

(12) МЕЖДУНАРОДНАЯ ЗАЯВКА, ОПУБЛИКОВАННАЯ В
СООТВЕТСТВИИ С ДОГОВОРом О ПАТЕНТНОЙ КООПЕРАЦИИ (РСТ)

(19) Всемирная Организация
Интеллектуальной Собственности
Международное бюро

(43) Дата международной публикации
01 июля 2021 (01.07.2021)



(10) Номер международной публикации
WO 2021/133195 A1

(51) Международная патентная классификация:
B21B 37/00 (2006.01) *C21D 8/10* (2006.01)
C22C 16/00 (2006.01)

(21) Номер международной заявки: PCT/RU2019/001024

(22) Дата международной подачи:
26 декабря 2019 (26.12.2019)

(25) Язык подачи: Русский

(26) Язык публикации: Русский

(71) Заявитель: АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО "ТВЭЛ"
(JOINT-STOCK COMPANY "TVEL") [RU/RU]; Ка-
ширское шоссе, 49 Москва, 115409, Moscow (RU).

(72) Изобретатели: **НОВИКОВ, Владимир Владимиро-
вич (NOVIKOV, Vladimir Vladimirovich)**; ул. Твар-
довского, 12, к. 3, кв. 614 Москва, 123458, Moscow (RU).
КАБАНОВ, Александр Анатольевич (KABANOV, Aleksandr Anatolevich); ул. Серпуховский Вал, 5,
кв. 89 Москва, 115191, Moscow (RU). **НИКУЛИ-
НА, Антонина Васильевна (NIKULINA, Antonina Vasilevna)**; ул. Песчаная, 13, кв. 68 Москва, 125124,
Moscow (RU). **МАРКЕЛОВ, Владимир Андреевич (MARKELOV, Vladimir Andreevich)**; ул. Мневники, 7,
к. 1, кв. 287 Москва, 123308, Moscow (RU). **САБЛИН, Михаил Николаевич (SABLIN, Mihail Nikolaevich)**;
ул. Братеевская, 21, к. 2, кв. 889 Москва, 115612,

Moscow (RU). **ФИЛАТОВА, Надежда Константинов-
на (FILATOVA, Nadezhda Konstantinovna)**; проспект
Ленинского комсомола, 23, к. 1, кв. 34 Московская об-
ласть, г. Видное, 142700, Moskovskaya oblast, g. Vidnoe
(RU). **СОЛОВЬЕВ, Вадим Николаевич (SOLOVEV, Vadim Nikolaevich)**; ул. Крылатские холмы, 32, к.
1, кв. 47 Москва, 121614, Moscow (RU). **ОЖМЕ-
ГОВ, Кирилл Владимирович (OZHMEGOV, Kirill Vladimirovich)**; ул. Маяковского, 17А, кв. 27 Москов-
ская область, г. Звенигород, 143185, Moskovskaya oblast,
g. Zvenigorod (RU). **ЧИНЕЙКИН, Сергей Владими-
рович (CHINEIKIN, Sergei Vladimirovich)**; ул. Перво-
майская, 8, кв. 19 Удмуртская Республика, г. Глазов,
427621, Udmurtskaya Respublika, g. Glazov (RU). **ЛО-
ЗИЦКИЙ, Сергей Васильевич (LOZITSKIY, Sergei Vasilevich)**; ул. Дзержинского, 31, кв. 9 Удмуртская
Республика, г. Глазов, 427622, Udmurtskaya Respublika,
g. Glazov (RU). **ЗИГАНШИН, Александр Гусманович (ZIGANSHIN, Aleksandr Gusmanovich)**; ул. Будённо-
го, 10, кв. 7 Удмуртская Республика, г. Глазов, 427628,
Udmurtskaya Respublika, g. Glazov (RU).

(81) Указанные государства (если не указано иначе, для
каждого вида национальной охраны): AE, AG, AL, AM,
AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ,
CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN,

(54) Title: METHOD OF PRODUCING TUBULAR PRODUCTS FROM A ZIRCONIUM-BASED ALLOY

(54) Название изобретения: СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТРУБНЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ СПЛАВА НА ОСНОВЕ ЦИРКОНИЯ

(57) Abstract: The invention relates to the field of nuclear engineering and to the production of tubular products from a zirconium alloy, which can be used as structural elements in the core of a water-cooled nuclear reactor. The present method of producing tubular products from a zirconium-based alloy includes melting an ingot by vacuum arc remelting, mechanically treating the ingot, heating same, carrying out multi-stage hot forging of the ingot to produce a forged workpiece, subsequently mechanically treating the forged workpiece to produce a blank having a circular profile, producing tubular blanks, quenching and tempering same, applying a protective coating to the tubular blanks and heating same to a hot pressing temperature, hot pressing, removing the protective coating, carrying out vacuum heat treatment, and carrying out multi-pass cold rolling to produce tubular products, wherein vacuum heat treatment is carried out after each cold rolling pass, and a final vacuum heat treatment is carried out at the finished size, followed by finishing operations. The technical result is that of providing for the workability of the material at all steps of the hot and cold working processes, as well as providing for tubular products that have high strength characteristics and good corrosion resistance.

(57) Реферат: Изобретение относится к области ядерной техники, получению трубных изделий из циркониевого сплава, используемых в качестве элементов конструкции активной зоны ядерных реакторов с водяным охлаждением. Способ получения трубных изделий из сплава на основе циркония, включает выплавку слитка многократным вакуумно-дуговым переплавом, механическую обработку слитка, нагрев, многостадийную горячую ковку слитка с получением поковки, последующую механическую обработку поковки с получением заготовки круглого профиля, получение трубных заготовок, их закалку и отпуск, нанесение на них защитного покрытия и нагрев до температуры горячего прессования, горячее прессование, удаление с них защитного покрытия, их вакуумную термическую обработку, многократную холодную прокатку с получением трубных изделий, причем после каждой холодной прокатки проводят промежуточную вакуумную термическую обработку, а окончательную вакуумную термическую обработку осуществляют на финишном размере, с последующими финишными отделочными операциями. Техническим результатом является обеспечение технологичности материала на всех этапах горячей и холодной обработки давлением, а также высокие прочностные характеристики трубных изделий и их коррозионную стойкость.

WO 2021/133195 A1

HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Указанные государства (если не указано иначе, для каждого вида региональной охраны): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), евразийский (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), европейский патент (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Опубликована:

— с отчётом о международном поиске (статья 21.3)

Способ получения трубных изделий из сплава на основе циркония.

ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

5 Изобретение относится к области ядерной техники, в частности к получению трубных изделий из циркониевого сплава, используемых в качестве элементов конструкции активной зоны ядерных реакторов с водяным охлаждением, в частности для реакторов типа ВВЭР и PWR.

ПРЕДШЕСТВУЮЩИЙ УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

10 Циркониевые сплавы применяются в качестве материалов для конструкционных элементов в энергетических ядерных реакторах из-за своих уникальных свойств: малого сечения поглощения тепловых нейтронов и физико-механических свойств. К изделиям активной зоны реактора из циркониевых сплавов предъявляются требования по
15 коррозионной стойкости и наводороживанию в высокотемпературной воде и водяном паре, прочности, радиационному росту, термической и радиационно-термической ползучести. Материалы также должны обладать высокими технологическими характеристиками. Свойства и технологичность изделий из этого сплава зависят не только от состава, но
20 и способа их получения, включая выплавку слитка, горячую и холодную обработку, режимы термообработок на промежуточном и готовом размере, финишные отделочные операции.

Известен «Способ изготовления трубных изделий из циркониевых сплавов (варианты)» RU 2123065C1 (опубл. 12.03.1997 г., кл. C22F/1/18),
25 который включает для многокомпонентного циркониевого сплава горячую предварительную деформацию выплавленного слитка, получение трубной заготовки путем горячего формования (выдавливанием), закалку, механическую обработку и отпуск, холодное

деформирование с промежуточными термообработками и окончательный отжиг.

Недостатки способа заключаются в том, что перед горячим выдавливанием на заготовки не наносится защитное покрытие, что приводит к окислению металла во время процесса и снижает технологичность производства трубных изделий, не предусмотрены финишные отделочные операции, которые позволяют удалять с поверхности трубных изделий остаточные технологические загрязнения и понизить шероховатость поверхности, что ухудшает коррозионную стойкость изделий.

Известен «Способ получения изделий из циркониевых сплавов» RU 2110600C1 (опубл. 10.05.1998 г., кл C22F/1/18), который включает изготовление из слитка горячим формованием (выдавливанием) исходной заготовки, затем горячим формованием промежуточной заготовки, разрезанные мерные заготовки закаливают и отпускают, горячее формование и отпуск затем холодная прокатка.

Недостатки способа заключаются в том, что перед горячим выдавливанием не наносится защитное покрытие, что приводит к окислению металла во время процесса, что снижает технологичность производства трубных изделий; не предусмотрены финишные отделочные операции, которые позволяют удалять с поверхности трубных изделий остаточные технологические загрязнения и понизить шероховатость поверхности, что ухудшает коррозионную стойкость изделий.

Известны «Трубы из сплавов на основе циркония и метод их изготовления» RU 2298042C2 (опубл. 27.04.2004г., кл C22F/1/18C21D1/18, C22C16/00). Метод изготовления включает гомогенизирующую обработку выдавленных трубных гильз, закалку их в воду, отжиг со снятием напряжений, двухстадийную холодную прокатку с промежуточным и окончательным отжигами.

Недостатки патента заключаются в том, что перед горячим выдавливанием не наносится защитное покрытие, что может приводить к окислению металла во время процесса и в результате снижение технологичности производства трубных изделий. Использование двухпрокатной схемы холодной обработки с использованием финишной гомогенизирующей обработки в $(\alpha+\beta)$ -области позволяет получить высокую прочность изделия, при этом отжиг в $(\alpha+\beta)$ -области приводит к появлению в структуре изделия метастабильной β -Zr-фазы, оказывающей отрицательное действие на коррозию циркониевых сплавов. В технологической схеме не предусмотрены финишные отделочные операции, позволяющие удалять с поверхности трубных изделий остаточные технологические загрязнения и понижающие шероховатость поверхности, что снижает коррозионную стойкость изделий.

Наиболее близким к заявляемому способу является патент «Циркониевый сплав, имеющий превосходную коррозионную стойкость, для оболочек твэлов и способ их производства» US 2016/0307651A1 (опубл. 20.10.2016, кл G21C 3/07, B22D 21/00, B22D 7/00, C22C 16/00, C22F 1/18). В патенте указан состав коррозионностойкого циркониевого сплава и способ получения оболочек твэлов из него, включающий выплавку слитка, покрытие слитка защитным стальным кожухом, термообработку слитка с кожухом перед горячей прокаткой, горячую прокатку, снятие защитного стального покрытия, термообработку горячекатаных трубных заготовок, три прохода холодной прокатки, промежуточные термообработки после каждого проката и финишную термообработку.

Недостатки способа: применение стального кожуха, содержащего углерод, который при температуре горячей прокатки может взаимодействовать с циркониевым сплавом с образованием карбидов. Горячая прокатка слитка не обеспечивает однородную проработку литой структуры и характеризуется осевой пористостью заготовок. Количество

и размер пор увеличивается от периферии к центру заготовок, что приводит к ухудшению технологичности материала. Низкие температуры промежуточных отжигов (1-й проход 570-590 °С, 2-й проход 560-580 °С, 3-й проход 560-580 °С) при выбранной деформационной схеме изготовления (30-40 % деформации на первой и третьей, (50-60) % на второй стадии холодной деформации) недостаточны для релаксации остаточных напряжений и протекания процессов рекристаллизации, что отрицательно сказывается на технологичности материала и его стойкости к ползучести и радиационному росту. Использование трех уровней длительного финишного отжига (1-й уровень 460-470 °С, 2-й уровень 510-520 °С, 3-й уровень 580-590 °С) позволяет получить повышенный уровень прочности материала, при этом характеристики стойкости к ползучести и радиационному росту также ухудшаются в первую очередь из-за незавершенности процесса рекристаллизации. Кроме того, использование горячей прокатки при $T = 630-650$ °С в сочетании с малым количеством стадий холодной деформации и низкими температурами отжигов не позволяет завершить процесс дробления и распада метастабильной β -Zr-фазы, что приводит к ухудшению коррозионной стойкости изделий. В технологической схеме не предусмотрены финишные отделочные операции, позволяющие удалять с поверхности трубных изделий остаточные технологические загрязнения и понижающие шероховатость поверхности, что снижает коррозионную стойкость изделий.

РАСКРЫТИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Задачей настоящего изобретения является разработка способа получения трубных изделий, используемых в качестве элементов конструкции активной зоны ядерных реакторов с водяным охлаждением, в частности для реакторов типа ВВЭР и PWR.

Техническим результатом является обеспечение технологичности материала на всех этапах горячей и холодной обработки давлением,

применяемых при изготовлении трубных изделий, а также высокие прочностные характеристики трубных изделий и их коррозионную стойкость.

Технический результат достигается в способе получения трубных изделий из сплава на основе циркония, содержащего масс. %: ниобий 0,9-1,7, олово 0,5-2,0, железо 0,3-1,0, хром 0,002-0,200, углерод 0,003-0,040, кислород 0,04-0,15, кремний 0,002-0,15, цирконий – остальное, включающем выплавку слитка многократным вакуумно-дуговым переплавом, механическую обработку слитка, нагрев, многостадийную горячую ковку слитка с получением поковки, последующую механическую обработку поковки с получением заготовки круглого профиля, получение трубных заготовок, их закалку и отпуск, нанесение на них защитного покрытия и нагрев до температуры горячего прессования, горячее прессование, удаление с них защитного покрытия, их вакуумную термическую обработку, многократную холодную прокатку с суммарной степенью деформации за проход 25,6-56,8 % и трубным коэффициентом $Q=1,0-6,4$ с получением трубных изделий, причем после каждой холодной прокатки проводят промежуточную вакуумную термическую обработку, а окончательную вакуумную термическую обработку осуществляют на финишном размере, с последующими финишными отделочными операциями.

Многостадийную горячую ковку слитка проводят при температуре от 980 °С до 720 °С с суммарной степенью деформации 93 % и с промежуточными подогревами при температуре от 890 °С до 850 °С.

Трубные заготовки получают путем сверления осевого центрального и последующей расточки осевого центрального отверстия в заготовке круглого профиля, разрезанной на мерные длины.

Закалку проводят при температуре 1050-1100 °С и отпуск при температуре 450-600 °С.

Горячее прессование трубной заготовки проводят при температуре от 640 °С до 600°С с вытяжкой $\mu=8,5-9,0$.

Вакуумную термическую обработку трубных заготовок в промежутках между горячим прессованием и холодной прокаткой
5 проводят при температуре 605-630 °С.

Многократную холодную прокатку трубных заготовок осуществляют с суммарной степенью деформации за проход 41,8-56,8 % и трубным коэффициентом $Q=1,0-1,6$ для трубных изделий постоянного сечения.

Многократную холодную прокатку трубных заготовок осуществляют
10 с суммарной степенью деформации за проход 25,6-56,5 % и трубным коэффициентом $Q=1,0-6,4$ для трубных изделий переменного сечения.

Вакуумную термическую обработку трубных заготовок в промежутках между холодными прокатками проводят при температуре 570-630 °С.

Окончательную вакуумную термическую обработку трубных изделий
15 осуществляют при температуре 535-545°С.

Окончательную вакуумную термическую обработку трубных изделий осуществляют при температуре 600-620 °С.

Вакуумную термическую обработку трубных изделий проводят при
20 остаточном давлении в печи не выше $1 \cdot 10^{-4}-1 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.

На финишном размере трубных изделий проводят химическую и механическую обработку их поверхностей.

Выбранное соотношение легирующих компонентов в циркониевом сплаве обеспечивает технологические свойства, коррозионностойкость,
25 стабильные характеристики механических свойств и стойкость к формоизменению трубных изделий.

Преимуществом получения трубных изделий по заявляемому изобретению является то, что горячая деформационно-термическая обработка обеспечивает равномерную проработку литой структуры по
30 длине и сечению слитка, применение защитного покрытия обеспечивает

защиту от газонасыщения и исключает диффузионное взаимодействие покрытие-трубная заготовка. Также процесс обеспечивает изготовление трубных изделий с максимально возможными для данного состава уровнем вязкости разрушения и пластичности. Многократная холодная прокатка с суммарной степенью деформации за проход 25,6-56,8 % и трубным коэффициентом $Q=1,0-6,4$ с промежуточными вакуумными термическими обработками приводит к формированию на переделах структуры материала с минимальными остаточными напряжениями и протеканию процессов рекристаллизации, что улучшает технологичность трубных изделий. В зависимости от необходимых требований по прочности трубных изделий окончательную вакуумную термическую обработку трубных изделий осуществляют в двух различных температурных диапазонах. Первый диапазон (535-545 °C) обеспечивает формирование однородной частично-рекристаллизованной (степень рекристаллизации не менее 40 %) структуры, второй диапазон (600-620°C) обеспечивает формирование однородной рекристаллизованной структуры (степень рекристаллизации 100 %).

Финишные отделочные операции обеспечивают шероховатость поверхности R_a менее 0,8 мкм на наружной и внутренней поверхностях, что повышает стабильность коррозионного поведения изделий.

ОСУЩЕСТВЛЕНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ осуществляют следующим образом:

Пример 1

По заявленному техническому решению технология изготовления трубных изделий из циркония включает следующие операции. Выплавка слитка сплава составом: ниобий 1,05-1,07 масс.%, олово 1,24-1,27 масс.%, железо 0,31-0,34 масс.%, хром 0,0025-0,003 масс.%, углерод 0,011-0,019 масс.%, кислород 0,064-0,065 масс.%, кремний 0,0025-0,0035 масс.%, цирконий остальное. Исходные легирующие компоненты смешивают с электролитическим порошком циркония, затем формируют

расходуемые электроды, которые переплавляют двукратным вакуумно-дуговым переплавом. Боковую поверхность слитка механически обрабатывают. Слиток нагревают до температуры 980 °С. Многостадийную горячую ковку слитка на первой стадии ведут при температуре 980°С, на 5 последней стадии при температуре 720 °С, с промежуточными подогревами в интервале температур от 890 °С до 850 °С.

При горячей ковке слитка суммарная деформация $\Sigma\varepsilon$ составляет 93 %. Нагрев и промежуточные подогревы слитка осуществляют в электропечи сопротивления. Заготовки круглого профиля Ø109×28,5 мм 10 получают путем механической обработки поковок.

Трубные заготовки получают путем сверления осевого центрального и последующей расточки осевого центрального отверстия в заготовке круглого профиля, разрезанной на мерные длины.

Закалку проводят при температуре 1050-1100 °С, а отпуск 15 осуществляют при температуре 450-600 °С. Шероховатость поверхности заготовок составляет не более $Ra = 2,5$ мкм. Далее на трубные заготовки наносят покрытие для защиты от газонасыщения в последующих процессах нагрева и горячего прессования, например, медное с использованием операции нанесения медного покрытия.

20 Нагрев трубных заготовок под горячее прессование осуществляют в электропечи сопротивления. Температура нагрева трубных заготовок перед прессованием находится в диапазоне от 640 до 600 °С. Прессование осуществляют с вытяжкой $\mu=8,9$. Далее снимают медное покрытие.

Далее трубные заготовки направляют на вакуумную термическую 25 обработку $T=605-630$ °С. Трубные заготовки прокатывают на станах холодной прокатки труб типа ХПТ, ХПТР, КРВ за 5 прокаток с суммарной деформацией $\Sigma\varepsilon$ за проход от 41,8 до 56,5 % при этом трубный коэффициент Q находится в диапазоне 1,00-1,6 с получением трубных изделий постоянного сечения. Промежуточные вакуумные 30 термические обработки осуществляются в диапазоне температур от 570°С

до 610 °С. Окончательную вакуумно-термическую обработку осуществляют при $T=535-545$ °С или при $T=600-620$ °С. Применяют вакуумные печи с уровнем разряжения не менее $1 \cdot 10^{-4}-1 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.

После финишного отжига и правки трубы проходят комплекс операций, а именно: струйное травление, щелочную обработку, шлифование поверхности.

Трубные изделия $\varnothing 12,60 \times 11,24$ мм из сплава, изготовленные по заявленному техническому решению, характеризуются следующими свойствами (таблица, пример 1).

10 Пример 2

Осуществляют аналогично примеру 1. Состав сплава: ниобий 0,94-0,97 масс.%, олово 1,15-1,20 масс.%, железо 0,40-0,46 масс.%, хром 0,004-0,005 масс.%, углерод 0,008 - 0,009 масс.%, кислород 0,10-0,11 масс.%, кремний 0,0055-0,0060 масс.%. Исходные легирующие компоненты смешивают с магнийтермической губкой циркония, затем формируют расходные электроды, которые переплавляют трехкратным вакуумно-дуговым переплавом.

Трубные изделия $\varnothing 12,60 \times 10,90$ мм, изготовленные по заявленному техническому решению, характеризуются следующими свойствами (таблица, пример 2).

Пример 3

Осуществляют аналогично примеру 1. Состав сплава: ниобий 0,90-0,93 масс.%, олово 1,18-1,22 масс.%, железо 0,82-0,87 масс.%, хром 0,008-0,009 масс.%, углерод 0,010-0,011 масс.%, кислород 0,082-0,086 масс.%, кремний 0,0052-0,0058 масс.%. Исходные легирующие компоненты смешивают с магнийтермической губкой циркония, затем формируют расходные электроды, которые переплавляют двукратным вакуумно-дуговым переплавом.

Трубные изделия $\varnothing 13,00 \times 11,00$ мм, изготовленные по заявленному техническому решению, характеризуются следующими свойствами (таблица, пример 3).

Пример 4

5 По заявленному техническому решению технология изготовления трубных изделий из циркония включает следующие операции. Выплавка слитка сплава составом: ниобий 1,06-1,09 масс.%, олово 1,28-1,30 масс.%, железо 0,65-0,68 масс.%, хром 0,009-0,011 масс.%, углерод 0,009-0,010 масс.%, кислород 0,08-0,09 масс.%, кремний 10 0,009-0,010 масс.%. Исходные легирующие компоненты смешивают с электролитическим порошком циркония, затем формируют расходуемые электроды, которые переплавляют двукратным вакуумно-дуговым переплавом. Боковую поверхность слитка механически обрабатывают. . Слиток нагревают до температуры 980 °С. Многостадийную горячую ковку 15 слитка осуществляют в диапазоне температур от 980 до 720°С с промежуточными подогревами в интервале температур от 890 до 850°С.

При многостадийной горячей ковке слитка суммарная деформация $\Sigma \varepsilon$ составляет 93 %. Нагрев и промежуточные подогревы слитка осуществляют в электропечи сопротивления. Заготовки круглого профиля 20 $\varnothing 109 \times 28,5$ мм изготавливают с использованием механической обработки поковок. Трубные заготовки получают путем сверления осевого центрального и последующей расточки осевого центрального отверстия в заготовке круглого профиля, разрезанной на мерные длины. Шероховатость поверхности заготовок составляет не более $Ra=2,5$ мкм. 25 Закалку проводят при температуре 1050-1100 °С, а отпуск осуществляют при температуре 450-600 °С.

Далее на заготовки наносят для защиты от газонасыщения в последующих процессах нагрева и горячего прессования, медное покрытие.

Нагрев заготовок под горячее прессование осуществляют в электропечи сопротивления. Температура нагрева заготовки перед прессованием находится в диапазоне $T=640-600^{\circ}\text{C}$. Прессование осуществляют с вытяжкой $\mu=8,9$. Далее снимают медное покрытие.

5 Далее заготовки направляют на вакуумную термическую обработку при $T=605-630^{\circ}\text{C}$. Затем полученные заготовки прокатывают на станах холодной прокатки труб типа ХПТ, ХПТР за 6 прокаток при этом трубный коэффициент Q находится в диапазоне 1,0-6,4. Формирование переменного сечения трубных заготовок осуществляют с применением
10 комбинированной ступенчатой оправки с суммарной степенью деформации $\Sigma\varepsilon=25,6-56,5\%$.

Промежуточные вакуумные термические обработки осуществляют в диапазоне температур от $T=575-590^{\circ}\text{C}$. Окончательную вакуумную термическую обработку трубных изделий проводят при $T=535^{\circ}\text{C}$ или при
15 $T=610^{\circ}\text{C}$, в зависимости от требований по прочности. Применяют вакуумные печи с уровнем разряжения не менее $1\cdot 10^{-4}-1\cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.

После окончательной вакуумной термической обработки трубных изделий проводят комплекс финишных отделочных операций: струйное травление, щелочную обработку, шлифование поверхности.

20 В результате формирования трубных изделий переменного сечения из трубной заготовки переменного сечения с различной степенью накопленной деформации в различных частях трубной заготовки, тонкостенная и толстостенная части готовой трубы, получают приблизительно одинаковую степень накопленной деформации, что после
25 окончательной вакуумной термической обработки обеспечивает однородность механических свойств трубных изделий.

Трубные изделия $\text{Ø}12,60\times 11,24$ (10,1) мм, изготовленные по заявленному техническому решению, характеризуются следующими свойствами (таблица, пример 4).

30 Пример 5

Осуществляют аналогично примеру 4.

Трубные изделия $\varnothing 12,60 \times 10,90$ (8,8) мм, изготовленные по заявленному техническому решению, характеризуются следующими свойствами (таблица, пример 5).

5 ПРОМЫШЛЕННАЯ ПРИМЕНИМОСТЬ

Таким образом, представленный способ изготовления трубных изделий обеспечивает высокие прочностные характеристики и коррозионную стойкость трубных изделий.

Таблица – Свойства труб из сплава системы Zr-Nb-Sn-Fe, изготовленных по заявленному техническому решению

Пр. №	Хим. состав сплава, масс. %	Количество переплавок, / вес слитка конечного переплава, тонн	Размеры труб, мм	Механические свойства														Коррозия 400 °С τ=3600 ч	Шероховатость Ra, мкм	
				Т _{испытаний} =20°С							Т _{испытаний} =350°С									
				σ _в ^Л , МПа	σ _{0,2} ^Л , МПа	δ _Л ^Л , %	σ _в ^П , МПа	σ _{0,2} ^П , МПа	δ _П ^П , %	σ _в ^Л , МПа	σ _{0,2} ^Л , МПа	δ _Л ^Л , %	σ _в ^П , МПа	σ _{0,2} ^П , МПа	δ _П ^П , %	Привес, мг/дм ²				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18			
1	Nb 1,05-1,07, Sn 1,24-1,27, Fe 0,31-0,34, Cr 0,0025-0,003, C 0,011-0,019, O 0,064-0,065, Si 0,0025-0,0035, Zr-остальное	2 вакуумно-дуговых переплава/ 3,5	Ø12,60×11,24 Температура ОВТО* 540 °С, 3 часа	52,5	46,0	24,6	56,3	43,3	39,1	28,1	27,0	24,6	31,4	22,2	48,2	149-156	Нар.п. <0,5 Вн. п. <0,8			
			Ø12,60×11,24 Температура ОВТО* 610 °С, 3 часа	51	36	38	52	35	36	28	15,2	45	29	16	35			150-160		
2	Nb 0,94-0,97, Sn 1,15-1,20, Fe 0,40-0,46, Cr 0,004-0,005, C 0,008-0,009, O 0,10-0,11, Si 0,0055-0,0060, Zr-остальное	3 вакуумно-дуговых переплава/ 3,5	Ø12,60×10,90 Температура ОВТО*540 °С, 3 часа	55,5	49	22,5	56,5	41,5	33	30	27	27	31,5	20	40,5	148-152	Нар.п. <0,5 Вн. п. <0,8			
3	Nb 0,9-0,93, Sn 1,18-1,22, Fe 0,82-0,87, Cr 0,008-0,009, C 0,01-0,011, O 0,082-0,086, Si 0,0052-0,0058, Zr-остальное	2 вакуумно-дуговых переплава/1,8	Ø13,00×11,00 Температура ОВТО* 545 °С, 3 часа	55,5	48	19	57	44	31,5	30	27,5	24,5	34	21,5	37-39	150-154	Нар.п. <0,5 Вн. п. <0,8			

Продолжение Таблицы

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
4	Nb 1,06-1,09 масс.%, Sn 1,28-1,30 масс.%, Fe 0,65-0,68 масс.%, Cr 0,009- 0,011масс.%, C 0,009-0,010 масс.%, O 0,08-0,09 масс.%, Si 0,009-0,010 масс.%, Zr-остальное	2 вакуумно- дуговых переплава/3,5	Ø12,60×11,24 (10,1) Температура ОВТО* 535 °C, 3 часа	53	47,5	24	55	41,5	35,5	29,5	26,5	27,5	33	24	37,5	147-154	Нар.п. <0,5 Вн. п. <0,8
5	Nb 1,06-1,09, Sn 1,28-1,30, Fe 0,65-0,68, Cr 0,009-0,011, C 0,009-0,010, O 0,08-0,090, Si 0,009-0,01, Zr-остальное	2 вакуумно- дуговых переплава/3,5	Ø12,60×10,90 (8,8) Температура ОВТО* 600 °C, 3 часа	52,5	45,5	32	54,1	40,5	36	27	26	31	30,5	22	36	152-160	Нар.п. <0,5 Вн. п. <0,8

ОВТО* - окончательная вакуумная термическая обработка

Формула изобретения

1. Способ получения трубных изделий из сплава на основе циркония, содержащего масс. %: ниобий 0,9-1,7, олово 0,5-2,0, железо 0,3-1,0, хром 0,002-0,200, углерод 0,003-0,040, кислород 0,04-0,15, кремний 0,002-0,15, 5 цирконий – остальное, включающий выплавку слитка многократным вакуумно-дуговым переплавом, механическую обработку слитка, нагрев, многостадийную горячую ковку слитка с получением поковки, последующую механическую обработку поковки с получением заготовки круглого профиля, получение трубных заготовок, их закалку и отпуск, 10 нанесение на них защитного покрытия и нагрев до температуры горячего прессования, горячее прессование, удаление с них защитного покрытия, их вакуумную термическую обработку, многократную холодную прокатку с суммарной степенью деформации за проход 25,6-56,8 % и трубным коэффициентом $Q=1,0-6,4$ с получением трубных изделий, 15 причем после каждой холодной прокатки проводят промежуточную вакуумную термическую обработку, а окончательную вакуумную термическую обработку осуществляют на финишном размере, с последующими финишными отделочными операциями.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что многостадийную горячую 20 ковку слитка проводят при температуре от 980 °С до 720 °С с суммарной степенью деформации 93 % и с промежуточными подогревами при температуре от 890 °С до 850 °С.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что трубные заготовки получают путем сверления осевого центрального и последующей 25 расточки осевого центрального отверстия в заготовке круглого профиля, разрезанной на мерные длины.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что закалку проводят при температуре 1050-1100 °С и отпуск при температуре 450-600 °С.

5. Способ по п. 1, отличающийся тем, что горячее прессование трубной заготовки проводят при температуре от 640 °С до 600°С с вытяжкой $\mu = 8,5-9,0$.

6. Способ по п. 1, отличающийся тем, что вакуумную термическую
5 обработку трубных заготовок в промежутках между горячим прессованием и холодной прокаткой проводят при температуре 605-630 °С.

7. Способ по п. 1, отличающийся тем, что многократную холодную прокатку трубных заготовок осуществляют с суммарной степенью
10 деформации за проход 41,8-56,8 % и трубным коэффициентом $Q=1,0-1,6$ для трубных изделий постоянного сечения.

8. Способ по п. 1, отличающийся тем, что многократную холодную прокатку трубных заготовок осуществляют с суммарной степенью деформации за проход 25,6-56,5 % и трубным коэффициентом $Q=1,0-6,4$
15 для трубных изделий переменного сечения.

9. Способ по п. 1, отличающийся тем, что вакуумную термическую обработку трубных заготовок в промежутках между холодными прокатками проводят при температуре 570-630 °С.

10. Способ по п. 1, отличающийся тем, что окончательную
20 вакуумную термическую обработку трубных изделий осуществляют при температуре 535-545°С.

11. Способ по п. 1, отличающийся тем, что окончательную вакуумную термическую обработку трубных изделий осуществляют при температуре 600-620 °С.

25 12. Способ по любому из пунктов 6, 9, 10, 11, отличающийся тем, что вакуумную термическую обработку трубных изделий проводят при остаточном давлении в печи не выше $1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.

13. Способ по п. 1, отличающийся тем, что на финишном размере трубных изделий проводят химическую и механическую обработку их
30 поверхностей.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/RU 2019/001024

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B21B 37/00 (2006.01); C22C 16/00 (2006.01); C21D 8/10 (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G21C 3/00, 3/02, 3/04, 3/06, 3/07, C22C 16/00, C21D 8/00, 8/10, C22F 1/00, 1/16, 1/18

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

PatSearch (RUPTO internal), USPTO, PAJ, Esp@cenet, DWPI, EAPATIS, PATENTSCOPE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 5560790 A (A A BOCHVAR ALL RUSSIAN INORGA) 01.10.1996, col. 1, 6, 10, example 1, the abstract	1-13
Y, D	US 2016/0307651 A1 (KEPCO NUCLEAR FUEL CO LTD) 20.10.2016, [0052]-[0061], [0074]	1-13
A	RU 2298042 A (FEDERAL NOE GUP VRNII NEORGANI) 27.04.2007	1-13



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

01 September 2020 (01.09.2020)

Date of mailing of the international search report

03 September 2020 (03.09.2020)

Name and mailing address of the ISA/

RU

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Номер международной заявки

PCT/RU 2019/001024

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ

B21B37/00 (2006.01)**C22C 16/00** (2006.01)**C21D 8/10** (2006.01)

Согласно Международной патентной классификации МПК

В. ОБЛАСТЬ ПОИСКА

Проверенный минимум документации (система классификации с индексами классификации)

G21C 3/00, 3/02, 3/04, 3/06, 3/07, C22C 16/00, C21D 8/00, 8/10, C22F 1/00, 1/16, 1/18

Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в поисковые подборки

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, используемые поисковые термины)

PatSearch (RUPTO internal), USPTO, PAJ, Esp@cenet, DWPI, EAPATIS, PATENTSCOPE

С. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ:

Категория*	Цитируемые документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
Y	US 5560790 A (A A BOCHVAR ALL RUSSIAN INORGA) 01.10.1996, кол.1,6,10, пример 1, реферат	1-13
Y, D	US 2016/0307651 A1 (KEPCO NUCLEAR FUEL CO LTD) 20.10.2016, [0052]-[0061], [0074]	1-13
A	RU 2298042 A (FEDERAL NOE GUP VRNII NEORGANI) 27.04.2007	1-13



последующие документы указаны в продолжении графы С.



данные о патентах-аналогах указаны в приложении

* Особые категории ссылочных документов:

“А” документ, определяющий общий уровень техники и не считающийся особо релевантным

“D” документ, цитируемый заявителем в международной заявке

“E” более ранняя заявка или патент, но опубликованная на дату международной подачи или после нее

“L” документ, подвергающий сомнению притязание(я) на приоритет, или который приводится с целью установления даты публикации другого ссылочного документа, а также в других целях (как указано)

“O” документ, относящийся к устному раскрытию, использованию, экспонированию и т.д.

“P” документ, опубликованный до даты международной подачи, но после даты испрашиваемого приоритета

“Т”

более поздний документ, опубликованный после даты международной подачи или приоритета, но приведенный для понимания принципа или теории, на которых основывается изобретение

“Х”

документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска; заявленное изобретение не обладает новизной или изобретательским уровнем, в сравнении с документом, взятым в отдельности

“Y”

документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска; заявленное изобретение не обладает изобретательским уровнем, когда документ взят в сочетании с одним или несколькими документами той же категории, такая комбинация документов очевидна для специалиста

“&”

документ, являющийся патентом-аналогом

Дата действительного завершения международного поиска

01 сентября 2020 (01.09.2020)

Дата отправки настоящего отчета о международном поиске

03 сентября 2020 (03.09.2020)

Наименование и адрес ISA/RU:

Федеральный институт промышленной собственности,
Бережковская наб., 30-1, Москва, Г-59,
ГСП-3, Россия, 125993

Факс: (8-495) 531-63-18, (8-499) 243-33-37

Уполномоченное лицо:

Кружалова А.Н.

Телефон № 8 499 240 25 91