при комнатной температуре и результаты последующей фрактографии изломов. Определены макро- и микропараметры, наиболее подходящие для количественного описания характера изломов образцов из циркониевых сплавов. Сопоставлены различные коэффициенты ориентации гидридов с пластичностью материала и параметрами изломов. Выявлены преимущества и недостатки отдельных коэффициентов. Получена оценка порогового напряжения разрушения приповерхностного радиального гидрида при комнатной температуре.

**Ключевые слова:** циркониевые сплавы,  $Zr-Nb-Sn-Fe$ , гидрид, переориентация, коэффициент ориентации, сканирующая электронная микроскопия, фрактография, хрупкий излом, вязкий излом, параметры излома, пороговое напряжение разрушения гидрида

**DOI:** 10.56304/S2079562925020083

### ВВЕДЕНИЕ

Циркониевые сплавы традиционно применяются в качестве конструкционных материалов активных зон тепловых реакторов, благодаря низкому поглощению нейтронов, достаточному уровню механических свойств и коррозионной стойкости [1, 2]. В ближайшие десятилетия альтернативы им нет. Несмотря на то, что в последнее время для оболочек твэлов рассматриваются такие материалы как карбид кремния, создание технологии производства, позволяющей обеспечить необходимый комплекс свойств оболочки, связано с заметными трудностями (например, [3]). Поэтому и освоенные промышленностью циркониевые сплавы, и их модернизированные варианты, разрабатываемые в настоящее время в разных странах (например, Аxiom [4]), являются перспективными материалами для активных зон тепловых реакторов.

В процессе эксплуатации в водо-водяном энергетическом реакторе оболочки твэлов и элементы тепловыделяющих сборок (ТВС) из циркониевых сплавов подвергаются коррозии в среде теплоносителя (воды под давлением), вследствие чего на их

поверхности образуется и растет оксидная пленка, а в объем материала проникает водород [2].

Из-за низкого предела растворимости [5] через 2–3 года после начала эксплуатации водород начинает выделяться в элементах ТВС в виде гидридов циркония, имеющих пластинчатую форму. При расхолаживании активной зоны количество выделившихся гидридов увеличивается в соответствии с фазовой диаграммой [5]. Отдельные микропластины гидридов, из которых состоит наблюдаемый на металлографии макроскопический гидрид, ориентируются параллельно базисным плоскостям ГПУ решетки зерен циркониевого сплава. Поэтому ориентация макропластин гидридов определяется, в том числе, текстурой материала [6, 7].

Гидриды в трубчатых элементах ТВС (оболочках твэлов, направляющих каналах) чаще всего ориентируются преимущественно в тангенциальном (окружном) направлении, благодаря специально созданной при производстве труб текстуре. При этом их влияние на механические свойства материала несущественно при концентрациях водорода характерных для эксплуатации в тепловых

реакторах. Однако, при определенных условиях — в присутствии тангенциальных растягивающих напряжений, превышающий пороговое значение, гидриды могут переориентироваться в радиальное направление, что в свою очередь может привести к снижению пластичности материала вплоть до недопустимо низких значений [6, 7]. Поэтому изучение условий переориентации гидридов и их влияния на пластичность материала имеет первостепенное значение.

Поскольку в отсутствии растягивающих окружающих напряжений ориентация гидридов определяется только текстурой, наводороживание с последующей металлографией гидридов используется для контроля текстуры при производстве труб для элементов активных зон. В качестве количественной характеристики гидридов применяется коэффициент  $F_n$ , который численно равен отношению полной длины всех радиально ориентированных гидридов (с углом  $<45^\circ$  к радиальному направлению трубы) в исследуемом поперечном сечении образца, к полной длине всех наблюдаемых в сечении гидридов. Для контроля качества продукции этого коэффициента достаточно, поскольку за десятилетия использования была показана его хорошая применимость для данной задачи.

Как следствие, по традиции этот коэффициент продолжили применять для оценки пластичности материала с гидридами при эксплуатации и при проведении исследований по переориентации гидридов в циркониевых сплавах. Однако, постепенно выяснилось, что корреляция  $F_n$  с пластичностью (механическими свойствами) материала оставляет желать лучшего. В частности, в одних случаях при вполне допустимом с точки зрения качества исходных труб значении  $F_n = 0.3$  наблюдалось хрупкое разрушение материала, а в других при  $F_n > 0.3$  материал был пластичен. Чтобы устранить эту проблему разными исследователями были предложены другие коэффициенты ориентации гидридов, которые учитывают не только непосредственно ориентацию гидридов, но и связность гидридной сетки и возможность распространения трещины в направлении близком к радиальному направлению трубчатого образца, как по гидридам, так и по пластичной матрице. Обзор основных наиболее перспективных для применения коэффициентов, самый продвинутый из которых на данный момент RНСМ45, представлен, например, в [6, 8].

Фактически, характер разрушения образца при механических испытаниях, как и характер разрушения изделия или детали при эксплуатации или в ходе специальных экспериментов с ней, может быть достоверно определен только по результатам фрактографии — исследования макро и микроструктуры излома (например, [9]). Исключение составляют механические испытания на одноосное растяжение, где форма образца в окрестности из-

лома (наличие утяжки, ориентация поверхности излома относительно оси образца и т.д.), однозначно позволяет определить характер разрушения на основании существующих представлений [9]. Однако, для образцов другой формы, где при испытаниях реализуется сложное трехосное напряженно-деформированное состояние, несмотря на схожее изменение формы образца в окрестности излома (наличие утяжки, и т.д.), однозначная связь этого изменения с характером излома не является доказанной. В случае оболочек твэлов и направляющих каналов ТВС, имеющих трубчатую форму, испытания в поперечном направлении проводятся на кольцевых образцах, растягиваемых с помощью полуцилиндрических опор. В этом случае, как раз и реализуется трехосное напряженно-деформированное состояние. В ходе испытаний рабочие части образца сначала выпрямляются, а затем происходит их дальнейшее растяжение. Принято считать, что если на этой второй стадии растяжения образец разрушается до перехода машинной диаграммы растяжения на криволинейный участок, то разрушение хрупкое (пластичность равна нулю). Однако, при таком подходе не учитывается, что уже произошло выпрямление рабочих частей образца, т.е. реальная пластичность материала ненулевая. Это еще раз подтверждает, что при кратковременных механических испытаниях кольцевых образцов трубчатых изделий достоверно характер разрушения может быть установлен только с помощью фрактографии.

В настоящей работе проведены механические испытания кольцевых образцов из модельного циркониевого сплава с гидридами различной ориентации для получения широкого диапазона пластических свойств, имеющих пластические свойства в широком диапазоне. Проведена фрактография изломов после механических испытаний и разработаны процедуры определения макро- и микропараметров излома. Выявлены параметры, наиболее подходящие для применения в качестве количественных характеристик изломов образцов из циркониевых сплавов. Сопоставлены различные коэффициенты ориентации гидридов с пластичностью материала исследованного сплава и параметрами изломов. Выполнена оценка порогового напряжения разрушения приповерхностного радиального гидрида при комнатной температуре.

## 1. МАТЕРИАЛЫ, ОБРАЗЦЫ, МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

В работе использованы образцы труб  $\varnothing 12.6 \times 10.9$  мм из модельного циркониевого сплава системы легирования Zr–Nb–Sn–Fe (близкого по составу к сплаву ZIRLO) в частично рекристаллизованном состоянии.

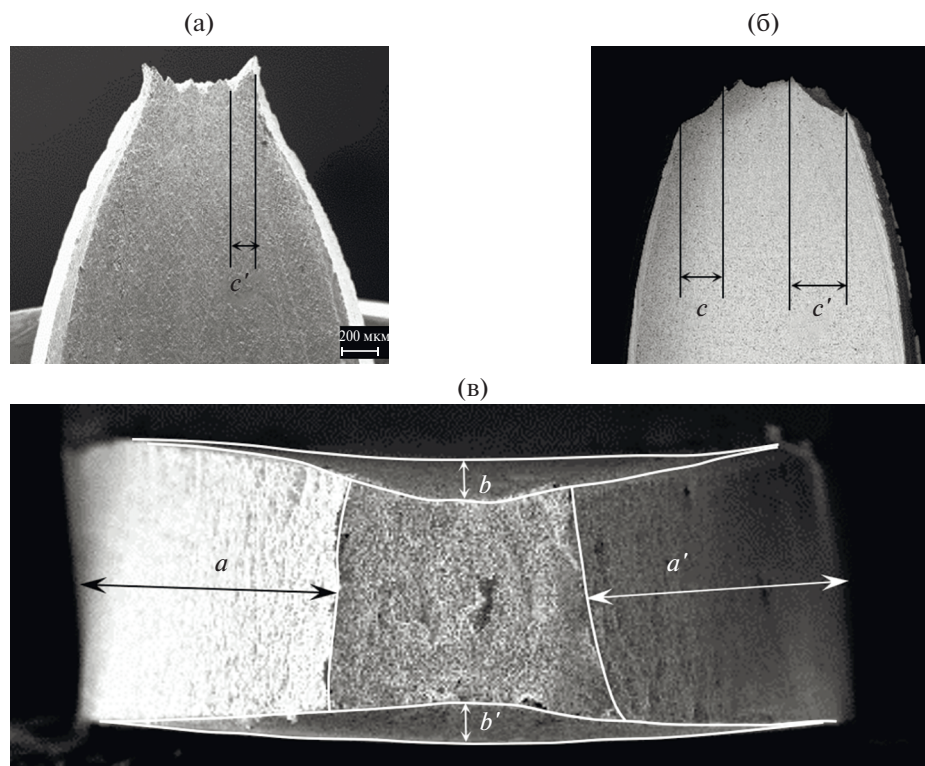


Рис. 1. Типичный вид излома типа “конус–чашка” в  $R$  (а, б) и  $T$  (в) направлении с обозначениями параметров.

От исходных труб были отрезаны патрубки длиной 100 мм и подвергнуты процедуре наводороживания из газовой фазы, аналогичной описанной в работе [10], до различных концентраций водорода в диапазоне 100–400 ppm. Контроль достигнутого содержания водорода в патрубках проводился с помощью метода инфракрасной абсорбции на анализаторе LECO TCH-600. После этого проводилась переориентация гидридов в образцах с помощью второго способа из работы [11], включающего: заполнение образцов аргоном под давлением, герметизацию и соответствующую термообработку для растворения и выделения гидридов в присутствии окружающих растягивающих напряжений. При этом использовались давления аргона, соответствующие окружающим напряжениям в широком диапазоне от 0 до 150 МПа. В результате были получены образцы с гидридами различной ориентации (от преимущественно тангенциальной до преимущественно радиальной), обладающие различной пластичностью. От образцов были отрезаны кольца высотой 2 мм для механических испытаний и последующих фрактографических исследований.

Механические испытания при комнатной температуре (20°C) проводились на испытательной машине INSTRON 8800. Изображения изломов для фрактографии были получены с помощью сканирующего электронного микроскопа Zeiss EVO 50 XVP.

Съемка выполнена с двумя увеличениями — малым ( $\times 20$  или  $\times 50$ ) и большим ( $\times 1000$ ) для получения макро- и микро-характеристик изломов, соответственно.

Расчет напряженно-деформированного состояния в рабочей части образцов при механических испытаниях проводился с помощью программного комплекса MSC MARC в соответствии с процедурой, описанной в [11].

## 2. КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ИЗЛОМОВ

Характер изломов образцов после механических испытаний может быть, как преимущественно вязким, так и преимущественно хрупким (в зависимости от состава сплава, содержания водорода, ориентации гидридов и температуры механических испытаний), а также может носить смешанный характер. Рассмотрим типичные изломы кольцевых образцов, разрушившихся в ходе кратковременных механических испытаний, и количественные параметры, которые могут быть измерены по изображениям изломов, полученным с помощью СЭМ.

### 2.1. Макропараметры изломов

Типичное изображение образца с вязким изломом (типа “конус–чашка”) при увеличении  $\times 50$

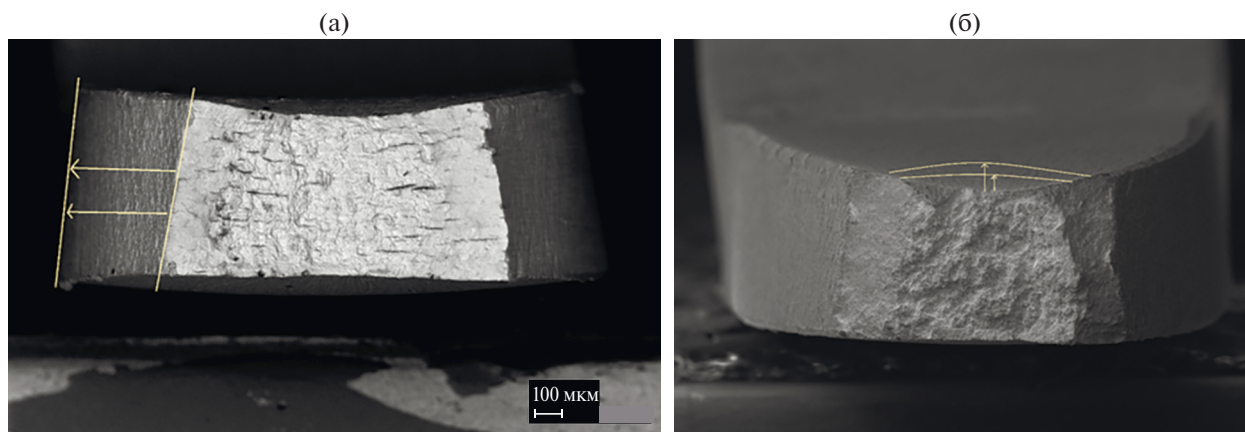


Рис. 2. Изображения для измерений параметров излома (а) образца № 1 и (б) образца № 2.

представлено на рис. 1 в двух проекциях: вид с радиального ( $R$ ) и с тангенциального ( $T$ ) направлений.

В качестве параметров излома, которые могут быть непосредственно измерены, традиционно выбирают следующие величины:  $a$  ( $a'$ ) и  $b$  ( $b'$ ) – приращение размеров поперечного сечения излома в двух взаимно перпендикулярных направлениях по сравнению с исходными размерами образца и  $c$  ( $c'$ ) – характерные размеры сколов среза [9]. С помощью этих величин могут быть непосредственно рассчитаны следующие макропараметры излома: относительное изменение ширины сечения

$$\left(\text{являющейся высотой кольца}\right) \frac{\Delta h}{h} = \frac{h - a - a'}{h} =$$

$$= 1 - \frac{a + a'}{h}; \text{ относительное изменение толщины}$$

$$\text{сечения } \frac{\Delta t}{t} = \frac{t - b - b'}{t} = 1 - \frac{b + b'}{t}; \text{ параметр,}$$

$$q = \frac{c + c'}{\Delta h}, \text{ характеризующий наличие (при отличном от нуля значении) величину сколов среза.}$$

Для уменьшения погрешности измерений указанных параметров необходимо получить менее контрастные микрофотографии, на которых хорошо виден весь профиль образца в проекции рисунка. При этом точность существенно зависит от направления съемки излома, его профиля и от возможности определения на изображении границ излома и образца. В качестве примера на рис. 2 представлены изображения двух образцов для которых проводилось измерение макропараметров излома (утяжки).

Для образца № 1 (рис. 2) погрешность измерения параметров утяжки не превышает 5% (доверительная вероятность  $\alpha = 0.95$ ). При этом для параметра  $a$  основной вклад в ошибку вносит выбор точки отсчета: на рис. 2а видно, что граница поверхности разрушения (правая наклонная пря-

мая) и ребро образца (левая наклонная прямая) не параллельны, кроме того, контраст изображения в окрестности ребра образца (левая наклонная прямая) низкий. Для образца № 2 (рис. 2б) погрешность измерения параметров  $a$  и  $a'$  такая же, как для образца № 1, а погрешность измерения параметра  $b$  ( $b'$ ) достигает 14% ( $\alpha = 0.95$ ). Как видно на рис. 2б этот образец был плохо отцентрирован при съемке, в результате выбор верхней границы для измерения параметра  $b$  затруднен (линии на рис. 2б).

Таким образом, для измерения параметров утяжки  $a$ ,  $a'$ ,  $b$ ,  $b'$ ,  $c$ ,  $c'$  указанным способом необходимо аккуратно ориентировать образцы перед записью изображения и тщательно подбирать контраст, что не всегда удается сделать (при получении четкого контраста границы излома, граница остальной части образца часто остается затуманенной и наоборот). Поэтому был также рассмотрен другой параметр излома – относительное изменение площади поперечного сечения образца  $\Delta S/S_0$ , для измерения которого достаточно получить изображение с четким контрастом только области излома.

Применявшийся способ измерения площади излома проиллюстрирован на примере образца № 3 (рис. 3). На рисунке для этого образца приведены снимок проекции излома с максимальным контрастом излома (границы излома) и обработанное изображение, полученное с помощью программы Adobe Photoshop CS6. Обработка осуществлялась вручную путем прорисовывания сечения на фотографии и заливки выбранным цветом (синим). Затем по числу окрашенных пикселей была рассчитана площадь сечения излома и это значение умножено на размерный масштабный фактор, учитывающий увеличение.

По измеренному значению площади излома  $S$  и исходному значению для площади сечения образца образца до механических испытаний  $S_0$ , вычисленному по исходным геометрическим раз-

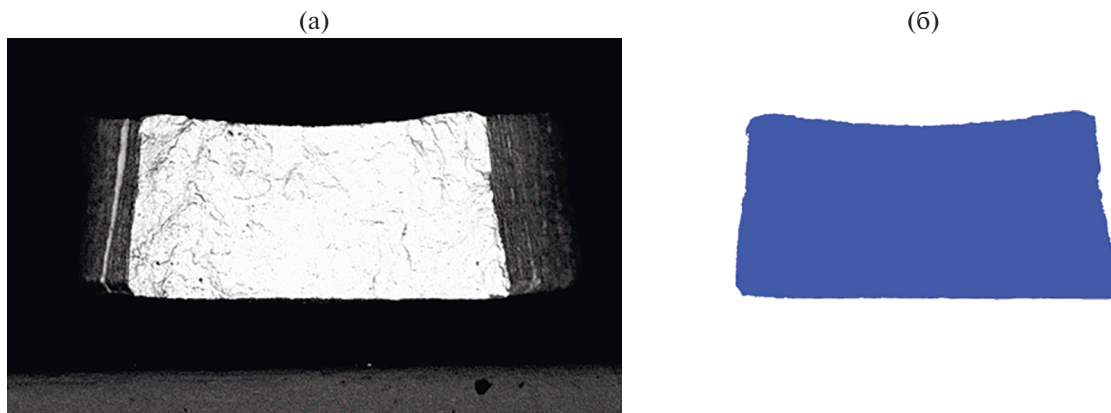


Рис. 3. Изображения излома для образца № 3: (а) исходное, (б) обработанное.

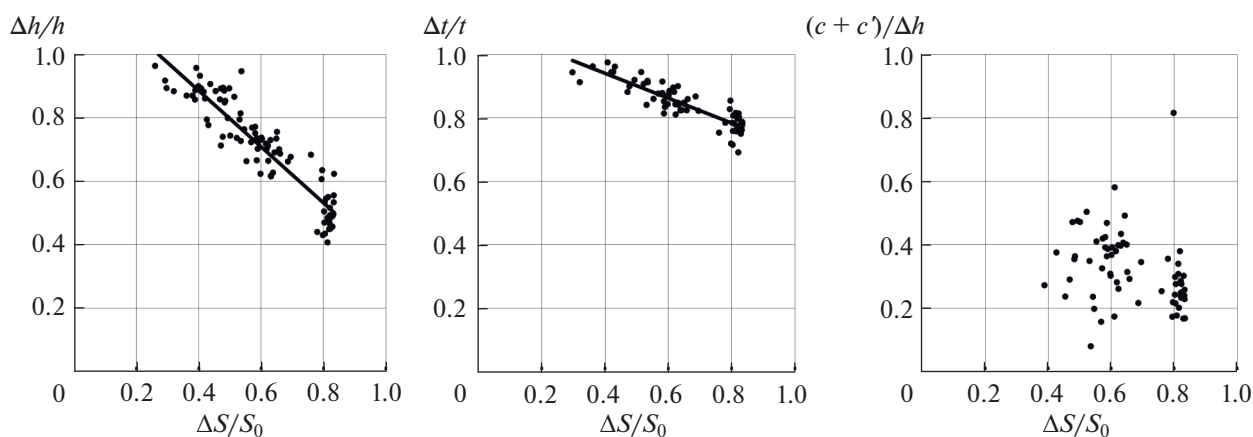


Рис. 4. Взаимные зависимости параметров излома.

мерам, для каждого образца было рассчитано относительное изменение площади  $\Delta S/S_0$ . Точность измерения размеров площади излома при таком подходе составляет 0.2%. Поскольку погрешность измерения исходной площади сечения трубы находится на том же уровне, погрешность измерения  $\Delta S/S_0$  не превышает 0.4%. Однако, это только случайная погрешность. Учитывая разную контрастность снимков и “ручной” способ получения границы сечения при обработке изображения, реалистичная оценка для погрешности величины  $\Delta S/S_0$  дает 2–4%.

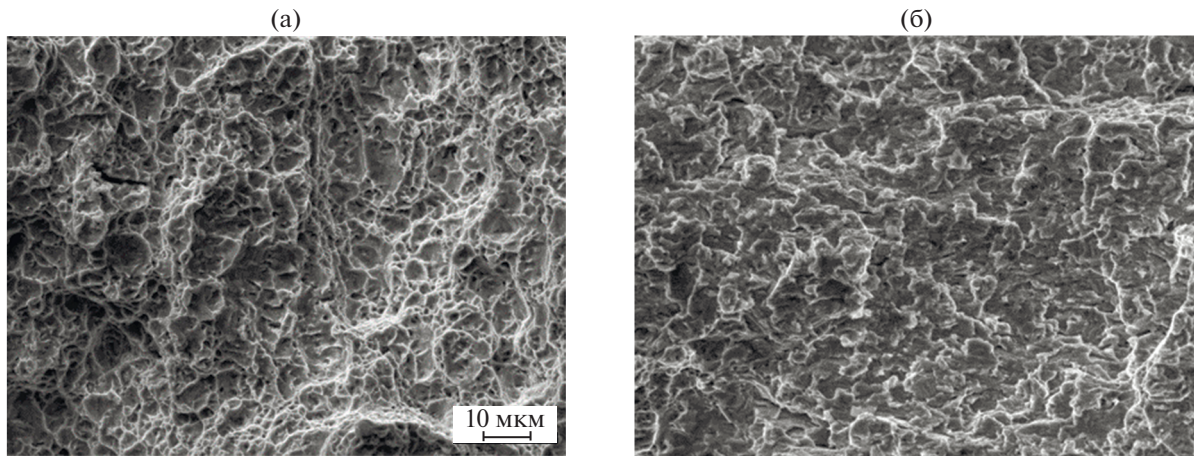
На рис. 4 для оценки возможных корреляций представлены зависимости первой группы параметров излома  $\Delta h/h$ ,  $\Delta t/t$  и  $q$  от относительного изменения площади  $\Delta S/S_0$  для всех исследованных образцов. Коэффициент корреляции величин  $\Delta h/h$  и  $\Delta S/S_0$  (в приближении линейной зависимости) составляет 0.85, а величин  $\Delta t/t$  и  $\Delta S/S_0$  – 0.77. Для параметра  $q$  корреляция с величиной  $\Delta S/S_0$  вообще не наблюдается (см. рис. 4).

Таким образом, наиболее достоверным макропараметром, позволяющим оценивать характер излома с наименьшей погрешностью, является параметр  $\Delta S/S_0$  (на втором месте  $\Delta h/h$ ). Измерение размеров сколов среза для образцов с разным уровнем пластичности не позволяет извлечь достоверный количественный параметр.

Отдельно следует отметить, что измерение указанных параметров возможно только для вязких изломов. В случае чисто хрупких изломов параметры  $a$ ,  $a'$ ,  $b$ ,  $b'$ ,  $c$ ,  $c'$  близки к нулю в пределах точности измерений, а следовательно,  $\frac{\Delta h}{h} = \frac{\Delta t}{t} = 1$ ,  $q = 0$ ,  $\Delta S/S_0 = 0$ .

## 2.2. Микропараметры изломов

На изображениях изломов изучаемых образцов, полученных с увеличением  $\times 1000$ , могут быть выделены следующие принципиально различающиеся внешним видом элементы структуры: ямки вязкого разрушения, фасетки скола и квази-скола, вязкие



**Рис. 5.** Микроизображения изломов: (а) типичный вязкий излом (образец № 4); (б) типичный хрупкий излом (образец № 5).

перемычки, вторичные трещины [9]. На рис. 5 приведены типичные микроструктуры вязкого и хрупкого изломов, полученных на исследованных образцах.

Отличительным признаком вязкого разрушения на фрактографическом снимке является ямочная структура, которая состоит из ямок, ограниченных вязкими перемычками (рис. 5а). Хрупкий излом исследованных образцов из циркониевого сплава с гидридами не является хрупким в полной мере ввиду пластичности циркониевой матрицы, что проявляется в отсутствии фасеток внутризеренного и межзеренного скола, ступенек скола и язычков. Хрупкость проявляется в виде фасеток квазискола, которые представляют собой относительно ровные участки поверхности разрушения, не всегда связанные ориентационно с плоскостями скола. На изображении хрупкого излома (рис. 5б) наряду с признаками хрупкого разрушения присутствуют признаки пластической деформации. Также на изображениях смешанного или хрупкого излома могут быть идентифицированы трещины.

В качестве количественной характеристики излома на микроуровне сначала были выбраны два параметра — доля площади поверхности излома, занимаемая хрупкими элементами структуры  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}}$ , и доля площади, занимаемая трещинами  $(\Delta s/s)_{\text{тр}}$ . На самом деле, для всех исследованных изломов  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}} = 1 - (\Delta s/s)_{\text{вязк}}$ , поэтому с тем же успехом вместо  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}}$  можно было бы использовать и параметр доля площади поверхности излома, занимаемая вязкими элементами структуры  $(\Delta s/s)_{\text{вязк}}$ .

На примере изображения, представленного на рис. 5б, опишем процедуру анализа изображений микроструктуры излома с помощью программы Adobe Photoshop CS6. Сначала было создано четыре слоя изображения, соответствующих следу-

ющим элементам микроструктуры: вязкие перемычки, ямки, хрупкие участки и трещины. Размер ямок играет важную роль в описании характера разрушения, однако, поскольку его среднее значение на рассматриваемом участке изображения однозначно связано с площадью, занимаемой вязкими перемычками, было принято решение не выполнять разделение ямок по размерам, а к ямкам относить все вязкие части снимка. На рис. 6 приведен участок изображения с рис. 5б и этот же участок после разметки в Adobe Photoshop CS6. Здесь хрупким участкам соответствуют области со сплошной заливкой (синий цвет), вязким участками — области с перемычками на фоне сплошной заливки (красные области с зелеными перемычками), трещинам — отдельно стоящие линии (желтого цвета).

После разметки снимков для проведения количественного анализа были рассчитаны параметры  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}}$  и  $(\Delta s/s)_{\text{тр}}$ .

Для оценки применимости параметров  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}}$  и  $(\Delta s/s)_{\text{тр}}$  в качестве количественных характеристик изломов на рис. 7 приведены их зависимости от макропараметра  $\Delta S/S_0$ . Из рисунка следует, что наблюдается приемлемая корреляция между величинами  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}}$  и  $\Delta S/S_0$  (рис. 7а), а между величинами  $(\Delta s/s)_{\text{тр}}$  и  $\Delta S/S_0$  (рис. 7б) корреляция полностью отсутствует. Таким образом, доля площади, занимаемая трещинами, не показательна при рассматриваемом способе обработки изображений. Для расчета этой (либо аналогичной) величины необходимо получить контрастный снимок всего сечения излома, что связано с чрезмерно большими трудозатратами при использовании электронной микроскопии высокого разрешения ( $\times 1000$ ).

Таким образом, определены две характеристики, которые могут быть использованы для количественной оценки параметров изломов образцов исследуемого материала: относительное измене-

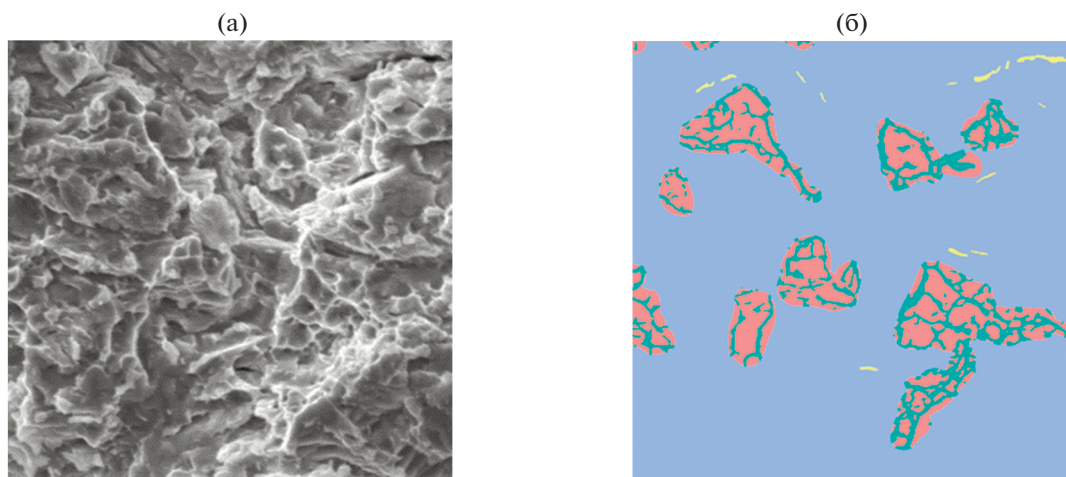


Рис. 6. Пример исходного (а) и размеченного (б) снимка.

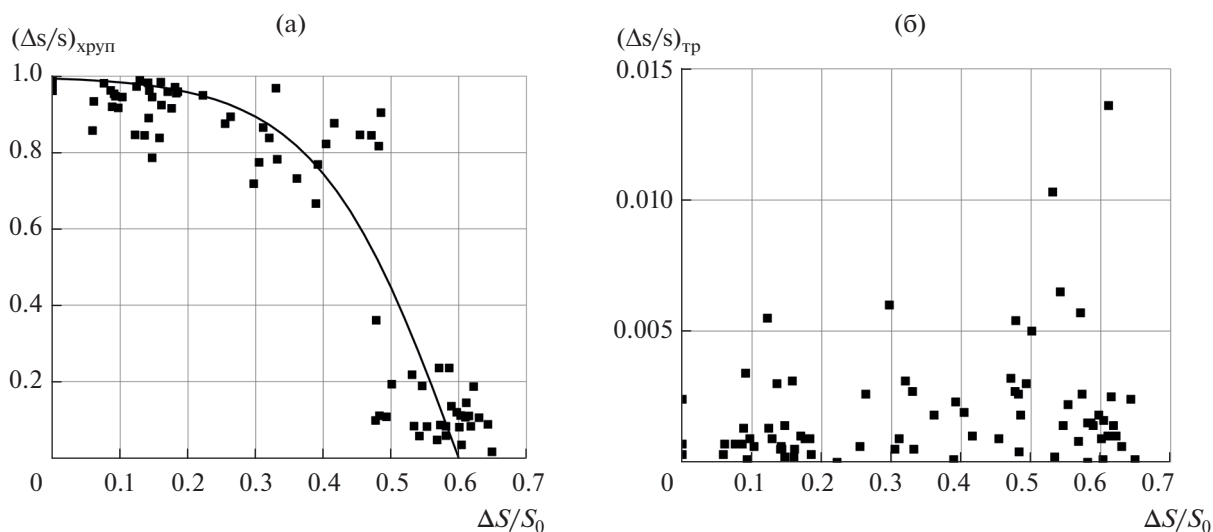


Рис. 7. Зависимости макро- и микропараметров излома.

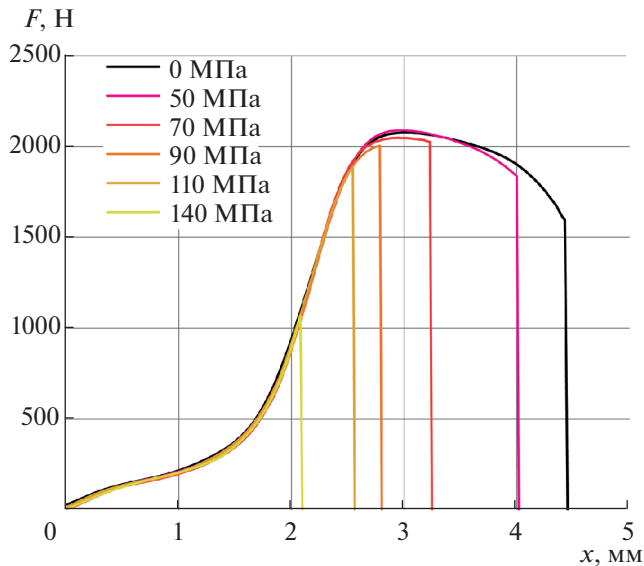
ние площади образца  $\Delta S/S_0$  (макропараметр) и доля площади излома, занимаемая хрупкими элементами  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}}$  (микропараметр). Далее с помощью этих параметров исследуется взаимосвязь пластичности материала с ориентацией гидридов.

### 3. АНАЛИЗ ВЗАИМОСВЯЗИ ОРИЕНТАЦИИ ГИДРИДОВ С МЕХАНИЧЕСКИМИ ХАРАКТЕРИСТИКАМИ МАТЕРИАЛА И ПАРАМЕТРАМИ ИЗЛОМОВ

Проведенные механические испытания кольцевых образцов показали существенное влияние ориентации гидридов на пластичность материала. В качестве примера на рис. 8 представлены типичные машинные диаграммы для шести образ-

цов с различной пластичностью, полученные в ходе экспериментов по переориентации с разными значениями максимального окружного растягивающего напряжения. Наблюдается снижение пластичности образцов по мере увеличения окружного напряжения, т.е. увеличения доли радиально ориентированных гидридов в материале.

На рис. 9 приведены зависимости пластичности материала всех исследованных образцов с различной ориентацией гидридов от максимального окружного напряжения переориентации  $\sigma$  и от коэффициента ориентации гидридов  $F_n$ . Пластичность ниже 5% наблюдается в образцах, прошедших эксперимент по переориентации при максимальных окружных напряжениях 70 МПа и выше



**Рис. 8.** Типичные машинные диаграммы растяжения образцов с различной ориентацией гидридов (различной пластичностью).

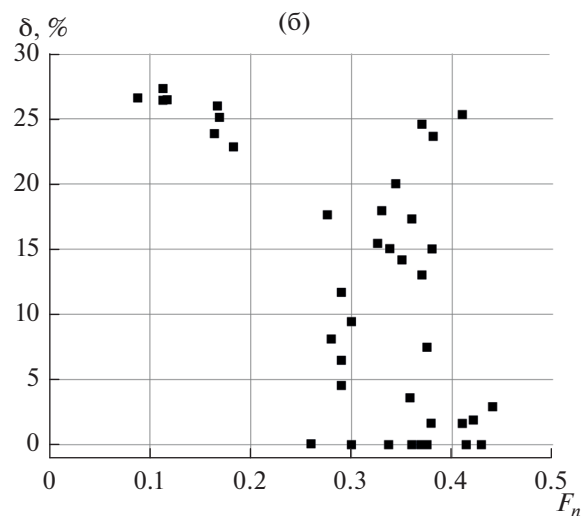
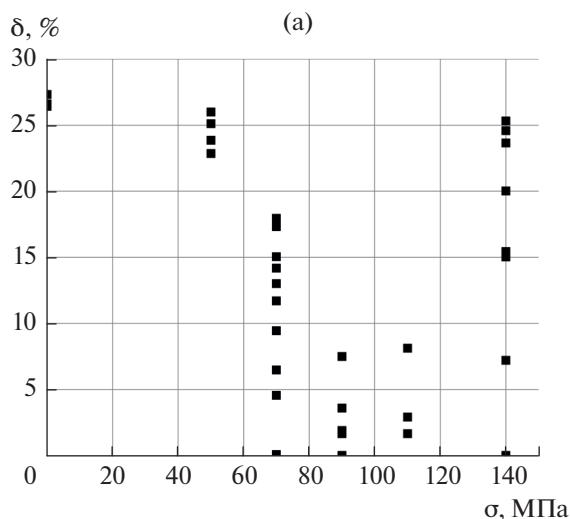
(рис. 9а), соответствующие коэффициенты ориентации гидридов лежат в диапазоне  $F_n > 0.25$  (рис. 9б).

Следует также отметить наблюдаемый на рис. 9 существенный разброс величины общего относительного удлинения  $\delta$  на обеих зависимостях. Например, после экспериментов по переориентации при максимальном окружном напряжении 70 МПа зарегистрирована пластичность разных образцов в диапазоне от 0 до 18%. Такой разброс с подавляющей вероятностью связан с микроструктурой гидридной сетки, т.е. с наличием (либо отсутствием) ветвящейся гидридной структуры макси-

мальной протяженности по толщине трубы от наружной до внутренней поверхности (стенки), и расположенной для данного образца в зоне возникновения максимальных растягивающих напряжений при механических испытаниях. Поскольку в такой структуре присутствуют тангенциально и радиально-ориентированные гидриды при наличии окружных растягивающих напряжений она определяет возможные пути распространения трещин. Проведенные металлографические исследования на участках вблизи изломов образцов с низкой пластичностью показали, что разрушение происходит вдоль такой плотной сетки, включающей радиально-ориентированные гидриды (рис. 10). Кроме того, на рис. 10 наблюдаются разрушенные гидриды рядом с линией магистральной трещины, что свидетельствует о возникающих в этой области образца напряжениях, превышающих предел прочности гидрида при температуре испытаний.

Кроме того, результаты, представленные на рис. 9б, свидетельствуют о том, что, как и было установлено ранее [6–8], коэффициент ориентации гидридов  $F_n$  является не вполне надежным параметром в качестве характеристики, показывающей влияние ориентации гидридов на механические свойства материала в условиях переориентации гидридов под действием окружных растягивающих напряжений: в диапазоне  $F_n$  от 0.25 до 0.4 встречаются образцы, как с нулевой, так и с высокой пластичностью.

На рис. 11 представлена зависимость доли сквозных связанных структур гидридов (простирающихся от одной стенки трубы до другой)  $\beta$  от коэффициента ориентации  $F_n$ , полученная при анализе металлографических изображений всех исследованных образцов в окрестности излома. Величи-



**Рис. 9.** Зависимости общего относительного удлинения образцов от максимального напряжения переориентации (а) и коэффициента ориентации гидридов  $F_n$  (б).

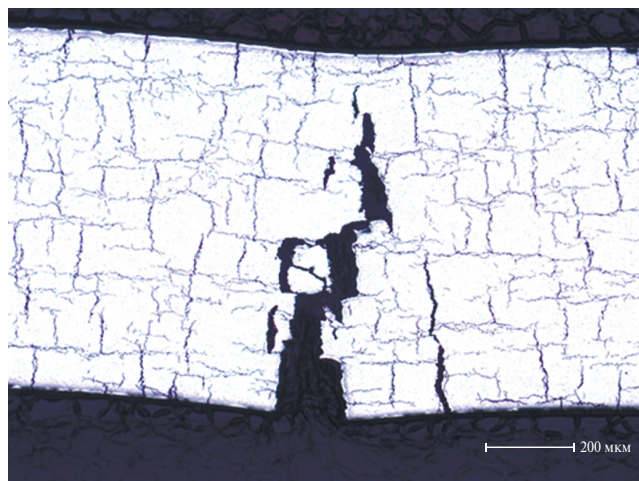


Рис. 10. Разрушенный в ходе механических испытаний образец после эксперимента по переориентации гидридов при максимальном напряжении 140 МПа.

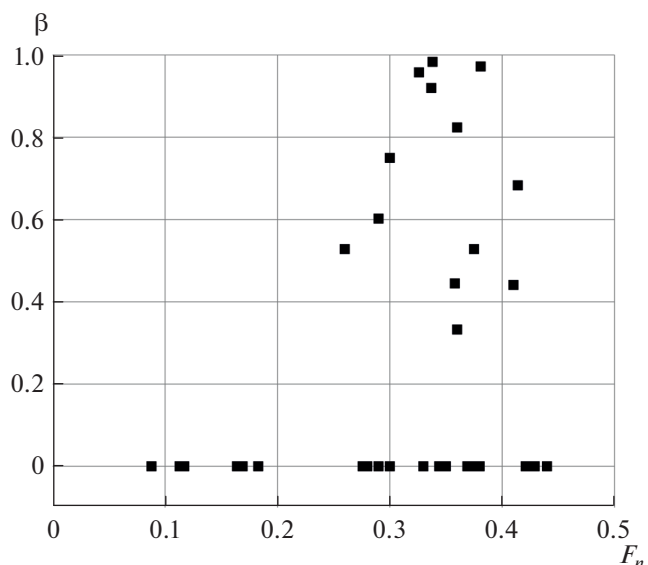


Рис. 11. Зависимость доли сквозных гидридов от коэффициента ориентации  $F_n$ .

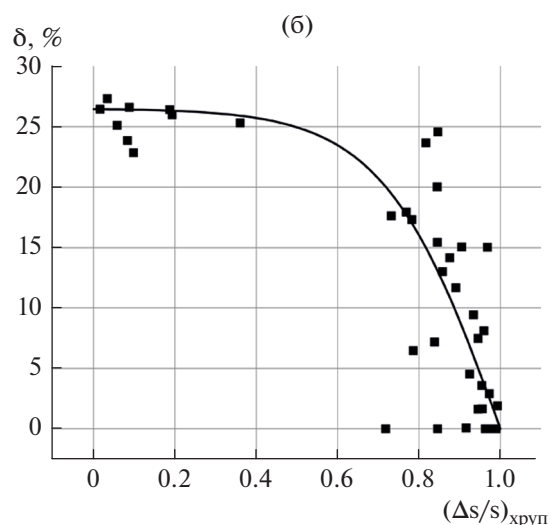
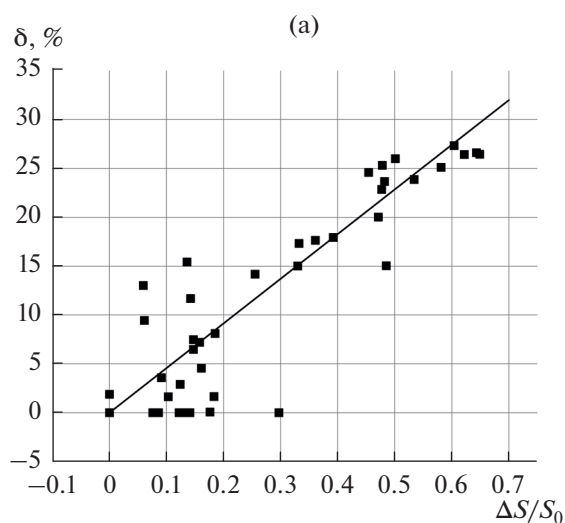


Рис. 12. Зависимость пластичности материала от макро- (а) и микропараметров (б) излома.

на  $\beta$  определялась как отношение длины гидридов, входящих в сквозную связанную структуру (как на рис. 10), к полной длине всех гидридов на рассматриваемом участке изображения.

Видно (рис. 11), что сквозные гидриды могут присутствовать в образцах с коэффициентом ориентации 0.2–0.3. Таким образом, даже небольшое количество связанных сквозных структур гидридной сетки могут привести к снижению пластичности материала с приемлемым (в общепринятом смысле) значением  $F_n$ .

Как указано во введении, методические особенности проведения кратковременных механи-

ческих испытаний, такие как выпрямление рабочих частей кольцевого образца на начальной стадии деформирования, могут вносить неясность в трактовку типа разрушения: хрупкое или нехрупкое (вязкое). Поэтому необходимо обратиться к количественным результатам фрактографических исследований изломов образцов после механических испытаний и соотнести их с пластичностью материала и параметрами гидридов.

На рис. 12 представлены графики зависимости пластичности материала всех исследованных образцов от выбранных ранее макро- и микропараметров излома:  $\Delta S/S_0$  и  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}}$  соответственно.

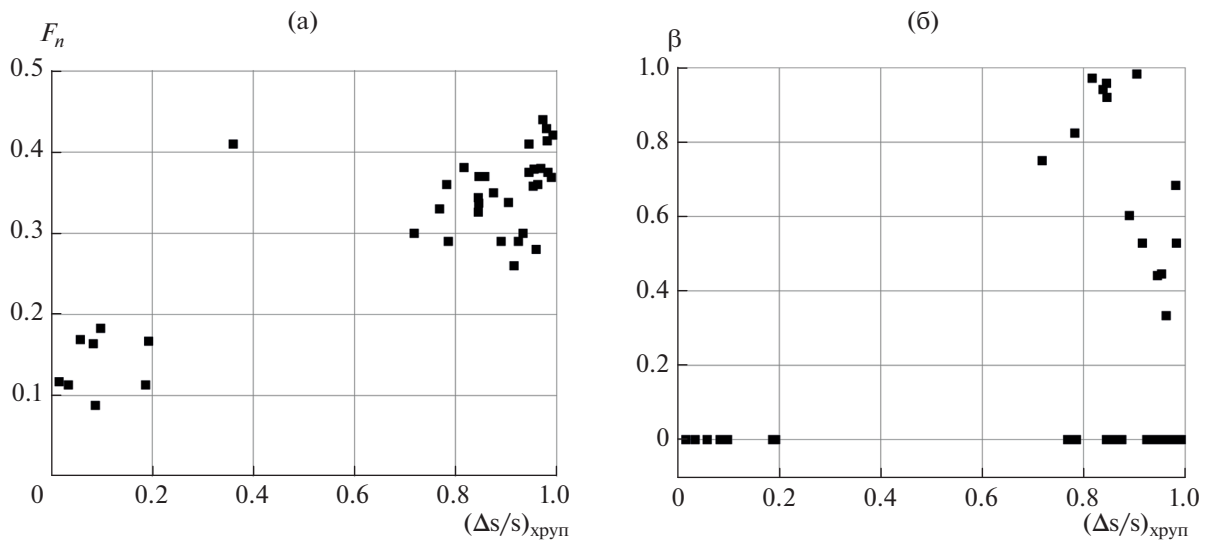


Рис. 13. Зависимости характеристик сетки гидридов от микропараметра излома.

Из рис. 12 видно, что несмотря на имеющийся разброс результатов и в первом и во втором случае можно говорить о наличии корреляции между величиной  $\delta$  и соответствующим параметром излома. Для параметра  $(\Delta s/S_0)$  в рассматриваемом диапазоне зависимость линейная. При относительном удлинении менее 18% доля хрупкой составляющей излома составляет более 70% (рис. 12б), т.е. на поверхности излома преобладает хрупкая составляющая. Например, для некоторого числа образцов, данные для которых приведены на рис. 12б, излом определенно хрупкий  $((\Delta s/s)_{\text{хруп}} > 0.9)$ , а  $\delta$  лежит в диапазоне 15–20%. Таким образом, при испытании кольцевых образцов из циркониевых сплавов обосновано утверждать, что произошло именно хрупкое разрушение можно только на основе фрактографии, а отнюдь не по низкому (или нулевому) значению общего относительного удлинения  $\delta$ , определяемому по отсутствию участка пластической деформации в верхней части машинной диаграммы.

На рис. 13 представлены зависимости коэффициента ориентации гидридов  $F_n$  и доли сквозных связанных гидридов  $\beta$  от микропараметра  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}}$ , характеризующего тип излома.

Кроме уже описанных выше характерных особенностей подобных зависимостей из рис. 13, явным образом следует, что второй рассматриваемый коэффициент ( $\beta$ ) также не подходит в качестве количественного параметра, характеризующего не только гидриды, но и механические свойства материала в целом, т.е. необходим другой — более подходящий параметр.

Поскольку в ряде рассмотренных образцов даже в отсутствии сквозных связанных гидридов, на металлографическом шлифе наблюдаются участ-

ки, где имеются небольшие разрывы между соседними протяженными гидридами, которые при прохождении трещины не будут являться препятствием для ее распространения (рис. 14), в данной работе также был рассмотрен параметр связности гидридов (аналогичный параметру НСС [6, 8]). Параметр связности  $\gamma$  рассчитывается как отношение суммы расстояний от внутренней поверхности образца до конечной точки связанного гидрида (фиолетовые линии на рис. 14) и от наружной поверхности образца до конечной точки связанного гидрида (синие линии на рис. 14) к толщине трубчатого образца.

На рис. 15 приведена зависимость коэффициента связности гидридов  $\gamma$  от микропараметра  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}}$ , характеризующего тип излома. Видно, что в целом для параметра  $\gamma$  наблюдается лучшая корреляция с характером излома: доля хрупкой составляющей превышает 70% при параметре связности гидридов более 0.5. Однако, данный коэффициент тоже имеет свои недостатки. Например, группа точек на рис. 15 в диапазоне значений параметров  $(\Delta s/s)_{\text{хруп}} \in [0.8, 1.0]$  и  $\gamma \in [0.4, 0.65]$  явно соответствует случаю, когда сплошной гидридной структуры от стенки до стенки нет, но присутствуют две (или несколько) близко расположенных протяженных структур, которые дают тот же эффект по снижению пластичности материала, который дала бы сплошная структура. Таким образом, можно заключить, что использование данного параметра позволяет с большей вероятностью прогнозировать хрупкое разрушение при механических испытаниях, по сравнению с применением анализа на основе коэффициента ориентации гидридов  $F_n$ . Однако, очевидно необходимо дальнейшее развитие коэффициентов, характеризую-



Рис. 14. Схема для определения параметра связности гидридов.

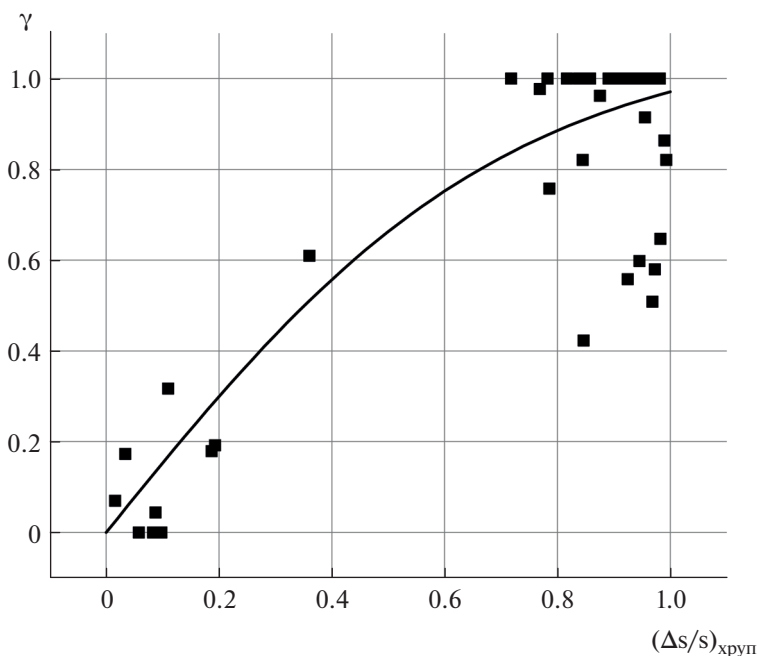


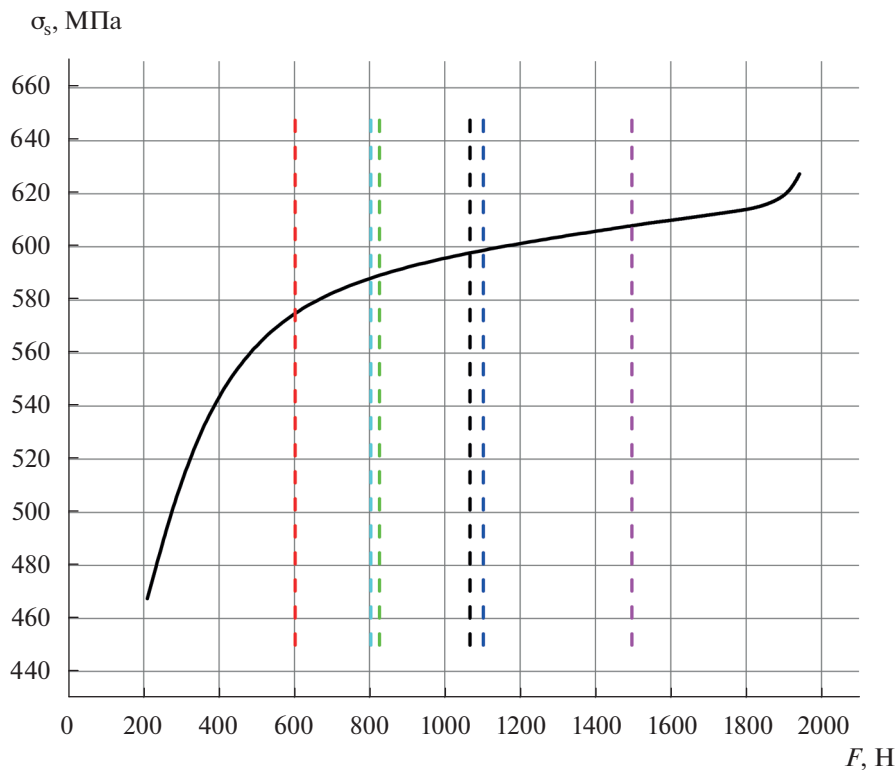
Рис. 15. Зависимость коэффициента связности гидридов от микропараметра излома.

щих структуру гидридов, для получения более достоверных результатов. Возможно внедрение коэффициента RHCM45 [8], либо его модификации, в дальнейшем позволит решить эту задачу.

#### 4. ОЦЕНКА ПОРОГОВОГО НАПРЯЖЕНИЯ РАЗРУШЕНИЯ ПРИПОВЕРХНОСТНОГО РАДИАЛЬНОГО ГИДРИДА

Как было показано в предыдущем разделе, хрупкое разрушение кольцевых образцов в присутствии радиальных гидридов начинается с внутренней поверхности, причем трещина распространяется ступенчато по гидридной сетке. Таким образом, важным параметром, характеризующим условия зарождения первичной трещины, является окружное растягивающее напряжение на внутренней по-

верхности рабочей части образца, при котором разрушается приповерхностный радиальный гидрид. В предположении, что распространение трещины начинается с разрыва приповерхностного радиального гидрида, это напряжение соответствует его прочности. Для оценки этой величины с помощью программного комплекса MSC MARC в соответствии с процедурой, описанной в [11], была рассчитана зависимость окружных растягивающих напряжений на внутренней поверхности рабочей части образца  $\sigma_s$  от силы  $F$ , приложенной к захватам испытательной машины (рис. 16) и сопоставлена с координатами конечных точек на машинных диаграммах растяжения образцов, разрушившихся хрупко в ходе кратковременных механических испытаний при комнатной температуре (вертикальные линии на рис. 16). Таким образом, с



**Рис. 16.** Зависимость окружных растягивающих напряжений на внутренней поверхности рабочей части образца от силы на захватах испытательной машины.

учетом расчетной погрешности  $\sim 30$  МПа и разброса определенных по графику (рис. 16) значений получаем оценку порогового напряжения разрушения приповерхностного радиального гидрида:  $590 \pm 40$  МПа.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследована зависимость мех. свойств труб из модельного циркониевого сплава системы легирования Zr–Nb–Sn–Fe от ориентации гидридов. Проведены механические испытания и фрактография изломов. Показано, что наличие даже единичных протяженных гидридов радиальной ориентации существенно снижает пластичность материала.

Предложена методика анализа изломов на макро- и микроуровне, позволяющая рассчитывать количественные характеристики излома и с их помощью классифицировать излом как хрупкий или вязкий.

Показано, что применяемый по умолчанию при анализе металлографических снимков образцов труб из циркониевых сплавов с гидридами коэффициент ориентации гидридов  $F_n$  плохо коррелирует с реальным характером разрушения. Наблюдаются случаи, когда при низких значениях  $F_n$  порядка 0.3 (допускаемых требованиями к из-

делиям) при соответствующих нагрузках наблюдается хрупкое разрушение.

Протестированы другие коэффициенты, характеризующие ориентацию гидридов: доля сплошных связанных гидридов в сечении трубы и коэффициент связности гидридов. Показано, что наблюдается хорошая корреляция коэффициента связности гидридов со снижением пластичности материала. Однако, он также имеет недостатки, поэтому необходимо проводить работы по разработке новых коэффициентов, учитывающих возможные пути распространения трещин в металле с гидридами.

Показано, что для достоверной оценки характера разрушения при испытаниях кольцевых образцов необходимо использовать фрактографические методы.

Полученные результаты могут быть применены к трубам оболочек ТВЭЛов и направляющих каналов ТВС из штатных отечественных циркониевых сплавов.

## БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают благодарность Бекреневу С.А., Шелепову И.А., и Лукашеву С.И. за техническое сопровождение наводороживания образцов и проведение экспериментов по переориентации гидридов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. *Douglass D.L.* The Metallurgy of Zirconium. Atomic Energy Review. 1971. Vienna: IAEA.
2. *Займовский А.С., Никулина А.В., Решетников Н.Г.* Циркониевые сплавы в атомной энергетике. 1981. Москва: Энергоиздат.
3. *Li M., Zhou X., Yang H., et al.* // *Scrip. Mater.* 2018. V. 143. P. 149.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.03.001>
4. *Pan G., Mueller A.J., Limbäck M., et al.* Advanced PWR Cladding Development through Extensive In-Reactor Testing in Zirconium in the Nuclear Industry: 20th Int. Symp. Yagnik S.K., Preuss M. (Eds.) 2023. West Conshohocken: ASTM International.  
<https://doi.org/10.1520/stp164520220053>
5. *Плясов А.А., Федоров А.В., Сабуров Н.С. и др.* // Ядерн. физ. инжинир. 2023. Т. 14 (1). С. 12.  
<https://doi.org/10.56304/S2079562922030368>  
[*Plyasov A.A., Fedotov A.V., Saburov N.S., et al.* // *Phys. At. Nucl.* 2022. V. 85 (11). P. 1808.  
<https://doi.org/10.1134/s1063778822110060>].
6. *Плясов А.А., Новиков Н.Н., Девятко Ю.Н.* // Ядерн. физ. инжинир. 2019. Т. 10 (3). С. 243.  
<https://doi.org/10.1134/S2079562919020155>  
[*Plyasov A.A., Novikov V.V., Devyatko Yu.N.* // *Phys. At. Nucl.* 2020. V. 83 (10). P. 1407.  
<https://doi.org/10.1134/s1063778820090197>].
7. *Motta A.T., Capulongo L., Chen L.-Q., et al.* // *J. Nucl. Mater.* 2019. V. 518. P. 440.  
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.02.042>
8. *Simon P.-C.A., Frank C., Chen L.Q., et al.* // *J. Nucl. Mater.* 2021. V. 547. P. 152817.  
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2021.152817>
9. *Hull D.* Fractography: Observing, Measuring and Interpreting Fracture Surface Topography. 1999. Cambridge: Cambridge Univ.
10. *Domizzi G., Lanzani L., Coronel P. et al.* // *J. Nucl. Mater.* 1997. V. 246. P. 247.  
[https://doi.org/10.1016/s0022-3115\(97\)00147-5](https://doi.org/10.1016/s0022-3115(97)00147-5)
11. *Плясов А.А., Сабуров Н.С., Бекренев С.А. и др.* // Ядерн. физ. инжинир. 2024. Т. 15 (5). С. 434.  
<https://doi.org/10.56304/S2079562924050385>  
[*Plyasov A.A., Saburov N.S., Bekrenev S.A., et al.* // *Phys. At. Nucl.* 2023. V. 86 (12). P. 2604.  
<https://doi.org/10.1134/s1063778823120062>].

## Fracture Parameters and Plasticity of the Zr–Nb–Sn–Fe Tubes with Different Hydrides Orientations during the Mechanical Testing

N. S. Saburov<sup>1</sup>, M. G. Isaenkova<sup>2</sup>, M. I. Petrov<sup>2</sup>, P. S. Dzhumaev<sup>2</sup>,  
A. A. Plyasov<sup>1,\*</sup>, V. A. Markelov<sup>1</sup>, and A. S. Saburov<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Bochvar Advanced Research Institute of Inorganic Materials, Moscow, 123060 Russia*

<sup>2</sup> *National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, 115409 Russia*

\*e-mail: alex\_plyasov@mail.ru

Received October 11, 2024; revised October 15, 2024; accepted October 16, 2024

**Abstract**—The results for mechanical testing and fractography of the ring samples, made of the experimental Zr–Nb–Sn–Fe alloy, are presented. The most reliable macro- and micro- parameters to quantify the fracture surfaces are defined. The correlations of some metrics for hydrides orientation with fracture parameters are investigated. The advantages and disadvantages of individual metrics are revealed. Threshold value for the near-surface radial hydride fracture at room temperature is obtained.

**Keywords:** zirconium alloys, Zr–Nb–Sn–Fe, hydride, reorientation, orientation metrics, scanning electron microscopy, fractography, brittle and ductile fracture, threshold stress for hydride fracture