



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53696 (13) C2

(51) 7 C22F1/18, C22C16/00, G21C3/07, 3/32

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ТРУБНИХ ВИРОБІВ З ЦИРКОНІЄВИХ СПЛАВІВ (ВАРІАНТИ)

1

2

(21) 99105525
(22) 02 10 1997
(24) 17 02 2003
(86) PCT/RU97/00316, 02.10.1997
(31) 97103978
(32) 12 03 1997
(33) RU
(46) 17 02 2003, Бюл № 2, 2003 р
(72) Заводчиков Сергей Юрьевич, RU, Акуганова Елена Николаевна, RU, Бочаров Олег Викторович, RU, Буховцев Виктор Фёдорович, RU, Котрехов Владимир Андреевич, RU, Лосицкий Анатолий Францевич, RU, Шевнин Юрий Павлович, RU, Никулина Антонина Васильевна, RU, Селиверстов Владимир Фёдорович, RU
(73) ОТКРИТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО "ЧЕПЕЦКИЙ МЕХАНИЧЕСКИЙ ЗАВОД", RU
(56) UA, 42 041, C1, приор 30 01 1995, публ 15 10 2001, Бюл 9
US, 4 649 023, A, publ 10 03 1987
RU, 2 032 760, C1, publ 04 10 1995
RU, 2 037 555, C1, publ 19 06 1995
FR, 2 584 097, A1, publ 02 01 1987
US, 5 437 747, A, publ 01 08 1995
US, 4 452 648, A, publ 05 06 1984
(57) 1 Спосіб виготовлення трубних виробів з бінарних цирконієвих сплавів який включає виготовлення зливка, його попередню бета-деформаційну обробку до одержання вихідної заготовки, одержання трубної заготовки шляхом гарячого формування вихідної заготовки при температурі існування альфа-цирконію, холодне деформування трубної заготовки з проміжними відпалами при температурі існування альфа-цирконію та доводку її до готового виробу, який відрізняється тим, що холодну деформацію труб проводять з сумарною витяжкою $\mu_{\Sigma} > 100$ - для готових виробів і $\mu_{\Sigma} < 50$ - для трубних напівфабрикатів типу TREX або SUPER TREX, причому на першій стадії холодної деформації

витяжка $\mu < 2,0$, а остаточний відпал здійснюють при температурі існування альфа-цирконію, де $\mu = S_{\text{заг}}/S_{\text{тр}}$, $S_{\text{заг}}$ - площа поперечного перерізу заготовки під прокатку, $S_{\text{тр}}$ - площа поперечного перерізу прокатаної труби, а $\mu_{\Sigma} = S_{\text{вих заг}}/S_{\text{гот тр}}$, $S_{\text{вих заг}}$ - площа поперечного перерізу заготовки під першу прокатку, $S_{\text{гот тр}}$ - площа поперечного перерізу готової труби після останньої прокатки
2 Спосіб виготовлення трубних виробів з багатокомпонентних або бінарних цирконієвих сплавів, що включає виготовлення зливка, його попередню бета-деформаційну обробку до одержання вихідної заготовки, одержання трубної заготовки шляхом гарячого формування вихідної заготовки, холодне деформування трубної заготовки з проміжними відпалами при температурі існування альфа-цирконію та її доводку до готового виробу, який відрізняється тим, що після проведення гарячого формування при температурі існування альфа- або (альфа + бета)-цирконію проводять загартовування трубної заготовки при температурі, яка на 30-60°C перевищує температуру точки переходу сплаву з проміжної (альфа + бета) - області в бета-область цирконію, механічну обробку та наступний відпуск загартованої заготовки при температурі існування альфа-цирконію, холодну деформацію труб проводять з сумарною витяжкою $\mu_{\Sigma} > 100$ - для готових виробів та $\mu_{\Sigma} < 50$ - для трубних напівфабрикатів типу TREX або SUPER TREX, причому на першій стадії холодної деформації витяжка $\mu < 2,0$, а остаточний відпал здійснюють при температурі існування альфа-цирконію, де $\mu = S_{\text{заг}}/S_{\text{тр}}$, $S_{\text{заг}}$ - площа поперечного перерізу заготовки під прокатку, $S_{\text{тр}}$ - площа поперечного перерізу прокатаної труби, а $\mu_{\Sigma} = S_{\text{вих заг}}/S_{\text{гот тр}}$, $S_{\text{вих заг}}$ - площа поперечного перерізу заготовки під першу прокатку, $S_{\text{гот тр}}$ - площа поперечного перерізу готової труби після останньої прокатки

Винахід належить до галузі металургії, до прокатного виробництва і призначений, зокрема,

для виготовлення напівфабрикатів та готових виробів з цирконієвих сплавів.

(19) UA (11) 53696 (13) C2

Відомий спосіб одержання виробів з цирконієвих сплавів (Патент РФ № 2037555 на винахід "Спосіб обробки труб з цирконієвих сплавів" МПК C22F 1/18, Бюл № 17, 1995) [1], який включає гарячу деформацію заготовки, попередню холодну деформацію та вакуумний відпал при 560 - 590°C з ізометричним витриманням 3 - 4 години, холодну прокатку з ступенем деформації на останньому переході 17 - 31% та подальший остаточний вакуумний відпал при 560 - 585°C з ізотермічною витримкою на протязі 5 - 7 год

Найбільш близькими технічними рішеннями до заявленого є спосіб, що включає послідовність операцій виготовлення зливка, його попередню бета-обробку, одержання заготовки шляхом гарячого формування при температурі існування альфа-цирконію, відпал заготовки при температурі від 380°C до 650°C, холодне деформування заготовки з проміжними відпалами при температурі існування альфа-цирконію та доводку заготовки готового виробу (Патент США № 4649023, МПК C22C16/00, 1987), [2], а також спосіб, який відрізняється від попереднього тим, що

- після бета-обробки до гарячого формування зливка заготовку відпалюють при температурі від 380°C до 650°C,

- перед відпалом після гарячого формування заготовку піддають загартуванню при температурі від 920°C до 1070°C, при цьому вказаний відпал здійснюють при температурі від 380°C до 520°C,

- загартування здійснюють зі швидкістю 60°C/с до 1000°C/с (Патент РФ № 2032760 на винахід "Спосіб одержання виробів з цирконієвих сплавів", МПК C22F 1/18, Бюл № 10, 1995) [3]

Відомо також, що труби готового розміру з цирконієвих сплавів одержують холодною прокаткою з спеціально виготовленого товстостінного трубного напівфабрикату з високими механічними властивостями та точними геометричними розмірами, що має назву в джерелах закордонної літератури SUPER-TREX або TREX (E. Ross Bredley and George P. Sabol, editors Zirconium in the Nuclear Industry Eleventh International Symposium ASTM Publication Code Number (PCN) 04-012950-04 ASTM 100 Barr Harbor Drive West Conshohocken, PA 19428 - 2959) [4]. Геометричні розміри напівфабрикатів, що найчастіше використовуються, ф63,5 x 10,9мм та ф44,5 x 7,62мм

Відомий спосіб одержання оболонкових труб з цирконієвих сплавів з використанням напівфабрикатів ф63,5 x 10,9мм та ф44,5 x 7,62мм, при цьому, якісні оболонкові труби по цьому способу можна одержати тільки зі ступенем деформації 51% за один прохід холодної прокатки, при 80% на трубах утворюється велика кількість тріщин (Патент Франції № 2584097, 1987, C22 F 1/18, C22C16/00) [5]

Винахід, що заявляється, вирішує задачу підвищення рівня якості виробів з цирконієвих сплавів шляхом створення умов деформації без порушення цілісності матеріалу виробу,

одержання однорідної структури металу по довжині та перерізу виробів та покращенню техніко-економічних показників їх виробництва за рахунок збільшення розмірів вихідних заготовок та покращення якості трубних напівфабрикатів

Задача, що поставлена, досягається тим, що для одержання труб та трубних напівфабрикатів типу SUPER-TREX, TREX з бінарних цирконієвих сплавів додатково до раніш відомих операцій

- виготовлення зливка,
- його попередня бета деформаційна обробка

до одержання вихідної заготовки,

- одержання трубної заготовки шляхом гарячого формування вихідної заготовки при температурі існування альфа цирконію,

- холодне деформування трубної заготовки з проміжними відпалами при температурі існування альфа-цирконію,

- доводка заготовки до одержання готового виробу - холодну деформацію труб здійснюють з сумарною витяжкою $\mu_z > 100$ - для одержання готових виробів трубних напівфабрикатів типу SUPER-TREX, TREX, причому на першій стадії прокатки труб витяжка $\mu < 2,0$, а остаточний відпал труб проводять при температурі існування альфа-цирконію, де $\mu = S_{заг}/S_{тр}$, $S_{заг}$ - площа поперечного перерізу заготовки під прокатку, $S_{тр}$ - площа поперечного перерізу прокатаної труби,

$\mu_z = S_{вих заг}/S_{гот тр}$, де $S_{вих заг}$ - площа поперечного перерізу заготовки під першу прокатку, $S_{гот тр}$ - площа поперечного перерізу готової труби після останнього прокату

В тому разі, коли потрібно одержати труби готового розміру або напівфабрикати типу SUPER-TREX, TREX з багатокомпонентних цирконієвих сплавів, коли потрібно одержання виробів підвищеної якості (з орієнтацією підридів $F_n < 0,3$ в будь якій області труби, стабільною текстурою та іншими вимогами), додатково до операцій, які подані у першому варіанті способу, що заявляється, після проведення гарячого формування при температурі існування альфа- або (альфа + бета)- цирконію, проводять загартування трубної заготовки при температурі, яка на 30 - 60°C перевищує температуру точки переходу сплаву з проміжної (альфа + бета)- області в бета-область цирконію, механічну обробку та подальший відпуск загартованої заготовки при температурі існування альфа-цирконію

Проведення холодної прокатки труб з сумарною витяжкою $\mu_z > 100$, за рахунок високого ступеня проробки металу, дозволяє одержати готові вироби з однорідним структурним станом по довжині та перерізу

Запропоноване обмеження значення витяжки на першій стадії прокатки призводить до того, що скопювальне напруження, яке виникає при деформації заготовок на станах холодної прокатки труб, значно нижче значень межі міцності цирконієвих сплавів, які пройшли вищезгадану термічну обробку, як багатокомпонентних, так і більш пластичних - бінарних, внаслідок чого, сплави деформуються без порушення цілісності. На наступних стадіях прокатки витяжка збільшується у зв'язку із

зростанням пластичності сплавів після першої стадії прокатки та подальшого відпалу

В разі одержання трубних напівфабрикатів типу SUPER-TREX або TREX, сумарна витяжка при холодній прокатці може бути $\mu_z < 50$ (тому, що напівфабрикати, як правило, одержують за 1 - 3 ходи холодної прокатки, на відміну від труб готового розміру, де кількість ходів може досягати 5 - 8, та з урахуванням обмежень по витяжці на першій стадії холодної прокатки $\mu < 2,0$)

Проведення загартування трубних заготовок після гарячого формування при температурі, яка на 30 - 60°C перевищує температуру точки переходу сплаву з проміжної стадії (альфа + бета) - області в бета - область цирконію, механічної обробки та відпуску загартованої заготовки при температурі існування альфа-цирконію забезпечує повну фазову перекристалізацію сплавів з приведенням їх в структурний стан мартенситного типу з дрібнозернистою (розмір зерна 0,16 - 0,22мм) макроструктурою та з максимальним диспергуванням інтерметалідних та домішкових фаз, з фіксуванням у пересиченому твердому розчині домішкових та легуючих елементів (фиг 1). Крім того, запропонована термічна обробка забезпечує більш ніж дворазовий запас пластичності сплавів для першої стадії холодної прокатки, відносно відомого способу (Таблиця стор 10), а в сполученні з обмеженням значення витяжки на першій стадії холодної прокатки передвизначає проведення холодної деформації без мікро та макроруїнувань (фиг 2). Деформаційна та термічна обробки, що заявляються, дозволяють одержати рівномірний структурний стан по довжині та перерізу пресованої заготовки (фиг 4). У відомих способах пресована заготовка має неоднорідний структурний стан по довжині та перерізу (фиг 3) через особливості процесу пресування (И.Л. Перлин, Л.Х. Райтбарг Теория пресования металлов Москва Металлургия 1975), [6], що зберігається аж для труб готового розміру.

Механічна обробка загартованої трубної заготовки забезпечує вилучення поверхневого окисленого та газонасиченого шару, який утворюється після загартування і одночасно дозволяє усунути дефекти на зовнішній та внутрішній поверхнях заготовки, які з'являються в процесі гарячого формування. Покращення якості заготовки приводить до того, що пластичні властивості металу не знижуються (Г.В. Филимонов, О.А. Никишов Прокатка циркониевых труб, Москва Металлургия 1988) [7] та виключаються умови порушення цілісності через поверхневі дефекти при подальшій холодній деформації.

Винахід, що заявляється пояснюється ілюстраціями, де на фиг 1 зображена макроструктура труби з сплаву Zr-1,0Nb-1,5Sn-0,4Fe після операцій загартування, механічної обробки та відпуску по способу, що заявляється.

На фиг 2 - макроструктура труби, одержаної способом, що заявляється, із сплаву Zr-1,0 Nb-1,5Sn-0,4Fe після першого прокату та відпалу.

На фиг 3 - зображена мікроструктура труби із сплаву Zr-1,0Nb після операції пресування та відпалу (існуючий спосіб).

На фиг 4 - зображена мікроструктура труби із сплаву Zr-1,0Nb після операцій пресування, загартування, механічної обробки та відпуску (спосіб, що заявляється).

Варіанти здійснення способу

Варіант 1 Одержання трубних напівфабрикатів типу TREX із цирконієвого сплаву Zr-1,0Nb

Зливки піддавали гарячій обробці на ковочному молоті при температурі існування бета-цирконію. Заготовку після механічної обробки піддавали гарячому пресуванню в гільзу в температурному інтервалі 580-650°C. Одержану гільзу піддавали холодній деформації на стані холодної прокатки труб за три стадії до одержання трубного напівфабрикату готового розміру з сумарною витяжкою $\mu_z = 30$, з витяжкою на першій стадії прокатки $\mu = 1,9$. Проміжні та остаточну термообробки напівфабрикатів проводили в температурному діапазоні 560 - 600°C.

Варіант 2 Одержання труб з цирконієвого сплаву Zr-1,0Nb. Зливки піддавали гарячій обробці в заготовку на стані гвинтової прокатки при температурі існування бета-цирконію, після механічної обробки заготовку піддавали гарячому пресуванню в гільзу, в температурному діапазоні 580 - 650°C. Одержану гільзу піддавали загартуванню при температурі 910-940°C, механічній обробці та подальшому відпуску при температурі 560 - 580°C. Відпущену заготовку піддавали шестистадійній холодній деформації з проміжними термообробками до одержання готового розміру з сумарною витяжкою $\mu_z = 31,3$, з витяжкою на першій стадії прокатки $\mu = 1,9$. Проміжні та остаточну термообробки напівфабрикатів проводили в температурному діапазоні 560 - 600°C.

Варіант 3 Одержання трубних напівфабрикатів типу SUPER-TREX з цирконієвого сплаву Zr-1,0Nb-1,5Sn-0,4Fe

Зливки піддавали гарячій обробці в заготовку на стані гвинтової прокатки при температурі існування бета-цирконію. Заготовку після механічної обробки піддавали гарячому пресуванню в гільзу в температурному інтервалі 600 - 650°C. Одержану гільзу піддавали загартуванню при температурі 930 - 960°C, механічній обробці та подальшому відпуску при температурі 560 - 600°C. Відпущену заготовку піддавали холодній деформації на стані холодної прокатки труб за дві стадії до одержання трубного напівфабрикату готового розміру з сумарною витяжкою $\mu_z = 20$, з витяжкою на першій стадії прокатки $\mu = 1,75$. Проміжну та остаточну термообробку напівфабрикатів проводили в температурному діапазоні 540 - 600°C.

Варіант 4 Одержання труб з цирконієвого сплаву Zr-1,0 Nb-1,5Sn-0,4Fe

Зливки піддавали гарячій обробці в заготовку на стані гвинтової прокатки при температурі існування бета-цирконію, після механічної

обробки заготовку піддавали гарячому пресуванню в гільзу, в температурному інтервалі 650 - 750°C. Одержану гільзу піддавали загартуванню при температурі 930 - 960°C, механічний обробці та подальшому відпуску при температурі 580 - 600°C. Відпущену заготовку піддавали п'ятистадійній холодній деформації з проміжними термообробками до одержання труб готового розміру з сумарною витяжкою $\mu_z = 165$, з витяжкою на першій стадії $\mu = 1,75$. Проміжні та остаточну термообробки труб проводили в температурному діапазоні 540 - 620°C.

З наведених прикладів одержання труб по способу, що заявляється, та прикладів одержання аналогічних виробів по існуючому способу видно, що спосіб, який заявляється,

забезпечує одержання виробів з багатокомпонентних та бінарних сплавів без руйнувань та більш високої якості. Крім того, по способу, що заявляється, на відміну від існуючого способу можна одержати вироби з різних цирконієвих сплавів, від бінарних до багатокомпонентних. Даний спосіб поширюється і на більшу номенклатуру виробів, ніж існуючий, що наочно доводиться одержаними значеннями сумарної витяжки при холодній прокатці труб, до $\mu_z = 313$ по способу, що заявляється, та $\mu_z < 50$ по існуючому.

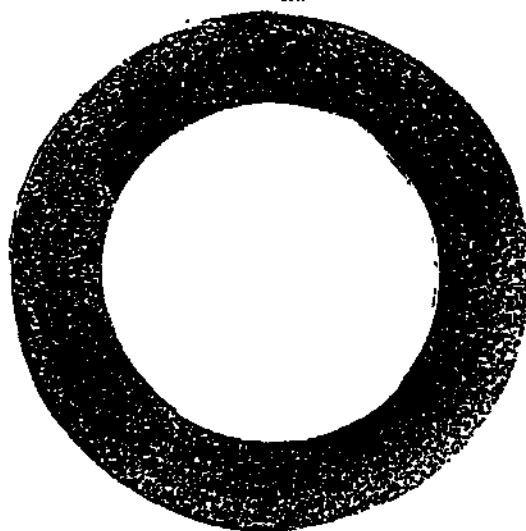
На цей час на АТ "Ненецький механічний завод" проходять дослідно-промислові іспити по виготовленню виробів з напівфабрикатів з цирконієвих сплавів з використанням способу

Таблиця

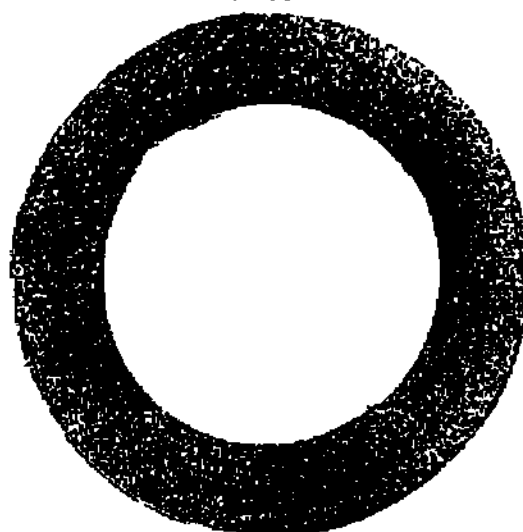
Властивості напівфабрикатів та готових труб, одержаних по способу, що заявляється, та по існуючому способам

Варіанти	Властивості напівфабрикатів Ударна в'язкість трубної заготовки перед першою холодною прокаткою, кДж/м	Наявність мікротріщин після першої холодної прокатки	Властивості готових труб Розмір основної маси часток інтерметалідів, мкм	Властивості готових труб Подовження в осьовому напрямку, %	Властивості готових труб Зростання ваги у воді автоклава, мг/дм Іспити при 400°C, 72 год
1	870 + 15	ні	-	52,0	14,0
2	720 + 15	ні	-	49,5	13,5
3	575 + 15	ні	0,1	41,0	17,7
4	575 + 15	ні	0,1	46,8	18,0
Існуючий спосіб	170 + 15	так	0,13	38,0	19,6 + 0,9
Існуючий спосіб	230 + 15	так	0,1	47,0	18,0 + 0,8

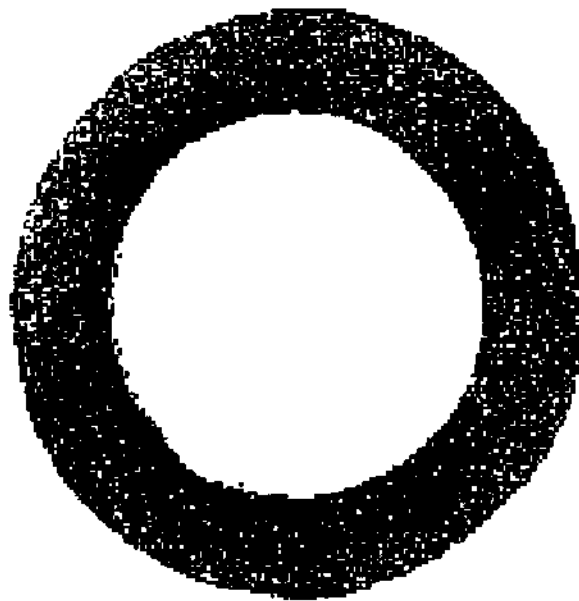
Початок



Кінець

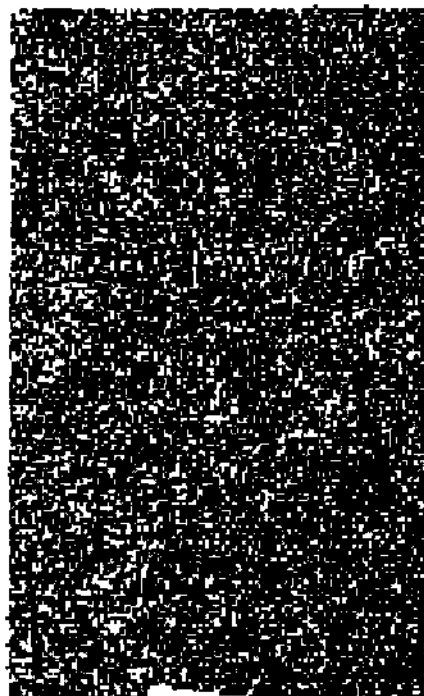
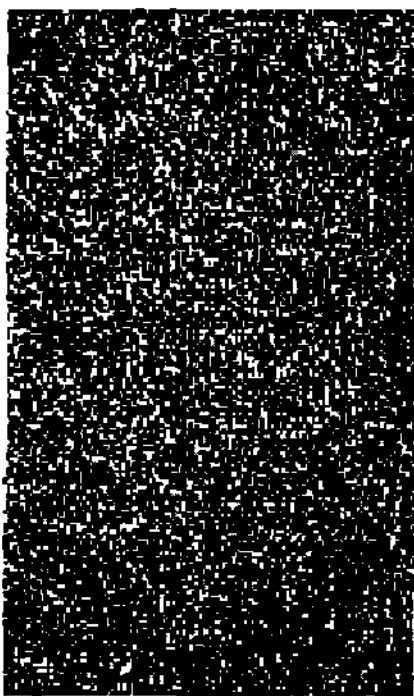


Фиг. 1



Зовнішня сторона

Внутрішня сторона



Фиг. 2

Перед пресуванням



Після пресування

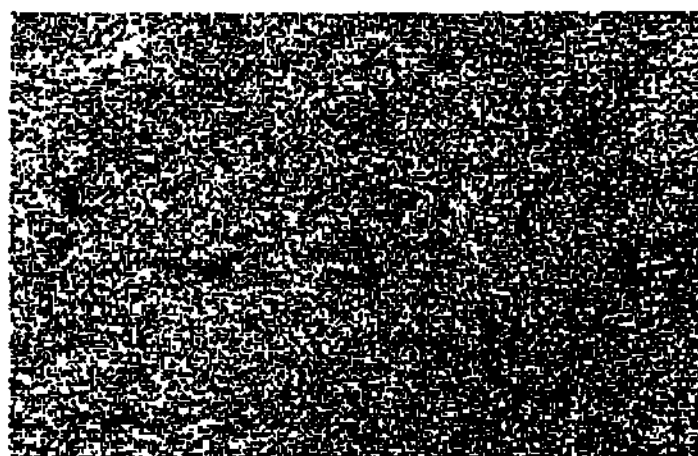
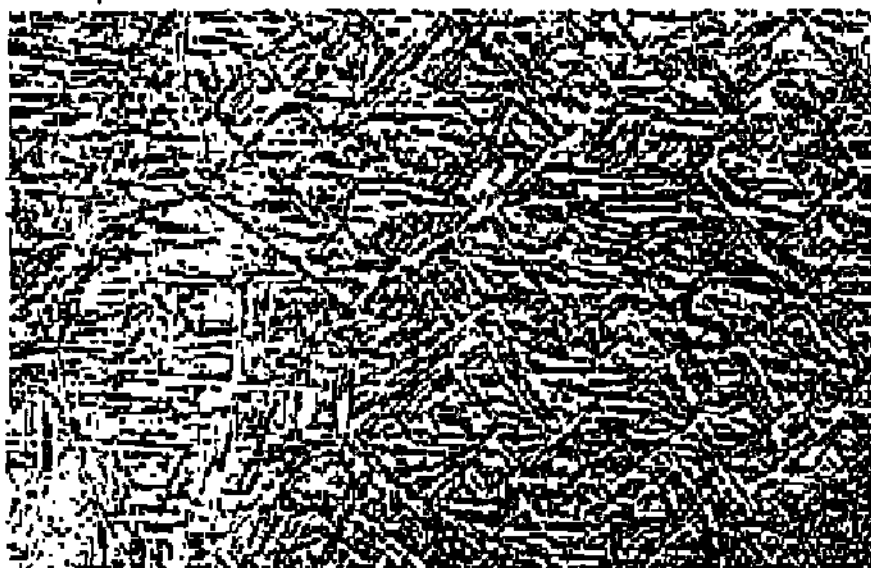


Fig. 3

Перед пресуванням



Після пресування



Фиг. 4

ТОВ "Міжнародний науковий комітет"
вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна
(044) 236 – 47 – 24
