

УДК 669.296:621.785.062

## ЖАРОТРИВКІСТЬ У ВОДЯНІЙ ПАРІ ОБОЛОНОК ЗІ СПЛАВУ Zr–1Nb ПІСЛЯ ЙОННО-ПЛАЗМОВОГО АЗОТУВАННЯ

В. А. ЗУЙОК<sup>1</sup>, О. С. КУПРИН<sup>1</sup>, І. О. КЛИМЕНКО<sup>1</sup>, Г. М. ТОЛМАЧОВА<sup>1</sup>,  
М. В. ТРЕТЬЯКОВ<sup>1</sup>, Р. О. РУДЬ<sup>1</sup>, Я. А. КУШТИМ<sup>1</sup>, І. В. ДИКИЙ<sup>1</sup>,  
І. В. ШЕВЧЕНКО<sup>1</sup>, В. В. ШТЕФАН<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Національний науковий центр "Харківський фізико-технічний інститут" НАН України;

<sup>2</sup> Національний технічний університет "Харківський політехнічний інститут" МОН України

Вивчено вплив часу йонно-плазмового азотування твельних трубок зі сплаву Zr–1Nb на їх тривкість до окиснення у водяній парі при 600...1200°C. Виявлено, що залежно від часу оброблення твердість зразків по товщині стінки трубки збільшується від 2 до 3 GPa, а на поверхні – до 12 GPa. Азотовані трубки окиснюються набагато сильніше за розтріскування і розшарування оксидного шару порівняно з вихідним станом.

**Ключові слова:** цирконієвий сплав, оболонка, йонно-плазмове азотування, окиснення, водяна пара.

The influence of the time of ion-plasma nitriding of fuel claddings made of Zr–1Nb alloy on their resistance to oxidation in water steam at 600...1200°C is studied. Nanoindentation confirms the effective nitriding of the alloy: depending on the processing time, the hardness of the samples on the wall thickness increases from 2 to 3 GPa, and on the surface to 12 GPa. It is found that nitrided tubes oxidize much more higher with cracking and delamination of the oxide layer compared to the initial state.

**Keywords:** zirconium alloy, cladding, ion-plasma nitriding, oxidation, water steam.

**Вступ.** Цирконієві сплави слабо поглинають теплові нейтрони і володіють високою корозійною тривкістю у воді та міцністю, тому з них виготовляють оболонки твель активної зони легководних реакторів типу PWR і BWR. Суттєвий їх недолік – швидке окиснення з виділенням водню та руйнування, що пов'язано з пароцирконієвою реакцією за підвищення температури під час аварій із втратою теплоносія [1]. Аварія на АЕС у Фукусімі засвідчила особливу небезпеку такої реакції та підштовхнула до досліджень зі створення толерантного до аварій палива [2]. Одним із його варіантів є твели, де використовують оболонки із цирконієвих сплавів зі стійкими до корозії та окиснення покриттями [3, 4]. Доведено [5–7], що найперспективнішими для захисту цирконієвих оболонок є хромові покриття. Підвищити міцність оболонок можна легуванням азотом.

Йонна імплантація – ефективний метод насичення азотом поверхневих шарів матеріалів [8]. Тут формується достатньо стабільна до температури 900°C фаза ZrN [9] [10], яка збільшує нанотвердість поверхні цирконію з 2 до 8 GPa [11], а також суттєво підвищує опір фретингу сплаву Zircaloy-4 [12]. Імплантацією йонів азоту можна також об'ємно зміцнити трубки зі сплаву Zr–1Nb [13]. За зростання вмісту азоту корозійна тривкість сплаву Zircaloy-4 у розчині NaCl при 80°C значно поліпшилась, на що вказує збільшення потенціалу і зменшення струму корозії [14, 15]. Після легування азотом сплаву Zircaloy-2, отримали тонший окиснений шар під час випробувань у воді під тиском 25 MPa при 300°C [16]. В імплантова-

ному азотом сплаві Zr–Sn–Nb підвищилась стійкість до окиснення у повітрі при 500°C, а кристалічна структура оксиду цирконію змінилась від моноклінної до тетрагональної [17]. Однак модифіковані шари досліджуваних зразків були надто тонкі ( $\leq 200$  nm), а температура окиснення – низька порівняно з вимогами до оболонки, толерантної до аварії [3].

Збільшити глибину насичених азотом шарів ( $> 10$   $\mu\text{m}$ ) можна за помірно високих температур ( $\leq 750^\circ\text{C}$ ) методом йонно-плазмового азотування, який часто використовують для модифікування різноманітних сталей [18] та титанових сплавів [19]. Прикладом успішного його застосування в ядерній енергетиці є оброблення для підвищення опору фретинг-зношуванню регульовальних стрижнів – тонкостінних труб  $\varnothing 9,7$  mm, завдовжки до 4,4 m, виготовлених з аустенітної нержавної сталі [20]. Вплив температури плазмового азотування в діапазоні 600...800°C на товщину, структуру та механічні властивості азотованого шару досліджено для сплаву Zircaloy-4, в якому при  $\sim 800^\circ\text{C}$  (24 h) утворюється поверхневий шар ZrN з твердістю 23 GPa та дифузійна зона із твердістю 7...15 GPa і глибиною до 100  $\mu\text{m}$  [21]. Виявлено [22–24] позитивний вплив вакуумно-дифузійного оброблення в азоті на механічні характеристики та зменшення насичення воднем сплаву Zr–1Nb.

Проте опірність високотемпературному окисненню у водяній парі цирконієвих сплавів після йонно-плазмового азотування вивчено недостатньо. Мета цього дослідження – визначити вплив такого оброблення трубок зі сплаву Zr–1Nb на їх жаротривкість у водяній парі при 600...1200°C.

**Матеріал і методика.** Зразки завдовжки 10 mm вирізали зі штатної труби зі сплаву Zr–1Nb ( $\varnothing 9,1$  mm, товщина стінки 0,65 mm). Перед завантаженням у вакуумну камеру їх витримували 15 min в ультразвуковій ванні зі спиртом і висушували. Обробляли методом йонно-плазмового азотування, застосовуючи двоступеневий вакуумно-дуговий розряд [25]. Початковий вакуум у камері знаходився на рівні  $1 \cdot 10^{-3}$  Pa. Поверхню зразків додатково очищували від оксидних плівок та забруднень йонами аргону, який напускали в камері до тиску 0,3 Pa, вмикали дугове джерело із цирконієвим катодом (струм розряду 100 A), яке знаходилось за заслінкою, та подавали живлення на додатковий анод (50 A) і від'ємну напругу – на зразки ( $- 500$  V). Так реалізовували попередній нагрів зразків до температури  $\sim 600^\circ\text{C}$  та йонне очищення їх поверхні впродовж 10 min. Після цього до аргону додавали азот і сумарний тиск газів збільшували до 0,6 Pa, від'ємний потенціал на зразках вимикали, щоб уникнути їх розпилення. Далі температуру зразків піднімали до 700°C, час оброблення  $t_N = 1...5$  h.

Ефективність методу оцінювали за зміною твердості матеріалу на торцях трубок, вирізаних із центральної частини зразків до та після азотування. Нанотвердість ( $H$ ) вимірювали приладом Nanoindenter G200, обробляючи результати методом Олівера і Фарра [26] за фіксованої глибини вдавлювання індентора (500 nm). Індентували по товщині стінки трубок з кроком 10  $\mu\text{m}$ , починаючи від зовнішньої поверхні.

На жаротривкість випробовували у водяній парі, яку подавали в трубчасту піч за атмосферного тиску при 600...1200°C. Отримували пару з дистильованої води, нагрітої до температури кипіння. Перед потраплянням до печі її додатково підігрівали до 250...300°C, для чого на певній ділянці парогону встановлювали нагрівач. Зразок нагрівали зі швидкістю  $\sim 20^\circ\text{C/s}$  і витримували за заданої температури впродовж  $t_{\text{ок}} = 1$  h. Жаротривкість оцінювали за зростанням маси зразка ( $\Delta m$ ), віднесеної до площі зовнішньої та внутрішньої поверхонь зразка ( $S$ ), яку визначали зважуванням з похибкою  $\pm 0,05$  mg.

**Результати та їх обговорення.** Зразки після йонно-плазмового оброблення мали характерний для нітридних покриттів золотистий колір, насиченість якого зростала з часом процесу. Відносну концентрацію азоту (ступінь азотування) оцінювали за зміною нанотвердості в поперечному перерізі зразка. Залежно від часу оброблення вона зростала по товщині трубки від 2 до 3 GPa, а на поверхні – до 12 GPa (рис. 1a). Нітридний шар товщиною  $\sim 20 \mu\text{m}$  на зовнішній та внутрішній поверхнях із твердістю  $\sim 12 \text{ GPa}$  формувався після азотування 4...5 h (рис. 1b). За короткий проміжок (1...3 h) його товщина дещо менша, а твердість 6...9 GPa. Ці результати підтверджують ефективність йонно-плазмового азотування цирконієвого сплаву в аргоно-азотній суміші (1/1) при  $700^\circ\text{C}$  у плазмі двоступеневого вакуумно-дугового розряду.

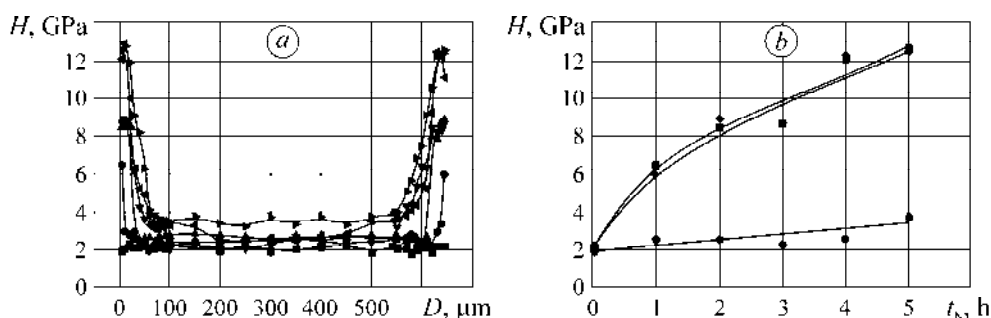


Рис. 1. Зміна нанотвердості по товщині стінки зразка (a: ■ – вихідний стан; ● –  $t_N = 1 \text{ h}$ ; ▲ – 2; ▼ – 3; ◀ – 4; ▶ – 5h), а також залежно від часу азотування (b: ■, ◆ – зовнішня та внутрішня поверхні; ● – середина стінки трубки).

Fig. 1. Change in nanohardness along the wall thickness of the sample (a: ■ – initial; ● –  $t_N = 1 \text{ h}$ ; ▲ – 2; ▼ – 3; ◀ – 4; ▶ – 5h) and also depending on nitriding time (b: ■, ◆ – external and internal surfaces; ● – the middle of the tube wall).

Візуально на зовнішній поверхні неазотованого зразка під час випробувань при  $600^\circ\text{C}$  упродовж 1 h виявили суцільну дзеркальну плівку темно-сірого кольору, яка на зразках, оброблених в азоті, після випробування стає тьмянішою залежно від тривалості процесу (за зростання вмісту азоту). Зразок, який азотували 5 h, мав матову поверхню, захисні властивості якої гірші, ніж дзеркальної [27].

Кінетику окиснення у середовищі водяної пари при  $600^\circ\text{C}$  обробленого та необробленого сплаву Zr–1Nb можна охарактеризувати ступеневою залежністю (рис. 2a). Зафіксували також збільшення маси всіх зразків.

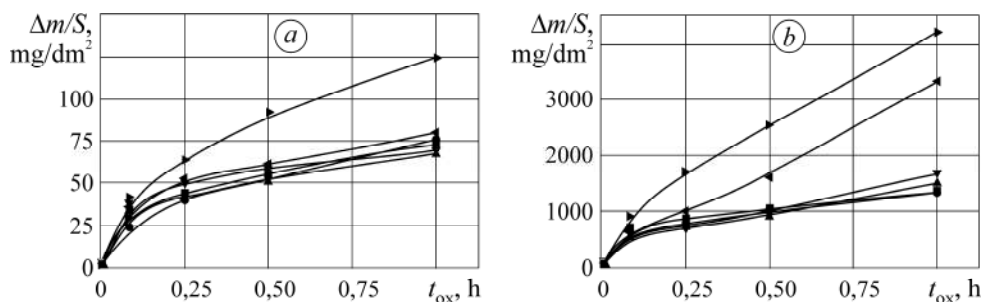


Рис. 2. Кінетика окиснення зразків зі сплаву Zr–1Nb у водяній парі при  $600^\circ\text{C}$  (a) і  $1000^\circ\text{C}$  (b) залежно від часу азотування: ■ – вихідний стан; ● –  $t_N = 1 \text{ h}$ ; ▲ – 2; ▼ – 3; ◀ – 4; ▶ – 5 h.

Fig. 2. Oxidation kinetics of Zr–1Nb alloy samples in water steam at  $600^\circ\text{C}$  (a) and  $1000^\circ\text{C}$  (b) depending on the time of nitriding: ■ – initial state; ● –  $t_N = 1 \text{ h}$ ; ▲ – 2; ▼ – 3; ◀ – 4; ▶ – 5 h.

Найгірші захисні властивості мала оксидна плівка, сформована на зразках після азотування 5 h, коли приріст маси становив  $120 \text{ mg/dm}^2$ . Для зразків з коротшим часом оброблення (від 1 до 4 h) приріст маси близький до встановленого для неазотованих: змінювався у межах  $\pm 5 \text{ mg/dm}^2$  (рис. 2a). Високу швидкість окиснення у водяній парі при  $600^\circ\text{C}$  спостерігали також для стехіометричних покриттів ZrN, осаджених магнетронним методом на цирконієвий сплав Zr-2,5Nb [28].

При температурі випробування  $1000^\circ\text{C}$  на всіх зразках сформувалася оксидна плівка з локальними ділянками білого кольору (рис. 3), площа яких зростала зі збільшенням концентрації азоту. Зразки, оброблені 5 h, повністю вкриті оксидною плівкою світло-сірого кольору, на якій подекуди були дрібні тріщини (рис. 3f) [29].

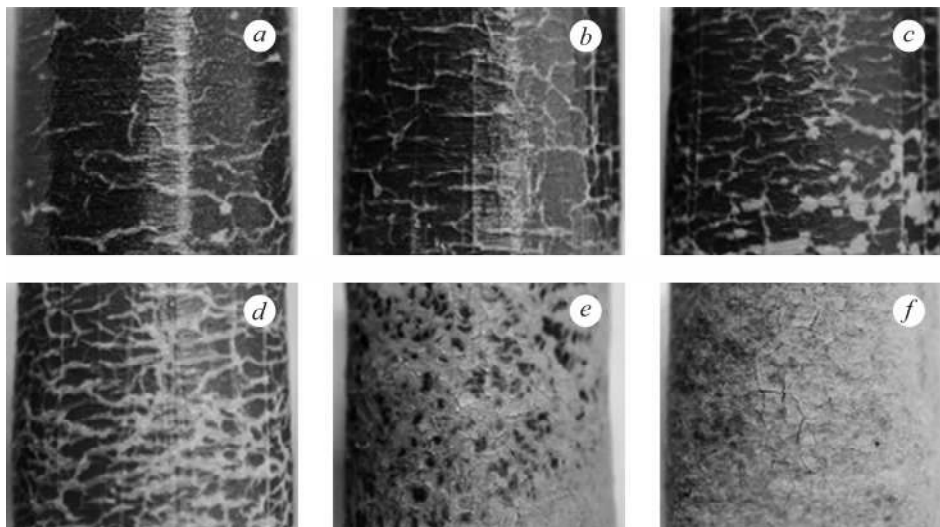


Рис. 3. Поверхня зразків сплаву Zr-1Nb після окиснення у водяній парі при  $1000^\circ\text{C}$  упродовж 1 h без оброблення (a) та після азотування 1 h (b); 2 (c); 3 (d); 4 (e); 5 h (f).

Fig. 3. Surface of Zr-1Nb alloy samples after oxidation in water steam at a temperature of  $1000^\circ\text{C}$  for 1 h without treatment (a) and after plasma nitriding 1 h (b); 2 (c); 3 (d); 4 (e); 5 h (f).

Кінетичні криві окиснення зразків при  $1000^\circ\text{C}$  (рис. 2b) свідчать про погіршені захисні властивості оксидних плівок. Приріст їх маси після оброблення 4 і 5 h становив  $3300$  і  $4200 \text{ mg/dm}^2$ , відповідно. Кінетику окиснення після 5 min випробувань можна охарактеризувати лінійною залежністю, яка свідчить про те, що на їх поверхні не утворюється захисна плівка. Приріст маси зразків у вихідному стані та оброблених 1...3 h становив від  $1350$  до  $1600 \text{ mg/dm}^2$ .

Після випробування при  $1200^\circ\text{C}$  упродовж 1 h поверхня зразків якісно подібна до отриманої при  $1000^\circ\text{C}$ , але окиснення тут інтенсивніше. Приріст їх маси у вихідному стані та після азотування 1...3 h не перевищує  $4500 \text{ mg/dm}^2$ , а після оброблення 4 і 5 h вже після 5 min випробування становив  $\sim 6000 \text{ mg/dm}^2$ . Їх не випробовували, оскільки вони були повністю окиснені та крихкі. З тривалістю оброблення на поверхні починає зростати густина сітки білого оксиду з розвинутою системою тріщин.

Узагальнюючи експериментальні результати, виявили (рис. 4), що з ростом температури випробування та вмісту азоту (тривалості азотування) жаротривкість зразків знижується, особливо після  $T > 800^\circ\text{C}$  і  $t_N > 3 \text{ h}$ . Це вказує на негативний вплив підвищених концентрацій азоту в сплаві Zr-1Nb на його опір окисненню у високотемпературній водяній парі.

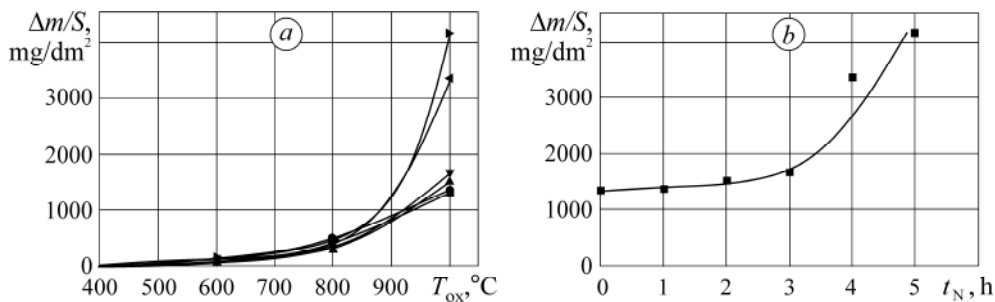


Рис. 4. Збільшення маси зразків зі сплаву Zr–1Nb упродовж 1 h залежно від температури випробування (а: ■ – вихідний стан; ● –  $t_N = 1$  h; ▲ – 2; ▼ – 3; ◀ – 4; ▶ – 5 h), а також від часу азотування після випробування при 1000°C (b).

Fig. 4. Mass gain of Zr–1Nb alloy samples for 1 h depending on the test temperature (a: ■ – initial state; ● –  $t_N = 1$  h; ▲ – 2; ▼ – 3; ◀ – 4; ▶ – 5 h) and the time of nitriding after testing at 1000°C (b).

Втрату захисних властивостей азотованого сплаву Zr–1Nb можна пояснити нестабільністю нітриду цирконію у присутності кисню, а реакція  $ZrN + 1/2 O_2 \rightarrow ZrO_2 + 1/2 N_2$  є високоекзотермічною (її ентальпія становить 730 kJ/mol при 298 K) [29]. Коли фронт окиснення просувається всередину азотованої оболонки, нітридні острівці вбудовуються в оксид, де повторно окиснюються новим доступним киснем. Внаслідок великого збільшення локального об'єму через перетворення ZrN на ZrO<sub>2</sub> (молярний об'єм ZrN становить 14,8 cm<sup>3</sup>, а ZrO<sub>2</sub> – 21,7 cm<sup>3</sup>, що становить  $\Delta V/V = 46\%$ ) оксидна плівка піддається дії високих локальних напружень, що спричиняє утворення тріщин [30]. Таким чином, на азотованому сплаві Zr–1Nb не може сформуватися щільний захисний оксидний шар. Окиснення азотованих оболонок у водяній парі подібне до окиснення цирконію у повітрі, коли виділяється приблизно на 85% більше тепла, ніж під час окиснення парою. При цьому окиснення у повітрі інтенсивніше через формування оксидних (нітридних) плівок з тріщинами [31].

### ВИСНОВКИ

Нанотвердість по товщині трубки із цирконієвого сплаву Zr–1Nb після йонно-плазмового азотування при 700°C зростає від 2 до 3 GPa, а на поверхні – до 12 GPa, що підтверджує його ефективність. Під час окиснення у водяній парі при 600°C на поверхні формується темно-сіра оксидна плівка, яка змінюється від дзеркальної до матової з тривалістю оброблення (вмісту азоту). Після випробування при 800°C характерне утворення такої плівки з ділянками білого кольору, кількість яких зростає за подальшого підвищення температури окиснення, особливо за наявності у сплаві високого вмісту азоту, коли поверхня плівки вкривається тріщинами і суттєво знижується опір окисненню сплаву. Таким чином, йонно-плазмове азотування зменшує жаротривкість сплаву Zr–1Nb у високотемпературній (600...1200°C) водяній парі.

1. *Current status of materials development of nuclear fuel cladding tubes for light water reactors* / Z. Duan, H. Yang, Y. Satoh, K. Murakami, S. Kano, Z. Zhao, J. Shen, and H. Abe // *Nuclear Eng. and Design*. – 2017. – **316**. – P. 131–150. <https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2017.02.031>
2. *Accident tolerant fuels for LWRs: a perspective* / S. J. Zinkle, K. A. Terrani, J. C. Gehin, L. J. Ott, and L. L. Snead // *J. of Nuclear Mat.* – 2014. – **448**. – P. 374–379. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.12.005>
3. *Protective coatings on zirconium-based alloys as accident-tolerant fuel (ATF) claddings* / C. Tang, M. Stueber, H.J. Seifert, and M. Steinbrueck // *Corr. Rev.* – 2017. – **35**. – P. 141–165. <https://doi.org/10.1515/corrrev-2017-0010>

4. *Terrani K.* Accident tolerant fuel cladding development: promise, status, and challenges // *J. of Nuclear Mat.* – 2018. – **501**. – P. 13–30. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2017.12.043>
5. *AREVA NP's* enhanced accident-tolerant fuel developments: focus on Cr-coated M5 cladding / *J. Bischoff, C. Delafoy, C. Vauglin, P. Barberis, C. Roubeyrie, D. Perche, D. Duthoo, F. Schuster, J.-C. Brachet, E.W. Schweitzer, and K. Nimishakavi* // *Nuclear Eng. and Techn.* – 2018. – **50**, № 2. – P. 223–228. <https://doi.org/10.1016/j.net.2017.12.004>
6. *Vacuum-arc* chromium coatings for Zr–1Nb alloy protection against high temperature oxidation in air / *A. S. Kuprin, V. A. Belous, V. V. Bryk, R. L. Vasilenko, V. N. Voyevodin, V. D. Ovcharenko, G. N. Tolmachova, I. V. Kolodiy, V. M. Lunyov, and I. O. Klimenko* // *Problems of Atomic Sci. and Techn.* – 2015. – **96**, № 2. – P. 111–118. DOI:10.1016/j.jnucmat.2015.06.016
7. *Review* on chromium coated zirconium alloy accident tolerant fuel cladding / *J. Yang, M. Steinbrück, C. Tang, M. Große, J. Liu, J. Zhang, D. Yun, and S. Wang* // *J. of Alloys and Comp.* – 2022. – **895**. – Article Number: 162450. DOI:10.1016/j.jallcom.2021.162450
8. *Plasma* source ion-implantation technique for surface modification of materials / *J. R. Conrad, J. L. Radtke, R. A. Dodd, F. J. Worzala, and N. C. Tran* // *J. of Appl. Phys.* – 1987. – **62**. – P. 4591–4596. <https://doi.org/10.1063/1.339055>
9. *Composition* and structure of zirconium implanted with nitrogen at high fluency / *S. Miyagawa, K. Saitoh, M. Ikeyama, G. Massouras, and Y. Miyagawa* // *Nuclear Instruments and Methods in Phys. Res. B.* – 1992. – **69**, № 4. – P. 437–442. [https://doi.org/10.1016/0168-583X\(92\)95299-7](https://doi.org/10.1016/0168-583X(92)95299-7)
10. *Thermal* behaviour of nitrogen implanted into zirconium / *S. Miyagawa, M. Ikeyama, K. Saitoh, S. Nakao, H. Niwa, S. Tanemura, and Y. Miyagawa* // *Surf. and Coat. Techn.* – 1994. – **66**, № 1–3. – P. 245–249. [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(94\)90005-1](https://doi.org/10.1016/0257-8972(94)90005-1)
11. *Depth* profile of nitrogen concentration and nano-hardness in nitrogen implanted Zr at RT and at 600°C / *Y. Miyagawa, S. Nakao, K. Baba, R. Hatada, M. Ikeyama, and S. Miyagawa* // *Surf. and Coat. Techn.* – 1998. – **103–104**. – P. 323–327. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(98\)00408-3](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(98)00408-3)
12. *Wear* and fretting wear behaviour of ion-implanted Zircaloy-4 / *J. G. Han, J. S. Lee, B. H. Choi, W. Kim, and G. Tang* // *Surf. and Coat. Techn.* – 1996. – **83**, № 1–3. – P. 307–312. [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(96\)02846-0](https://doi.org/10.1016/0257-8972(96)02846-0)
13. *Role* of surface layer nanostructuring in improving mechanical and corrosion properties of reactor materials / *L. S. Ozhigov, V. A. Belous, V. I. Savchenko, G. I. Nosov, V. D. Ovcharenko, G. N. Tolmachova, A. S. Kuprin, V. S. Goltvyanitsa* // *Problems of Atomic Sci. and Techn.* – 2017. – **108**, № 2. – P. 168–172. <http://dspace.nbu.gov.ua/handle/123456789/136004>
14. *Corrosion* behavior of nitrogen-implanted zircaloy / *W. Kim, K. S. Jung, B. H. Choi, H. S. Kwon, N. J. Lee, J. G. Han, M. I. Guseva, and M. V. Atamanov* // *Surf. and Coat. Techn.* – 1995. – **76–77**. – P. 2. – P. 595–599. [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(95\)02576-6](https://doi.org/10.1016/0257-8972(95)02576-6)
15. *Effects* of compositional and structural change on the corrosion behaviour of nitrogen implanted Zircaloy-4 / *S. J. Lee, H. S. Kwon, W. Kim, and B. H. Choi* // *Mat. Sci. and Eng. A.* – 1999. – **263**. – P. 23–31.
16. *Oxidation* of plasma surface modified zirconium alloy in pressurized high temperature water / *K. Sridharan, S. P. Harrington, A. K. Johnson, J. R. Licht, M. H. Anderson, and T. R. Allen* // *Mat. and Design.* – 2007. – **28**, № 4 – P. 1177–1185. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2006.01.019>
17. *Surface* characteristics and oxidation behavior of nitrogen ion-implanted Zr–Sn–Nb alloy / *Y. Z. Liu, X. T. Zu, S. Y. Qiu, C. Li, W. G. Ma, and X. Q. Huang* // *Surf. and Coat. Techn.* – 2006. – **200**, № 18–19. – P. 5631–5635. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.07.103>
18. *Czerwiec T., Renevier U. N., and Michel H.* Low-temperature plasma-assisted nitriding // *Surf. and Coat. Techn.* – 2000. – **131**, № 1–3. – P. 267–277. DOI:10.1016/S0257-8972(00)00792-1
19. *Belous V. A., Nosov G. I., and Klimenko I. O.* Strengthening of titanium alloys by ion-plasma nitriding // *Problems of Atomic Sci. and Techn.* – 2017. – **111**, № 5. – P. 73–82.
20. *Bell T.* Surface engineering of austenitic stainless steel // *Surf. Eng.* – 2002. – **18**, № 6. – P. 415–422. <https://doi.org/10.1179/026708402225006268>
21. *ZrN* phase formation, hardening and nitrogen diffusion kinetics in plasma nitrided Zircaloy-4 / *R. Balerio, H. Kim, A. Morell-Pacheco, L. Hawkins, C.-H. Shiau, and L. Shao* // *Materials.* – 2021. – **14**, № 13. – Article Number: 3572. DOI: 10.3390/ma14133572

22. *Properties of tubes from Zr–1%Nb alloy after thermochemical treatment and hydrogenation* / V. S. Trush, V. N. Voyevodin, P. I. Stoev, V. N. Fedirko, A. G. Lukyanenko, M. A. Tikhonovsky, and V. A. Panov // *Problems of Atomic Sci. and Techn.* – 2021. – **135**, № 5. – P. 84–87. <https://doi.org/10.46813/2021-135-084>
23. *Influence of thermochemical treatment on properties of tubes from Zr–1%Nb alloy* / V. S. Trush, V. N. Fedirko, A. G. Luk'yanenko, M. A. Tikhonovsky, and P. I. Stoev // *Problems of Atomic Sci. and Techn.* – 2018. – **114**, № 2. – P. 70–75. <http://dspace.nbu.gov.ua/handle/123456789/147068>
24. *Influence of the functional layer on the operating characteristics of Zr–1% Nb alloy at a temperature of 380°C* / V. S. Trush, V. M. Fedirko, A. G. Lukyanenko, V. M. Voyevodin, P. I. Stoev, and V. A. Panov // *Materials Science.* – 2021. – **57**, № 2. – P. 234–239.
25. *Belous V. A., Zadneprovskiy Y. A., and Domnich I. S.* Influence of surface pre-heating on the nitriding depth of steel 25CrMoVA used complex ion-plasma treatment // *Problems of Atomic Sci. and Techn.* – 2021. – **135**, № 5. – P. 115–121.
26. *Oliver W. C. and Pharr G. M.* An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *J. Mat. Res.* – 1992. – **7**, № 6. – P. 1564–1583. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
27. *Yan Y., Burtseva T. A., and Billone M. C.* High-temperature steam-oxidation behavior of Zr–1Nb cladding alloy E110 // *J. of Nuclear Mat.* – 2009. – **393**. – P. 433–448. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2009.06.029>
28. *Comparison of the oxidation behavior of a zirconium nitride coating in water vapor and air at high temperature* / Z. Gao, Y. Chen, J. Kulczyk-Malecka, P. Kelly, Y. Zeng, X. Zhang, C. Li, H. Liu, N. Rohbeck, and P. Xiao // *Corr. Sci.* – 2018. – **138**. – P. 242–251. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.04.015>
29. *Duriez C., Drouan D., and Pouzadoux G.* Reaction in air and in nitrogen of pre-oxidised Zircaloy-4 and M5™ cladding // *J. of Nuclear Mat.* – 2013. – **441**. – P. 84–95. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.04.095>
30. *Zircaloy-4 and M5™ high temperature oxidation and nitriding in air* / C. Duriez, T. Dupont, B. Schmet, and F. Enoch // *J. of Nuclear Mat.* – 2008. – **380**. – P. 30–45. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.07.002>
31. *Steinbrück M.* Prototypical experiments relating to air oxidation of Zircaloy-4 at high temperatures // *J. of Nuclear Mat.* – 2009. – **392**, № 3. – P. 531–544. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2009.04.018>

Одержано 15.04.2022