

(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 2021/133196 A1**

- (51) Международная патентная классификация:  
*B21B 37/00* (2006.01) *C21D 8/10* (2006.01)  
*C22C 16/00* (2006.01)
- (21) Номер международной заявки: РСТ/RU2019/001025
- (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 (LOZITSKI, 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,  
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,

(54) Title: METHOD OF MANUFACTURING TUBULAR PRODUCTS FROM A ZIRCONIUM ALLOY

(54) Название изобретения: СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ТРУБНЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА

(57) Abstract: The invention relates to manufacturing tubular products from a zirconium alloy, which can be used as cladding tubes in water-cooled nuclear reactors. Claimed is a method of manufacturing tubular products from a zirconium alloy containing 0.9-1.7 wt % niobium, 0.04-0.10 wt% iron, 0.03-0.10 wt% oxygen, less than 0.02 wt% silicon, less than 0.02 wt% carbon, and zirconium as the base of the alloy, which includes melting an ingot, hot working the ingot, subsequently carrying out mechanical treatment, heat treating the tubular blanks produced, applying a protective coating thereto, heating the blanks, hot pressing, removing the protective coating, carrying out multi-stage cold radial forging, carrying out vacuum heat treatment, and carrying out multi-pass cold rolling, wherein vacuum heat treatment is carried out after each cold rolling operation, and the resulting tubular products are subjected to a final vacuum heat treatment at the finished size, followed by finishing operations. The technical result is improved workability of the material at all steps of the hot and cold working processes, as well as high strength characteristics and good corrosion resistance of the tubular products.

(57) Реферат: Изобретение относится к изготовлению трубных изделий из циркониевого сплава, которые могут быть использо-  
ваны в качестве оболочечных труб в ядерных реакторах с водяным охлаждением. Способ изготовления трубных изделий из  
циркониевого сплава, содержащий масс. %: ниобий - 0,9- 1,7; железо - 0,04-0,10; кислород -0,03-0,10; кремний - менее 0,02,  
углерод - менее 0,02, цирконий - основа сплава, включает выплавку слитка, горячее деформирование слитка, последующую  
механическую обработку, термическую обработку трубных заготовок, нанесение на них защитного покрытия и нагрев, горя-  
чее прессование, удаление защитного покрытия, многостадийную холодную радиальную ковку, вакуумную термическую  
обработку, многократную холодную прокатку, причем после каждой операции холодной прокатки проводят промежуточную  
вакуумную термическую обработку, а окончательную вакуумную термическую обработку полученных трубных изделий осу-  
ществляют на финишном размере, с последующими финишными отделочными операциями. Технический результат - улуч-  
шение технологичности материала на всех этапах горячей и холодной обработки давлением, а также высокая стойкость к  
коррозии трубных изделий.

WO 2021/133196 A1

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 изготовления трубных изделий из циркониевого сплава.

## ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ

5 Изобретение относится к области ядерной техники, в частности к способу изготовления трубных изделий из циркониевого сплава, используемого в качестве оболочечных и канальных труб в ядерных реакторах с водяным охлаждением, в частности для реакторов типа ВВЭР.

## 10 ПРЕДШЕСТВУЮЩИЙ УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Циркониевые сплавы применяются в качестве материалов для конструкционных элементов в энергетических ядерных реакторах из-за своих уникальных свойств: малого сечения поглощения тепловых нейтронов, коррозионной стойкости в высокотемпературной воде и в  
15 среде водяного пара, сопротивлению окислению и наводороживанию, небольшому радиационному росту и других физико-механических свойств. Свойства трубных изделий зависят от химического состава и от каждой технологической операции, начиная с выплавки слитка и заканчивая финишными отделочными операциями.

20 Известен «Способ изготовления трубных изделий из циркониевых сплавов (варианты)» (RU 2123065C1 опубл. 12.03.1997 г., кл. C22F/1/18), который включает для бинарного циркониевого сплава получение исходной заготовки, получение трубной заготовки, холодную прокатку трубной заготовки с промежуточными и окончательным отжигом.

25 Недостатки способа заключаются в том, что перед горячим выдавливанием на заготовку не наносится защитное покрытие, что приводит к окислению металла во время процесса изготовления и снижению технологичности производства трубных изделий, не предусмотрены финишные отделочные операции, позволяющие удалять с  
30 поверхности трубных изделий остаточные технологические загрязнения и

понижающие шероховатость поверхности, что снижает коррозионную стойкость изделий.

Известен «Способ получения изделий из циркониевых сплавов» (RU2110600C1 опубл. 10.05.1998 г., кл. C22F/1/18), который включает  
5 изготовление из слитка горячим формованием исходной заготовки, затем получение горячим формованием промежуточной заготовки, закаливание и отпуск разрезанных мерных заготовок, горячее формование и отпуск перед холодной прокаткой, проведение холодной прокатки.

Недостатки способа заключаются в том, что перед горячим  
10 выдавливанием не наносится защитное покрытие на слиток, что приводит к окислению металла во время процесса выдавливания, что снижает технологичность производства трубных изделий; не предусмотрены финишные отделочные операции, позволяющие удалять с поверхности трубных изделий остаточные технологические загрязнения и  
15 понижающие шероховатость поверхности, что снижает коррозионную стойкость изделий.

Наиболее близким к заявляемому способу является «Циркониевый сплав, имеющий повышенную коррозионную стойкость, для оболочек твэлов и способ их производства» (US 2016/0307651A1 опубл. 20.10.2016,  
20 кл. G21C 3/07, B22D 21/00, B22D 7/00, C22C 16/00, C22F 1/18). В способе приведен 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  
25 стального покрытия, термообработку горячекатаных трубных заготовок, три прохода холодной прокатки, промежуточные термообработки после каждого проката и финишную термообработку.

Основным недостатком способа является малая проработка материала на холодной прокатке с суммарной деформацией за проход до 60%, что  
30 приводит к неполному устранению неравномерной горячекатаной

структуры. Также недостатками способа являются: применение стального кожуха, содержащего углерод, который при температуре горячей прокатки взаимодействует с циркониевым сплавом с возможным образованием карбидов. Кроме того, одним из основных факторов, определяющих технологичность и характеристики стойкости к формоизменению (стойкость к термической, радиационно-термической ползучести, а также радиационному росту) циркониевых сплавов является степень рекристаллизации материала. Низкие температуры промежуточных отжигов (1-й проход от 570 °С до 590 °С, 2-й проход от 560 °С до 580 °С, 3-й проход от 560 °С до 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 завершения протекания процессов рекристаллизации, что отрицательно сказывается не только на технологичности материала, но и характеристиках его стойкости к формоизменению, в том числе под действием облучения. Использование трех уровней длительного финишного отжига (1-й уровень от 460 °С до 470 °С, 2-й уровень от 510 °С до 520 °С, 3-й уровень от 580 °С до 590 °С) позволяет получить повышенный уровень прочности материала, при этом характеристики стойкости к формоизменению ухудшаются в первую очередь из-за незавершенности процесса рекристаллизации. 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 различного диаметра из циркониевого сплава, которые могут быть использованы в качестве оболочечных труб в ядерных реакторах с водяным охлаждением.

Технический результат – улучшение технологичности материала на всех этапах горячей и холодной обработки давлением, применяемых при изготовлении трубных изделий, а также высокая стойкость к коррозии трубных изделий со стабильными характеристиками механических свойств и стойкость к формоизменению.

Технический результат достигается в способе изготовления трубных изделий из циркониевого сплава, содержащего масс. %: ниобий – 0,9-1,7; железо – 0,04-0,10; кислород – 0,03-0,10; кремний – менее 0,02, углерод – менее 0,02, цирконий – остальное, включающем выплавку слитка многократным вакуумно-дуговым переплавом, механическую обработку слитка, нагрев, горячее деформирование слитка, последующую механическую обработку с получением трубных заготовок, термическую обработку трубных заготовок, нанесение на них защитного покрытия и нагрев до температуры горячего прессования, горячее прессование, удаление защитного покрытия, многостадийную холодную радиальную ковку, вакуумную термическую обработку, многократную холодную прокатку с суммарной степенью деформации за проход 50-80 % и трубным коэффициентом  $Q=1,0-2,7$ , причем после каждой операции холодной прокатки проводят промежуточную вакуумную термическую обработку, а окончательную вакуумную термическую обработку полученных трубных изделий осуществляют на финишном размере, с последующими финишными отделочными операциями.

Горячее деформирование проводят многостадийной ковкой или винтовой прокаткой в диапазоне температур от 980 °С до 700 °С с суммарной степенью деформацией 67-83 % и с промежуточными подогревами при температуре от 850 °С до 800°С.

Трубные заготовки получают путем сверления и последующей расточки осевого центрального отверстия в слитке, разрезанным на мерные длины, после горячего деформирования.

Термическую обработку трубных заготовок проводят при температуре от 730 °С до 780°С.

Горячее прессование трубной заготовки проводят при температуре нагрева от 750 °С до 650 °С и вытяжкой  $\mu=8,9-12,9$ .

5 Многостадийную холодную радиальную ковку трубных заготовок проводят с деформацией за проход 33 %.

Вакуумную термическую обработку трубных заготовок в промежутках между холодной прокаткой и окончательную вакуумную термическую обработку осуществляют при температуре 565-630 °С.

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

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

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

Преимуществом получения трубных изделий по заявляемому способу является то, что горячее деформирование слитка (ковка или винтовая прокатка) обеспечивает равномерную проработку литой структуры по длине и сечению слитка, применение медного защитного покрытия обеспечивает защиту от газонасыщения и исключает диффузионное взаимодействие покрытие-заготовка. Холодная прокатка с промежуточными термообработками обеспечивает однородную рекристаллизованную структуру трубных изделий с высокими механическими свойствами, а также требуемую анизотропию свойств в поперечном и продольном направлении. Финишные отделочные операции обеспечивают шероховатость Ra менее 0,8 мкм на наружной и внутренней поверхностях, что повышает стабильность коррозионных свойств.

25 Шероховатость внутренней поверхности позволяет улучшить

30

технологические процессы загрузки топливных таблеток в трубные изделия.

## ОСУЩЕСТВЛЕНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ осуществляют следующим образом:

### 5 Пример 1

По заявленному техническому решению технология изготовления трубных изделий из циркония включает следующие операции. Выплавка слитка сплава составом: ниобий – 0,97-1,03 масс. %, железо – 0,080-0,010 масс. %, кислород – 0,040-0,045 масс. %, кремний – 10 0,003-0,004 масс. %, углерод – 0,0044-0,0046 масс. %, цирконий – остальное. Исходные легирующие компоненты смешивают с электролитическим порошком циркония, затем формируют расходуемые электроды, которые переплавляют двукратным вакуумно-дуговым переплавом. Слиток механически обрабатывают. Нагрев слитка до температуры от 980 °С до 15 930 °С осуществляется в электропечи сопротивления. Многостадийную ковку или винтовую прокатку слитка после нагрева осуществляют в диапазоне температур от 980 °С до 700 °С с промежуточными подогревами в электропечи сопротивления в интервале температур от 850 °С до 800 °С. При горячем деформировании слитка суммарная деформация  $\Sigma\varepsilon$  находится в 20 диапазоне от 67 до 83 %. Слиток разрезают на мерные длины в размер  $\varnothing 249 \times 43$  мм или  $\varnothing 199 \times 36,5$  мм и механически обрабатывают, а трубные заготовки получают путем сверления и последующей расточки осевого центрального отверстия в них. Проведение термической обработки трубных заготовок при температуре от 730 °С до 780 °С. Шероховатость 25 поверхности трубных заготовок составляет не более  $R_a=2,5$  мкм. Далее на трубные заготовки наносят медное покрытие для защиты от газонасыщения в последующих процессах нагрева и горячего прессования. Нагрев трубных заготовок под горячее прессование осуществляют комбинированным способом, сначала в индукционной 30 печи, а затем в электропечи сопротивления для выравнивания



температуры по высоте и сечению трубной заготовки. Температура нагрева трубной заготовки перед прессованием находится в диапазоне от 650 °С до 750 °С. Прессование осуществляют с вытяжкой  $\mu$  в диапазоне от 11,4 до 12,9. Далее снимают медное покрытие и проводят 5 подготовительные операции к многократной холодной прокатке. Для снижения потерь металла в стружку при механической обработке трубной заготовки проводят многостадийную радиальную ковку на радиально-ковочной машине типа SKK с деформацией ( $\varepsilon=33\%$  за проход). Далее трубные заготовки направляют на вакуумную термическую обработку 10 ( $T=565\text{ °C}$ ). Трубные заготовки прокатывают на станах холодной прокатки типа ХПТ, КРВ за три прохода с суммарной деформацией  $\Sigma\varepsilon$  за проход от 60 до 80 % при этом трубный коэффициент  $Q$  находится в диапазоне 1,0-2,7. Промежуточные и финишную термические обработки осуществляют в диапазоне температур от 590 °С до 630 °С в вакууме при 15 остаточном давлении в печи не выше  $1\cdot 10^{-4}$ - $1\cdot 10^{-5}$  мм рт.ст. После окончательной вакуумной термической обработки трубных изделий при температуре от 590 °С до 630 °С проводят финишные отделочные операции: пакетное или струйное травление, абразивную обработку внутренней поверхности, шлифование и полировку наружной 20 поверхности.

Трубные изделия из циркониевого сплава, изготовленные по заявленному техническому решению, характеризуются следующими свойствами (таблица 1, пример №1).

#### Пример 2

25 По заявленному техническому решению технология изготовления трубных изделий из циркония включает следующие операции. Выплавка слитка сплава составом: ниобий – 0,99-1,08 масс. %, железо – 0,051-0,057 масс. %, кислород – 0,075-0,080 масс. %, кремний – 0,003-0,004 масс. %, углерод – 0,0032-0,0036 масс. %, цирконий остальное. 30 Исходные легирующие компоненты смешивают с циркониевой

магнийтермической губкой, затем формируют расходоуемые электроды, которые переплавляют двукратным вакуумно-дуговым переплавом. Слиток механически обрабатывают. Нагрев слитка до температуры от 930 °С до 980 °С осуществляется в электропечи сопротивления. Многостадийную ковку слитка после нагрева осуществляют в диапазоне температур от 980 °С до 700 °С с промежуточными подогревами в электропечи сопротивления в интервале температур от 800 °С до 850 °С. При горячей деформационной обработке слитка суммарная деформация  $\Sigma\varepsilon$  составляет 67 %. Слиток разрезают на мерные длины в размер  $\text{Ø}249 \times 49$  мм и механически обрабатывают, а трубные заготовки получают путем сверления и последующей расточки осевого центрального отверстия в них. Проведение термической обработки трубных заготовок при температуре от 730 °С до 780 °С. Шероховатость поверхности заготовок составляет не более  $R_a = 2,5$  мкм. Далее на трубные заготовки наносят медное покрытие для защиты от газонасыщения в последующих процессах нагрева и горячего прессования. Нагрев трубных заготовок под горячее прессование осуществляют в индукционной печи либо комбинированным способом, сначала в индукционной печи, а затем в электропечи сопротивления для выравнивания температуры по высоте и сечению заготовки. Температура нагрева трубных заготовок перед прессованием находится в диапазоне от 650 °С до 670 °С. Прессование осуществляют с вытяжкой  $\mu$  равной 8,9. Далее снимают медное покрытие. Для снижения потерь металла в стружку при механической обработке трубной заготовки проводят многостадийную радиальную ковку на радиально-ковочной машине типа SKK с деформацией ( $\varepsilon = 33$  % за проход). Далее трубные заготовки направляют на вакуумную термическую обработку ( $T = 565$  °С). Трубные заготовки прокатывают на станах холодной прокатки труб типа ХПТ, КРВ за четыре прохода с суммарной деформацией  $\Sigma\varepsilon$  за проход от 50 до 78 % при этом трубный коэффициент  $Q$  находится в диапазоне 1,0-

2,3. Промежуточные термические обработки осуществляют в диапазоне температур от 570 °С до 600 °С в вакууме при остаточном давлении в печи не выше  $1 \cdot 10^{-4}$  -  $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт.ст. После окончательной вакуумной термической обработки трубных изделий при температуре 590 °С до 595 °С проводят финишные отделочные операции: пакетное или струйное травление, абразивную обработку внутренней поверхности, шлифование и полировку наружной поверхности.

#### ПРОМЫШЛЕННАЯ ПРИМЕНИМОСТЬ

Трубные изделия из циркониевого сплава, изготовленные по заявленному техническому решению, характеризуются следующими свойствами (таблица 1, пример №2).

Таким образом, представленный способ изготовления труб позволяет получать высоко коррозионностойкие трубные изделия со стабильными характеристиками механических свойств и стойкостью к формоизменению.

Таблица 1 – Свойства труб из сплава системы Zr-Nb, изготовленных по заявленному техническому решению

№ п/п	Хим. состав сплава, масс. %	Количество переплавов / вес слитка конечного переплава, тонн	Размеры труб, мм	Механические свойства												Коррозия 400 °С τ =72 час	Шероховатость Ra, мкм
				Т <sub>испытаний</sub> = 20°С						Т <sub>испытаний</sub> = 380°С							
				σ <sub>в</sub> <sup>⊥</sup> , МПа	σ <sub>0,2</sub> <sup>⊥</sup> , МПа	δ <sup>⊥</sup> , %	σ <sub>в</sub> <sup>∥</sup> , МПа	σ <sub>0,2</sub> <sup>∥</sup> , МПа	δ <sup>∥</sup> , %	σ <sub>в</sub> <sup>⊥</sup> , МПа	σ <sub>0,2</sub> <sup>⊥</sup> , МПа	δ <sup>⊥</sup> , %	σ <sub>в</sub> <sup>∥</sup> , МПа	σ <sub>0,2</sub> <sup>∥</sup> , МПа	δ <sup>∥</sup> , %	Привес, мг/дм <sup>2</sup>	
1	ниобий – 0,99-1,08 ; железо – 0,051-0,057; кислород – 0,075-0,080; кремний – 0,003-0,004; углерод – 0,0032-0,0036; Zr - остальное	2 вакуумно-дуговых переплава / 3,5	Ø13,58×11,70 Ø13,00×11,00 Ø9,10×7,73 Ø10,30×8,80 Ø9,10×7,93 Ø8,90×7,73 Ø9,50×8,33	440-	360-	32-	-	-	-	190-	160	38-	190-	108-	10-14	Нар.п. <0,4 Вн. п. <0,8	
				450	390	38			210	-	190	48	220	130	63		
2	ниобий – 0,99-1,08; железо – 0,051-0,057; кислород – 0,075-0,080 ; кремний – 0,003-0,004 ; углерод – 0,0032-0,0036; Zr - остальное	2 вакуумно-дуговых переплава / 3,5	Ø13,58×11,70 Ø13,00×11,00 Ø9,10×7,73 Ø10,30×8,80 Ø9,10×7,93 Ø8,90×7,73 Ø9,50×8,33	440-	360-	32-	-	-	-	190-	160	38-	190-	108-	10-14	Нар.п. <0,4 Вн. п. <0,8	
				450	390	38			210	-	190	48	220	130	63		

## Формула изобретения

1. Способ изготовления трубных изделий из циркониевого сплава, содержащего масс. %: ниобий – 0,9-1,7; железо – 0,04-0,10; кислород – 0,03-0,10; кремний – менее 0,02, углерод – менее 0,02, цирконий –  
5   остальное, включающий выплавку слитка многократным вакуумно-дуговым переплавом, механическую обработку слитка, нагрев, горячее деформирование слитка, последующую механическую обработку с получением трубных заготовок, термическую обработку трубных заготовок, нанесение на них защитного покрытия и нагрев до  
10   температуры горячего прессования, горячее прессование, удаление защитного покрытия, многостадийную холодную радиальную ковку, вакуумную термическую обработку, многократную холодную прокатку с суммарной степенью деформации за проход 50-80 % и трубным коэффициентом  $Q=1,0-2,7$ , причем после каждой операции холодной  
15   прокатки проводят промежуточную вакуумную термическую обработку, а окончательную вакуумную термическую обработку полученных трубных изделий осуществляют на финишном размере, с последующими финишными отделочными операциями.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что горячее деформирование  
20   проводят многостадийной ковкой или винтовой прокаткой в диапазоне температур от 980 °С до 700 °С с суммарной степенью деформацией 67-83 % и с промежуточными подогревами при температуре от 850 °С до 800°С.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что трубные заготовки получают путем сверления и последующей расточки осевого центрального  
25   отверстия в слитке, разрезанным на мерные длины, после горячего деформирования.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что термическую обработку трубных заготовок проводят при температуре от 730 °С до 780°С.

5. Способ по п. 1, отличающийся тем, что горячее прессование трубной заготовки проводят при температуре нагрева от 750 °С до 650 °С и вытяжкой  $\mu=8,9-12,9$ .

6. Способ по п. 1, отличающийся тем, что многостадийную холодную радиальную ковку трубных заготовок проводят с деформацией за проход 33 %.

7. Способ по п. 1, отличающийся тем, что вакуумную термическую обработку трубных заготовок в промежутках между холодной прокаткой и окончательную вакуумную термическую обработку осуществляют при температуре 565-630 °С.

8. Способ по п. 7 отличающийся тем, что вакуумную термическую обработку проводят при остаточном давлении в печи  $1 \cdot 10^{-4}-1 \cdot 10^{-5}$  мм рт.ст.

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

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No. PCT/RU 2019/001025
---

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, Information Retrieval System of FIPS				
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, columns 1, 6, 10, example 1, abstract, table 1	1-9		
D, Y	US 2016/0307651 A1 (KERSO NUCLEAR FUEL SO LTD) 20.10.2016, paragraphs [0052]-[0061], [0074]	1-9		
Y	SUCHKOV A.E. Ekonomiiia metalla v mashinostroenii pri obrabotke davleniem. Nauka i tekhnika, 1971, p.103	1-9		
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.				
<p>* Special categories of cited documents:</p> <table border="0"> <tr> <td style="vertical-align: top;"> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“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)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </td> <td style="vertical-align: top;"> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“&amp;” document member of the same patent family</p> </td> </tr> </table>			<p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“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)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“&amp;” document member of the same patent family</p>
<p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“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)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“&amp;” document member of the same patent family</p>			
Date of the actual completion of the international search 27 August 2020 (27.08.2020)		Date of mailing of the international search report 03 September 2020 (03.09.2020)		
Name and mailing address of the ISA/  Facsimile No.		Authorized officer  Telephone No.		

**ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ**

Номер международной заявки

PCT/RU 2019/001025

<p><b>A. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ</b>  <i>B21B 37/00 (2006.01)</i>  <i>C22C 16/00 (2006.01)</i>  <i>C21D 8/10 (2006.01)</i></p> <p>Согласно Международной патентной классификации МПК</p>														
<p><b>B. ОБЛАСТЬ ПОИСКА</b></p> <p>Проверенный минимум документации (система классификации с индексами классификации)</p> <p>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</p> <p>Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в поисковые подборки</p> <p>Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, используемые поисковые термины)</p> <p>PatSearch (RUPTO internal), USPTO, PAJ, Esp@cenet, Information Retrieval System of FIPS</p>														
<p><b>C. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ:</b></p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Категория*</th> <th>Цитируемые документы с указанием, где это возможно, релевантных частей</th> <th>Относится к пункту №</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Y</td> <td>US 5560790 A (A. A. BOCHVAR ALL RUSSIAN INORGA) 01.10.1996, колонки 1, 6, 10, пример 1, реферат, табл. 1</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>D, Y</td> <td>US 2016/0307651 A1 (KPCO NUCLEAR FUEL CO LTD) 20.10.2016, абзацы [0052]-[0061], [0074]</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>СУЧКОВ А.Е. Экономия металла в машиностроении при обработке давлением. Наука и техника, 1971, с.103</td> <td>1-9</td> </tr> </tbody> </table>			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, колонки 1, 6, 10, пример 1, реферат, табл. 1	1-9	D, Y	US 2016/0307651 A1 (KPCO NUCLEAR FUEL CO LTD) 20.10.2016, абзацы [0052]-[0061], [0074]	1-9	Y	СУЧКОВ А.Е. Экономия металла в машиностроении при обработке давлением. Наука и техника, 1971, с.103	1-9
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, колонки 1, 6, 10, пример 1, реферат, табл. 1	1-9												
D, Y	US 2016/0307651 A1 (KPCO NUCLEAR FUEL CO LTD) 20.10.2016, абзацы [0052]-[0061], [0074]	1-9												
Y	СУЧКОВ А.Е. Экономия металла в машиностроении при обработке давлением. Наука и техника, 1971, с.103	1-9												
<p><input type="checkbox"/> последующие документы указаны в продолжении графы C.      <input type="checkbox"/> данные о патентах-аналогах указаны в приложении</p>														
<p>* Особые категории ссылочных документов:</p> <p>“А” документ, определяющий общий уровень техники и не считающийся особо релевантным</p> <p>“D” документ, цитируемый заявителем в международной заявке</p> <p>“E” более ранняя заявка или патент, но опубликованная на дату международной подачи или после нее</p> <p>“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)</p> <p>“O” документ, относящийся к устному раскрытию, использованию, экспонированию и т.д.</p> <p>“P” документ, опубликованный до даты международной подачи, но после даты испрашиваемого приоритета</p> <p>“T” более поздний документ, опубликованный после даты международной подачи или приоритета, но приведенный для понимания принципа или теории, на которых основывается изобретение</p> <p>“X” документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска; заявленное изобретение не обладает новизной или изобретательским уровнем, в сравнении с документом, взятым в отдельности</p> <p>“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</p> <p>“&amp;” документ, являющийся патентом-аналогом</p>														
<p>Дата действительного завершения международного поиска</p> <p>27 августа 2020 (27.08.2020)</p>		<p>Дата отправки настоящего отчета о международном поиске</p> <p>03 сентября 2020 (03.09.2020)</p>												
<p>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</p>		<p>Уполномоченное лицо:                  Кружалова А.Н.                  Телефон № (495) 531-64-81</p>												