



**УНИВЕРСИТЕТ ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ И
МЕТАЛЛУРГИИ**
ФАКУЛЬТЕТ МЕТАЛЛУРГИИ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ
КАФЕДРА «ФИЗИЧЕСКАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ И ТЕПЛОВЫЕ АГРЕГАТЫ»

магистр Никита Александрович Лутченко

АВТОРЕФЕРАТ

на диссертацию

Исследование возможности получения ультрамелкозернистой структуры циркониевых сплавов методами интенсивной пластической деформации

для получения образовательной и научной степени "доктор"
научная специальность 5.6. Материалы и материаловедение
(Материаловедение и технология машиностроительных материалов)

Научные руководители:

профессор доктор инж. Йорданова Розина
доктор Арбуз Александр

Состав научного жюри:

1. проф. д-р инж. Михайлов Емил – председатель, рецензент
2. проф. д-р инж. Гюров Стойко - рецензент
3. доц. д-р инж. Григорова Даниела
4. проф. д-р инж. Лазарова Румяна
5. проф. д-р инж. Великов Ангел

София, 2025

Диссертационная работа написана на 174 страницах, содержит 113 рисунков и 9 таблиц. Цитировано 270 источников.

Представленная диссертационная работа обсуждена и принята к защите на заседании ученого совета научного подразделения кафедры «Физическая металлургия и тепловые агрегаты», состоявшемся 27.11.2025 г.

Публичная защита диссертационной работы состоится 00.00.2025 г. в 00:00 часов в зале 301, здание «А» ХТМУ.
Материалы доступны для заинтересованных лиц на интернет-сайте ХТМУ и в отделе «Научная деятельность»: каб. 406, этаж 4, здание «А» ХТМУ.

Список сокращений

ADS	–	Accelerator Driven Systems
ARB	–	Accumulative Roll Bonding
ASTM	–	American Society for Testing and Materials
BF	–	Bright Field
BWR	–	Boiling Water Reactor
CAD	–	Computer-Aided Design
CANDU	–	Canada Deuterium Uranium
CEC	–	Cyclic Extrusion Compression
CEE	–	Cyclic Expansion-Extrusion
DOE	–	Design of Experiments
EBS	–	Electron Backscatter Diffraction
ECAD	–	Equal Channel Angular Drawing
ECAE	–	Expansion equal channel angular extrusion
ECAP	–	Equal Channel Angular Pressing
ECAS	–	Equal channel angular swaging
FA	–	Fuel Assembly
FEM	–	Finite Elements Method
HALEU	–	High-Assay Low-Enriched Uranium
HANA	–	High performance Alloy for Nuclear Application
HCP	–	Hexagonal Close Packed
HPT	–	High Pressure Torsion
HTGR	–	High-Temperature Gas-cooled Reactor
HTR-PM	–	High-Temperature gas-cooled Reactor Pebble-bed Module
IAEA	–	International Atomic Energy Agency
IPF	–	Inverse Pole Figures
LOCA	–	Loss-Of-Coolant Accident
LWR	–	Light Water Reactors
MDA	–	Mitsubishi Developed Alloy
MDF	–	Multi-Directional Forging
NDA	–	New Developed Alloy
NPP	–	Nuclear Power Plant
ODF	–	Orientation Distribution Function
PCMI	–	Pellet-cladding mechanical interaction
PCMI- SCC	–	Pellet-cladding interaction-stress corrosion cracking
PHWR	–	Pressurized Heavy Water Reactor
PWR	–	Pressurized Water Reactor
RSR	–	Radial Shear Rolling
RXA	–	Recrystallized Annealed
SIPA	–	Stress Induced Preferential Absorption
SMR	–	Small Modular Reactor
SPD	–	Severe Plastic Deformation
SPP	–	Secondary Phase Particles
SRA	–	Stress-Relieved Annealed
TCAP	–	Twist channel angular pressing
TE	–	Twisty Extrusion
TEM	–	Transmission electron microscopy
UFG	–	Ultrafine-Grained
VVER	–	from Russian: Vodo-Vodyanoi Energeticheskiy Reaktor
WWER	–	Water-Water Energetic Reactor
XRD	–	X-ray Diffraction

ВВЕДЕНИЕ И АКТУАЛЬНОСТЬ ТЕМЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.

Современная энергетика требует технологий с высокой эффективностью, безопасностью и экологичностью. На фоне роста населения и электрификации особенно актуален переход к устойчивым источникам энергии, среди которых ядерная энергетика занимает ключевое место благодаря стабильному энергообеспечению и низкому углеродному следу.

Надёжность реакторов во многом определяется свойствами конструкционных материалов, особенно оболочек ТВЭЛов, работающих при высоких температурах, давлениях и радиации. Главные проблемы эксплуатации циркониевых сплавов — деградация свойств, радиационный рост, ползучесть, водородное охрупчивание и трещинообразование.

Циркониевые сплавы традиционно используются благодаря низкому сечению захвата тепловых нейтронов, коррозионной стойкости и механической прочности, но со временем теряют эксплуатационные качества. В связи с этим усилился интерес к созданию ультрамелкозернистых (УМЗ) и наноструктурных материалов, которые обеспечивают повышение прочности, твёрдости, усталостной выносливости и радиационной стойкости. Эти свойства связаны с высокой плотностью границ зерен, эффективно задерживающих радиационно-индуцированные дефекты и снижающих вероятность образования дислокационных петель и микротрещин.

Помимо размеров зерна важна кристаллографическая текстура, определяющая анизотропию свойств циркония с ГПУ-решёткой. Управление текстурой позволяет уменьшить радиационный рост и повысить долговечность ТВЭЛов. Для этого применяются методы интенсивной пластической деформации: РКУП, кручение под высоким давлением и особенно радиально-сдвиговая прокатка (РСП).

РСП выделяется тем, что сочетает интенсивное измельчение зерна с возможностью обработки длинномерных заготовок, что делает метод перспективным для производства оболочек ТВЭЛов. Он формирует сложное напряжённо-деформированное состояние, способствует созданию градиентной УМЗ-структуры и благоприятной текстуры.

Таким образом, исследование применения РСП к циркониевым сплавам для формирования УМЗ-структуры и улучшения механических свойств, текстуры и радиационной стойкости является актуальной научной и прикладной задачей, отвечающей требованиям современной ядерной энергетики.

ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ДИССЕРТАЦИИ.

– Провести анализ современных требований к конструкционным материалам активной зоны ядерных реакторов, выявить ключевые механизмы их деградации в условиях радиации и целесообразность применения ультрамелкозернистых (УМЗ) структур на основе циркониевых сплавов;

– Обобщить и классифицировать существующие методы получения УМЗ-структур, оценить их применимость к циркониевым сплавам с учётом масштабируемости, геометрии изделий и условий эксплуатации в реакторах;

– Разработать технологическую схему РСП прокатки, с применением методов конечно элементного моделирования процесса, исследовать особенности и закономерности напряжённо-деформированного состояния циркония и оптимизировать геометрические и технологические параметры прокатки;

– Реализовать серию экспериментальных прокаток на установке РСП, Получить ряд заготовок различных диаметрах для анализа эволюции полученной структуры;

– Исследовать эволюцию микроструктуры по сечению заготовок, полученных методом РСП, с использованием методов просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, включая EBSD-картирование, а также провести анализ текстурных характеристик (в том числе расчёт параметров Кернса);

– Исследование тонкой структуры образцов полученных радиально-сдвиговой прокаткой на электронном микроскопе с высоким разрешением,

– Получение данных об их механических свойствах;

– Облучение образцов тяжелыми ионами для моделирования условий повреждения осколками деления в активной зоне реакторов.

МЕТОДОЛОГИЯ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ.

При выполнении данного проекта использованы как теоретические, так и экспериментальные методы научного исследования. К классическим теоретическим методам относятся: анализ научно-патентной литературы, планирование эксперимента и статистическая обработка экспериментальных данных. Также, для анализа напряженно-деформированного состояния при разработке технологии радиально-сдвиговой прокатки циркония применено компьютерное моделирование методом конечных элементов (МКЭ/ФЕМ). Метод использован при оптимизации технологии получения УМЗ-циркония и реализован применением программного комплекса DEFORM-3D (Scientific Forming Technologies Corporation (SFTC), США). В дальнейшем этот же метод конечных элементов применен для прогнозирования поведения конструкций из уже полученного УМЗ циркония. Для построения всей геометрии использован САПР КОМПАС-3Д (АСКОН, Россия), с модулем АПМ-Эксперт. Натурный эксперимент по получению ультрамелкозернистого циркония проведен на станах радиально-сдвиговой прокатки РСП - 14/30 (Другое название СВП-08) (Рудненский Индустриальный Институт) и стан РСП-10/30 (Карагандинский Индустриальный институт).

Механические свойства исследованы путем стандартных испытаний на растяжение на машине Instron (США) и путем измерения микротвердости по шкале Виккерса (HV) на микротвердомере Shimadzu HMV - G31 ST.

Проведение части реологических исследований для построения компьютерных моделей проведено на пластометре Gleeble-3800-GTC (Dynamic Systems Inc., США) в Ченстоховском Политехническом Университете (Польша). Изменения фазового состава образцов исследованы методом рентгеновской дифракции (XRD) дифрактометре Rigaku SmartLab (Япония).

Исследование микроструктуры образцов будет проведено с использованием электронной сканирующей и электронной просвечивающей микроскопии высокого разрешения на следующих микроскопах: сканирующий электронный микроскоп с полевой эмиссией Zeiss CrossBeam-540 (Германия), сканирующий электронный микроскоп JSM IT200LA (JEOL, Япония), просвечивающий электронный микроскоп JEM-1400PLUS (JEOL, Япония). Для пробоподготовки, кроме отрезных и шлифовальных машин будет применяться электролитическое травление на установках TenuPol-5 и LectroPol-5 (Struers, Дания).

Исследование радиационной стойкости и процессов дефектообразования под влиянием облучения будет проведено на ускорительном комплексе ДЦ-60 Астанинского филиала Института ядерной физики НЯЦ РК.

1. Технологии получения и перспективы применения ультрамелкозернистых материалов в ядерной энергетике

1.1. Материалы ядерной энергетики. Основные требования и тренды развития.

Мировое энергопотребление стабильно растёт, увеличившись с 20 000 ТВт·ч в 1965 году до более 160 000 ТВт·ч в 2021 году. Основной рост обеспечивают развивающиеся страны, однако и развитые экономики наращивают потребление за счёт электрификации промышленности и транспорта. Несмотря на рост доли возобновляемой энергетики, нефть и уголь сохраняют ведущие позиции, а использование переменных ВИЭ (солнечных и ветровых) ограничено проблемами стабильности, балансировки и высокими инфраструктурными затратами.

В этих условиях особое значение приобретает ядерная энергетика, способная обеспечить низкоуглеродное и стабильное энергоснабжение. В мире эксплуатируется свыше 400 реакторов, более 80% из которых — легководяные. Ядерная энергетика демонстрирует высокий уровень безопасности: за более чем 60-летнюю историю отрасли зафиксированы лишь три серьёзные аварии, при этом статистически она является одной из наиболее безопасных отраслей энергетики. Современные разработки направлены на снижение рисков благодаря реакторам поколения IV, малым модульным реакторам (SMR) и технологиям замкнутого топливного цикла.

Ключевым направлением прогресса остаётся решение проблемы радиоактивных отходов. Ведутся работы по использованию быстрых реакторов, ADS-систем и технологий трансмутации, что снижает долговременную токсичность отходов. SMR, обладая модульной

конструкцией, гибкостью применения и пассивной безопасностью, демонстрируют потенциал для широкого внедрения в ближайшие десятилетия.

Надёжность атомной энергетики определяется качеством конструкционных материалов. В активной зоне реактора они должны выдерживать высокие температуры (до 350 °С в нормальных условиях и свыше 900 °С при авариях LOCA), давления (70–155 бар) и интенсивный нейтронный поток ($\sim 10^{13}$ – 10^{14} н/см²·с). Наибольшее значение имеют материалы оболочек ТВЭЛов, где традиционно применяются циркониевые сплавы благодаря низкому сечению захвата нейтронов, коррозионной стойкости и удовлетворительным механическим свойствам.

С 1950-х годов разработан широкий ряд циркониевых сплавов: Zircaloy-2, Zircaloy-4, E110, E125, E635, ZIRLO, M5 и др., различающихся легированием Sn, Nb, Fe, Cr, Ni и др. В разных странах ведутся разработки новых композиций (NDA, MDA, HANA, AXIOM и др.), однако их внедрение требует подтверждения эксплуатационных преимуществ. Современные тенденции связаны с постепенным отказом от Zircaloy-4 в пользу сплавов E110, E635, ZIRLO и M5, обеспечивающих более высокую коррозионную стойкость, устойчивость к водородному охрупчиванию и возможность работы в условиях повышенной температуры и выгорания топлива.

Таким образом, развитие ядерной энергетики тесно связано с совершенствованием конструкционных материалов, в частности циркониевых сплавов, которые остаются основой для повышения надёжности и безопасности современных и перспективных реакторов.

1.2. Дефекты, повреждения и последствия облучения в ядерных оболочках из циркониевого сплава

Одним из ключевых факторов, определяющих надёжность эксплуатации ядерного топлива, является устойчивость циркониевых оболочек к различным видам деградации, возникающим под действием механических, химических и радиационных факторов. Первичные механические дефекты включают износ по типу износ от трения сетки о стержень (*grid-to-rod fretting*) и износ от трения обломков (*debris-fretting*), а также взаимодействие топливной таблетки с оболочкой (PCMI) и сопутствующие процессы стресс-коррозионного растрескивания (PCI-SCC). Эти дефекты формируются вследствие вибраций топливных стержней, контакта с опорными элементами сборки, наличия посторонних частиц в теплоносителе, а также напряжённого взаимодействия между топливной таблеткой и циркониевой оболочкой при изменении мощности. Последствия данных процессов выражаются в локальном истирании материала, проникновении теплоносителя внутрь стержня и иницировании трещинообразования.

К числу коррозионных повреждений относятся локальные очаги разрушения, обусловленные нарушением водно-химического режима или воздействием агрессивных продуктов деления. Существенную роль играет

накопление водорода в материале, которое вызывает образование хрупких гидридов циркония и развитие растрескивание гидридов (*hydride cracking*). Вторичные дефекты — гидридные блистеры, внутренние коррозионные зоны, микротрещины и локальные разрывы — формируются как следствие проникновения теплоносителя через первичные повреждения.

Фундаментальное значение для деградации оболочек имеют радиационные эффекты. Облучение быстрыми нейтронами и гамма-квантами инициирует образование точечных дефектов, дислокационных петель и кластеров вакансий, что приводит к радиационному упрочнению, росту и ползучести. Радиационное упрочнение повышает прочность материала, но снижает его пластичность, увеличивая риск хрупкого разрушения. Радиационный рост проявляется как анизотропная деформация, обусловленная гексагональной кристаллической решёткой циркония, и вызывает геометрические изменения топливных элементов. Ползучесть под облучением дополнительно усугубляет деформацию, снижая эксплуатационную надёжность.

Ключевым фактором, определяющим стойкость циркониевых оболочек, является кристаллографическая текстура, формируемая при деформационно-термической обработке. Ориентация базальных плоскостей определяет склонность к радиационному росту, ползучести и гидридообразованию. Для количественной оценки анизотропии применяется параметр Кернса, позволяющий характеризовать распределение ориентаций зерен и прогнозировать эксплуатационные свойства. Исследования показывают, что оптимизация текстуры и размеров зерен является важнейшим инструментом повышения радиационной стойкости циркониевых сплавов.

Таким образом, комплекс механических, коррозионных и радиационно-индуцированных дефектов определяет надёжность оболочек твэлов. Минимизация этих процессов требует научно обоснованного подхода к выбору состава, микроструктуры и текстуры циркониевых сплавов, что является стратегической задачей для дальнейшего развития ядерной энергетики.

1.3 Ультрамелкозернистые материалы их особенности и перспективы их применения в ядерной энергетике

Одним из наиболее перспективных направлений повышения эксплуатационных характеристик конструкционных материалов для ядерной энергетики является использование ультрамелкозернистых (УМЗ) и наноструктурных (НС) состояний. Для циркониевых сплавов, традиционно применяемых в качестве оболочек твэлов, характерен размер зерна порядка 5–20 мкм, тогда как формирование зеренной структуры с характерным размером менее 1 мкм позволяет существенно изменить как механические, так и радиационные свойства.

УМЗ материалы характеризуются повышенной прочностью за счет зернограничного упрочнения по механизму Холла–Петча. При переходе к

наноразмерному уровню (<100 нм) вносят вклад дополнительные механизмы: межзеренное скольжение, активное участие границ как источников и стоков дислокаций, а также формирование неравновесных межзеренных границ. Такие структуры обеспечивают одновременно высокий уровень прочности и приемлемую пластичность непосредственно после получения, что делает их привлекательными для ядерных технологий (Рисунок 1).

Ключевым фактором повышения радиационной стойкости в УМЗ и НС материалах является высокая плотность межзеренных границ, выступающих в роли эффективных ловушек радиационно-индуцированных дефектов. В результате ускоряется процесс их аннигиляции и снижается вероятность накопления повреждений, приводящих к охрупчиванию и распуханию материалов. Подобный эффект подтвержден экспериментами не только на циркониевых сплавах, но и на аустенитных сталях, где структурирование позволило уменьшить степень аморфизации и радиационного упрочнения.

Мировые исследования в этой области активно развиваются в ведущих ядерных центрах США, Франции, Японии и других стран, что подтверждает высокий интерес к данному направлению.

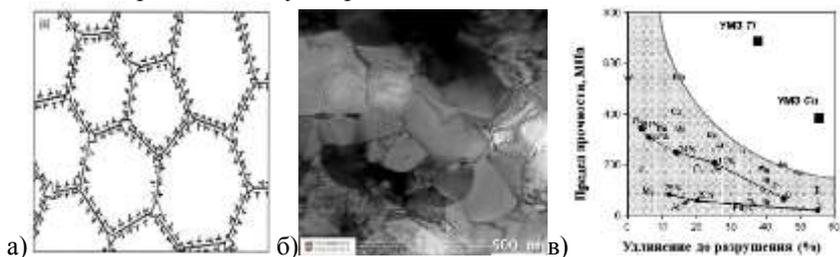


Рис. 1 - Особенности УМЗ материалов.

а) Схематическое представление структуры УМЗ металла; б) ТЕМ изображение структуры UFG циркония; в) механические свойства обычных и UFG структурных состояний для различных металлов

1.4 Существующие способы получения ультрамелкозернистых материалов.

Для повышения прочности и радиационной стойкости перспективно формирование ультрамелкозернистых и наноструктурных состояний. Классические подходы — быстрое затвердевание (melt spinning, газовая атомизация, spray forming), аддитивные технологии (SLM/EBM), химический синтез (sol-gel) и порошковая металлургия — эффективны для порошков, тонких плёнок и сложных геометрий, но имеют ограничения для массовых, длинномерных металлических изделий (топливные трубки). Быстрое затвердевание даёт преимущественно порошки/лётки при высокой сложности точного контроля свойств; аддитивные процессы ограничены скоростью и габаритами при высокой стоимости; sol-gel длителен, материалозатрастен и лучше применим к оксидам; порошковая металлургия страдает остаточной

пористостью и дороговизной исходных порошков, что ухудшает вязкость и пластичность и затрудняет масштабирование.

Оптимальной платформой для получения объёмных заготовок с однородной УМЗ-структурой являются методы интенсивной пластической деформации (ИПД). Они исключают пористость, присущую спеканию, но требуют соблюдения ключевых условий: (i) накопленная деформация $\epsilon > 6-8$; (ii) высокий уровень гидростатического давления (\approx ГПа) для предотвращения разрушения и релаксации дефектов; (III) температура $\approx 0,3 T_m$ для Zr-сплавов – ниже области $\alpha \rightarrow \alpha + \beta$; (IV) немонотонная/турбулентная схема деформирования для формирования высокоугловых границ. Чем полнее выполняются эти требования, тем быстрее и равномернее формируется УМЗ-состояние.

К числу наиболее изученных ИПД-процессов относятся: НРТ (высокодавильное кручение) — получение дисковых образцов с экстремальным измельчением зерна; ARB (накат с накоплением слоёв) — многократная прокатка пакетов с межслойным свариванием и накоплением деформации в листах; MDF (многоосевая ковка) — попеременное сжатие по нескольким осям для объёмных заготовок; СЕС (циклическое экструзионное сжатие) — повторные проходы через канал с противодавлением при сохранении габаритов; ЕСАР/ЕСАЕ — прессование через равносекционный угловой канал с маршрутами поворота, масштабируемое к брускам сантиметровых размеров и частично внедрённое промышленно. Наряду с ними развиты многочисленные модификации и гибриды (twist extrusion, ЕСАР-conform, асимметричная прокатка и др.).

При высокой научной зрелости перечисленных подходов их широкое промышленное применение ограничивают:

- сложность и стоимость специализированной оснастки и прецизионного контроля режимов;
- ограничения по форме и габаритам (часто — малые диски/бруски, трудности с длинномерами);
- высокие силовые и энергетические затраты, ресурс инструмента. Эти барьеры особенно критичны для длинномерных полых или сплошных изделий типа топливных трубок, где необходима непрерывность процесса, высокая производительность и стабильность структуры по длине.

С учётом указанных требований обоснован переход к радиально-сдвиговой прокатке (РСД) как к варианту ИПД, ориентированному на длинномерные круглые заготовки. РСД обеспечивает интенсивные градиентные сдвиговые деформации при значительном всестороннем сжатии, совместима с прокатными линиями, технологически ближе к промышленным маршрутам и позволяет получать УМЗ-состояния в прутках (и заготовках для труб) с контролируемыми особенностями распределения структуры по сечению. Это создаёт предпосылки для масштабируемого получения радиационно-стойких УМЗ-циркониевых полуфабрикатов и последующей адаптации технологии к производству элементов оболочек ТВЭЛов.

1.5 Технология радиально-сдвиговой прокатки для получения длинномерных ультрамелкозернистых материалов

Радиально-сдвиговая прокатка представляет собой разновидность винтовой прокатки цельных заготовок на трёхвалковом стане. Принципиально процесс близок к технологии прошивки труб, но отличается использованием трёх специально калиброванных валков (Рисунок 2) вместо двух и применением больших углов подачи ($18\text{--}25^\circ$). В отличие от классической прошивки, где при малых углах подачи возникает эффект Маннессмана с образованием осевой полости, при радиально-сдвиговой прокатке материал уплотняется по всему сечению заготовки, что исключает внутренние разрушения даже при больших обжатиях.

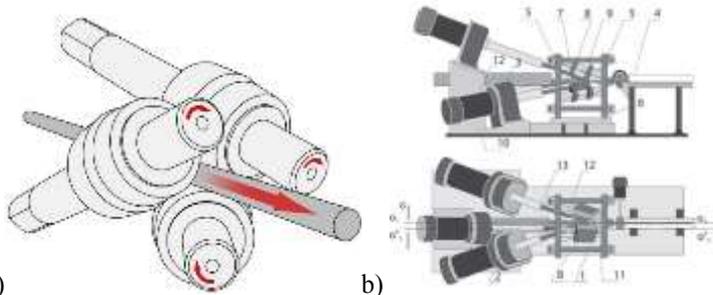


Рис. 2 - а)Схема поперечно-винтовой прокатки б) Принципиальная схема мини—мельницы типа “10/30”.

Главной особенностью процесса является сочетание всестороннего сжатия и интенсивных сдвиговых деформаций, сопровождающихся турбулентным течением металла в очаге деформации. Такое напряжённо-деформированное состояние формирует сложный градиент скоростей и направлений течения по радиусу, в результате чего структурные элементы металла вытягиваются, измельчаются и приобретают высокую дисперсность. Внешние слои заготовки подвергаются чередованию сжатия и растяжения вдоль винтовой траектории, что создаёт условия для образования изотропных мелкодисперсных частиц и характерной полосчатой структуры.

Важной особенностью радиально-сдвиговой прокатки является немонотонность и многократность траекторий деформации. Это способствует формированию высокоугловых границ зерен, необходимых для ультрамелкозернистых состояний. По своим характеристикам процесс сочетает элементы продольной прокатки и прессования, что обеспечивает глубокую проработку структуры по всему объёму заготовки.

Для практического применения разработаны компактные прокатные станы малых диаметров, позволяющие обрабатывать заготовки в диапазоне от 10 до 40 мм. Эти установки реализуют различные схемы регулировки валков (осевую или радиальную), обеспечивают многоступенчатую прокатку и позволяют варьировать параметры процесса. Такой подход открывает

возможность получения длинномерных прутков с контролируемой УМЗ-структурой, а длина изделий ограничивается только параметрами конкретного стана.

Можно заключить что радиально-сдвиговая прокатка в наибольшей степени удовлетворяет ключевым требованиям к методам интенсивной пластической деформации: обеспечивает большие накопленные деформации, высокий уровень всестороннего сжатия, турбулентное течение и возможность обработки длинномерных заготовок. Это делает её перспективным инструментом для формирования ультрамелкозернистых состояний в циркониевых сплавах, предназначенных для оболочек твэлов, и определяет высокую научную и практическую значимость дальнейших исследований в этом направлении.

2 Компьютерное моделирование и разработка технологии получения УМЗ циркония методом радиально-сдвиговой прокатки

2.1 Пластометрические исследования реологических свойств циркония и формирование базы данных материала для компьютерного моделирования

Для изучения особенностей процесса радиально-сдвиговой прокатки была использована программа Deform, реализующая метод конечных элементов. В качестве прототипа была взята конструкция действующего стана СВП-08 (РСП-14/30). Заготовка диаметром 37 мм и длиной 150 мм моделировалась при температуре нагрева 530 °С, что позволяет исключить фазовые превращения в сплаве. Скорость вращения валков составляла 100 об/мин, коэффициент трения на контакте заготовки с валками принят равным 0,7 (по модели Зибеля), что соответствует условиям горячей деформации при высоком контактном давлении.

Расчёт выполнялся в неизотермическом режиме с одновременным решением механической и тепловой задач. Для заготовки были заданы коэффициенты теплообмена с окружающей средой и инструментами. Геометрия валков проектировалась в КОМПАС-3D и импортировалась в Deform в формате STL. Валки рассматривались как абсолютно жёсткие тела, заготовка — как упруго-пластический материал.

Материалом служил сплав Э110 (Zr-1%Nb), применяемый для изготовления элементов активной зоны реакторов. Так как в стандартной базе Deform он отсутствует, была создана новая база материала на основе пластометрических испытаний. Эксперименты проводились методом одноосного сжатия цилиндрических образцов диаметром 10 мм на установке Gleeble 3800 с модулем «Pocket Jaw». Диапазон скоростей деформации составлял 0,5–15 с⁻¹, температур — от 20 до 650 °С, что соответствует условиям реального процесса радиально-сдвиговой прокатки.

Контроль температуры осуществлялся с помощью хромель-копелевых термопар, привариваемых к образцу. Для уменьшения трения применялись

графитовые прокладки и керамическая смазка. В результате получены кривые течения «напряжение–деформация» (Рисунок 3), которые показали снижение

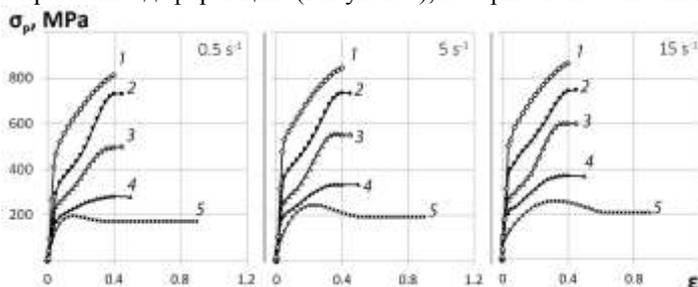


Рис. 3 - Кривые течения для сплава Э110 полученные с использованием пластометра «Gleeble 3800» в диапазоне скоростей деформации 0,5÷15 с-1 при температурах: 1 – 20 °С; 2 – 200 °С; 3 – 350 °С; 4 – 500 °С; 5 – 650 °

сопротивления деформации примерно на 77 % при нагреве от 20 до 650 °С. При этом повышение скорости деформации увеличивало сопротивление: при низких температурах эффект был незначительным, а при 650 °С составлял около 25 %.

Анализ кривых показал, что в интервале 350–500 °С наблюдается снижение коэффициента упрочнения вследствие активации дополнительных систем скольжения и процессов динамического возврата. При 650 °С кривые приобретают куполообразный вид: после достижения максимума сопротивления при деформации 0,15–0,30 наступает установившаяся стадия течения, характерная для сплавов с гексагональной кристаллической решёткой.

На основе полученных данных была создана новая база материала для Deform-3D, включающая температурный диапазон 20–650 °С и скорости деформации 0,5–15 с⁻¹. Это позволило корректно воспроизводить реологические свойства сплава Э110 при моделировании радиально-сдвиговой прокатки и использовать её в дальнейшем для численных экспериментов.

2.2 Построение компьютерной модели технологии радиально-сдвиговой прокатки и анализ напряженно-деформированного состояния с точки зрения получения ультрамелкозернистой структуры циркония.

Для построения корректной модели радиально-сдвиговой прокатки в среде Deform была создана высокоточная 3D-геометрия валков стана СВП-08. Валки располагались симметрично относительно оси заготовки под углом 120°, что обеспечивает равномерное обжатие. Для задания абсолютных значений обжатия использовалась декартова система координат с расчётом компонент перемещений валков. Так, при общем обжатии 3 мм радиальное смещение каждого валка составило 1,5 мм, что позволило получить корректные координаты перемещений.

При анализе напряжённо-деформированного состояния рассматривались три ключевых критерия: эквивалентная деформация, эквивалентное напряжение и среднее гидростатическое давление.

Эквивалентная деформация (Рис. 4). Результаты моделирования показали винтовой характер накопления деформации: максимальные значения формировались вдоль винтовой линии в зонах контакта с валками. В поперечном сечении распределение носило крайне неравномерный характер: уровень деформации достигал 2,1 на поверхности и снижался до нуля к центру. График радиального распределения демонстрирует экспоненциальное уменьшение величины параметра, что указывает на формирование выраженного структурного градиента.

Эквивалентное напряжение (Рис. 5). Напряжённое состояние охватывало всю кольцевую поверхность очага деформации. Максимальные значения регистрировались в зоне контакта с валками, при этом распределение имело зигзагообразный характер, обусловленный различной конусностью рабочих поверхностей валков. В поперечном сечении напряжения распространялись на весь объём заготовки: от 313 МПа на поверхности до 163 МПа в центре. Кривая носила плавный параболический вид, что свидетельствует о достаточно равномерном снижении уровня напряжений.

Среднее гидростатическое давление (Рис. 6). Параметр распределялся более равномерно, формируя овальные зоны в местах контакта. В поперечном сечении чётко просматривался знакопеременный характер: сжимающие напряжения на поверхности (до -558 МПа) переходили в растягивающие в центральной зоне ($+90$ МПа).

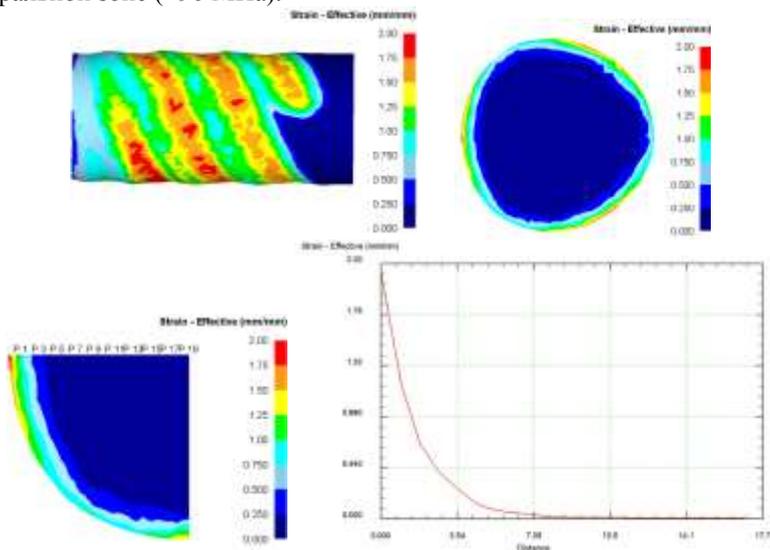


Рис. 4 - Распределение параметра эквивалентная деформации в заготовке.

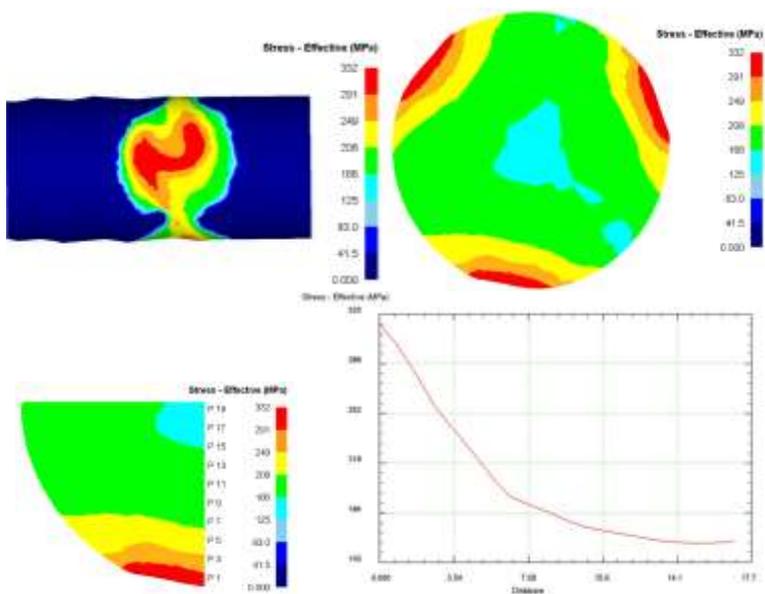


Рис. 5 - Распределение параметра эквивалентное напряжение в заготовке.

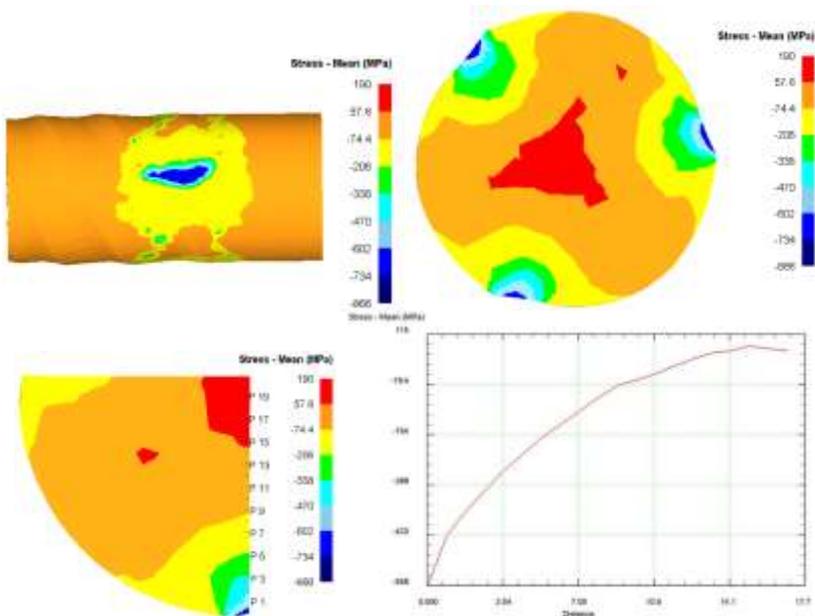


Рис. 6 - Распределение параметра среднее гидростатическое давление в заготовке.

Соотношение между ними свидетельствует о доминировании сжимающих напряжений, величина которых более чем в шесть раз превышает уровень растягивающих. Модель радиально-сдвиговой прокатки продемонстрировала адекватное воспроизведение реального процесса. Характер распределения деформаций и напряжений соответствует известным экспериментальным данным. Высокие значения сжимающих напряжений, сопровождающиеся выраженным градиентом деформаций, указывают на возможность эффективного измельчения зеренной структуры и формирования ультрамелкозернистого состояния. При этом наблюдается градиентный характер распределения структуры по сечению заготовки, что открывает перспективы для последующего целевого управления свойствами циркониевых сплавов в элементах активной зоны ядерных реакторов.

2.3 Определение оптимальных технологических параметров радиально-сдвиговой прокатки циркония на основе компьютерного моделирования.

В исследовании проведена оптимизация процесса радиально-сдвиговой прокатки циркониевого сплава Zr-1%Nb. Критерием оптимальности был выбран уровень усилия деформирования, так как данный параметр интегрально отражает влияние как геометрических, так и технологических факторов.

Для оценки эффективности процесса были рассмотрены два режима:

- **Режим 1** — с высокими единичными обжатиями в первых проходах;
- **Режим 2** — с малыми обжатиями на начальных стадиях.

Результаты моделирования показали, что максимальный уровень деформации для обоих вариантов оказался сопоставимым (22,5 и 22,8), однако распределение деформации по сечению значительно различалось. В режиме 1 фиксировалась выраженная неравномерность и локальная концентрация деформаций, что приводило к нестабильности процесса. Напротив, режим 2 обеспечивал более равномерное поле деформаций и снижение пиковых нагрузок.

Варьирование температуры показало, что снижение нагрева заготовки относительно базового уровня (530°C) резко увеличивает усилие деформирования. Даже уменьшение температуры всего на 100 °C приводит к росту нагрузки практически до предельных значений. Это связано с повышением сопротивления деформации и риском срыва процесса.

Таблица 1 - Различные режимы радиально-сдвиговой прокатки

проход	Режим 1			Режим 2		
	D0, мм	D1, мм	Обжатие, мм	D0, мм	D1, мм	Обжатие, мм
1	37	34	3	37	35.5	1,5
2	34	31	3	35.5	34	1,5
3	31	30	1	34	32	2
4				32	30	2

Превышение температуры, напротив, приводит к рекристаллизации, что исключает возможность получения ультрамелкозернистой структуры. В итоге оптимальным решением является сохранение базовой температуры без значительных отклонений.

Скорость прокатки оказалась менее критичным параметром. Изменения на $\pm 20\%$ от номинального значения (100 об/мин) приводили лишь к незначительным колебаниям усилия (в пределах 4–5 %).

При прокатке по маршруту 37 мм \rightarrow 20 мм (восемь проходов, суммарная деформация около 70 %) выявлен ярко выраженный градиент распределения деформации по сечению.

В осевой зоне (0–35 % радиуса) уровень деформации достигал $\sim 9,5$.

В периферийной зоне (35–80 % радиуса) — 19,5–21,5.

В поверхностных слоях (80–100 %) — до 29–30.

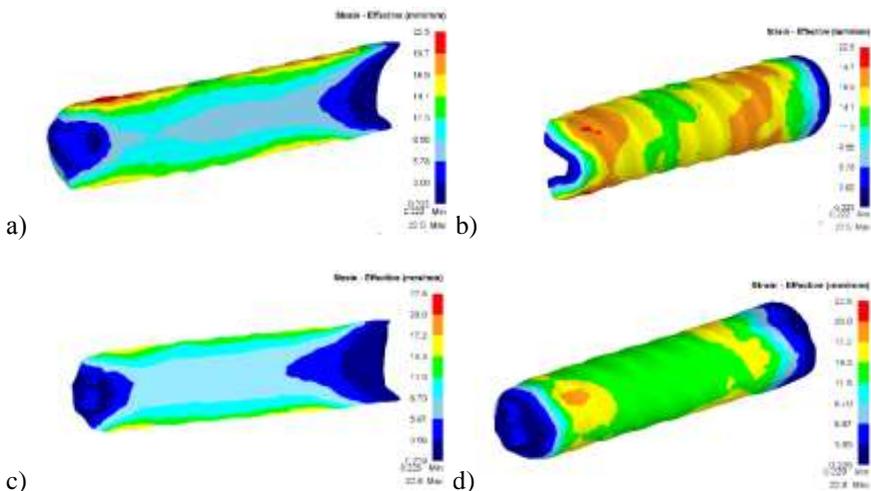


Рис. 7 – Распределение деформации после радиально-сдвиговой прокатки.

a, b – осевые и поверхностные зоны для режима 1;

c, d – осевые и поверхностные зоны для режима 2

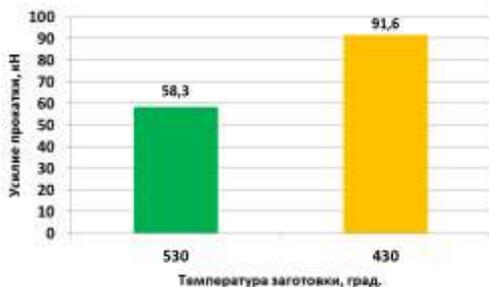


Рис. 8 – Усилие прокатки при различных температурах нагрева заготовки

Таким образом, поверхность подвергается максимальной проработке, что способствует интенсивному измельчению структуры и формированию ультрамелкозернистого состояния. В то же время в центре сохраняется меньший уровень деформации, формируя градиентную структуру.

Такой характер распределения деформации можно легко объяснить, используя изображение векторов направлений течения металла (Рис. 11). Из продольного сечения заготовки хорошо видно, что в поверхностных слоях заготовки при радиально-сдвиговой прокатке образуется вихревой характер течения металла, способствующий модификации микроструктуры, приданию ей равноосной формы и дроблению ее до УМЗ-размера.

Оптимизация показала, что:

- Наиболее рациональной стратегией является использование малых обжатий в первых проходах.
- Снижение температуры нагрева ниже 530 °С недопустимо из-за роста усилия, а повышение приведёт к рекристаллизации.
- Скорость прокатки оказывает второстепенное влияние, и допускаются вариации около номинального значения.
- Формируется характерная градиентная структура: максимальная проработка поверхности и более мягкие условия в центре.
- Во всех случаях усилие деформации не превышает технологического лимита, что подтверждает надёжность процесса.

2.4 Компьютерное моделирование и экспериментальное исследование технологии РКУП как референсного метода

В качестве референсного метода интенсивной пластической деформации для сравнения с радиально-сдвиговой прокаткой был выбран равноканальный угловой пресс (РКУП, ЕСАР). Его использование позволило сопоставить эффективность формирования ультрамелкозернистой структуры и проработку литой структуры циркониевого сплава Э110. В отличие от РСП, ЕСАР обеспечивает равномерные сдвиговые деформации по всему сечению, что способствует устранению объёмных дефектов и повышает однородность материала.

Моделирование процессов ЕСАР с различными углами пересечения каналов (45°, 90° и 135°) показало, что уменьшение угла приводит к росту интенсивности деформации и ускоряет закрытие сквозных дефектов (Рис.12). Для дальнейшей проверки была выбрана матрица с углом 135° — как наименее благоприятный случай. Даже в этих условиях дефект успешно закрывался, что подтверждает высокую эффективность метода.

Распределение деформации и напряжённого состояния выявило, что после нескольких проходов ЕСАР формируется очаг интенсивной деформации, охватывающий всё сечение заготовки, при этом центральная зона получает значительно более высокую степень проработки по сравнению с РСП. Установлено, что в ходе деформирования реализуется преимущественно

сжимающее напряжённое состояние, содействующее устранению литейных дефектов.

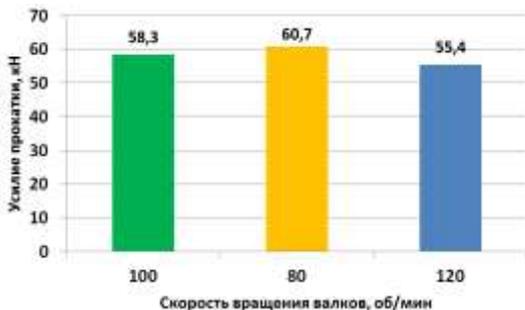


Рис. 9 - Усилие прокатки при различных скоростях вращения валков

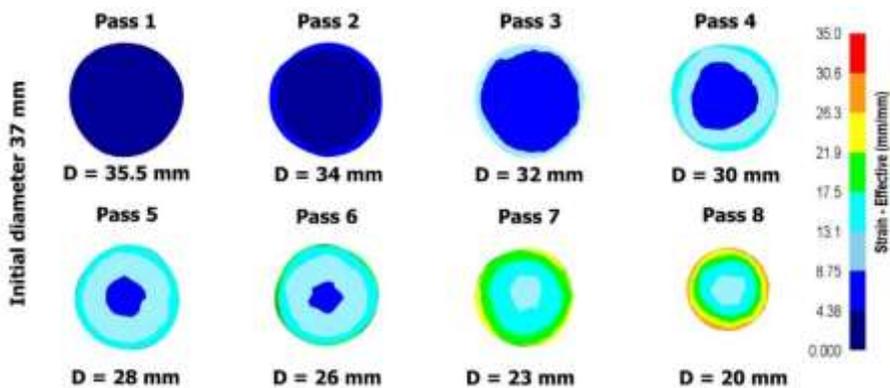


Рис. 10 – Эквивалентная деформация после последовательной радиально-сдвиговой прокатки прутка с диаметра 37 мм до 20 мм

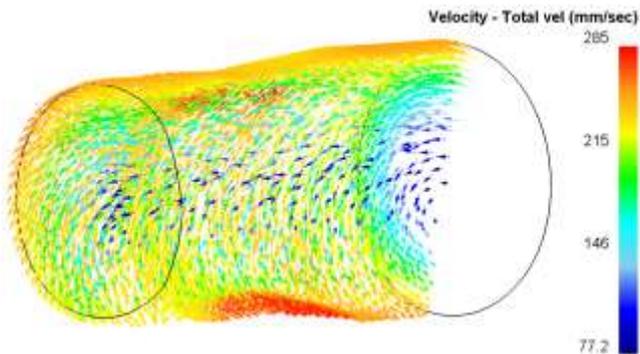


Рис. 11 - Характер течения металла при радиально-сдвиговой прокатке

В ходе данного этапа была подтверждена эффективность ЕСАР как метод начальной обработки небольших слитков циркония с целью устранения дефектов и получения УМЗ-структуры. Однако его применение ограничено размерами заготовок и необходимостью проведения нескольких проходов, что делает данный метод дополнением, а не заменой радиально-сдвиговой прокатки при промышленной обработке.

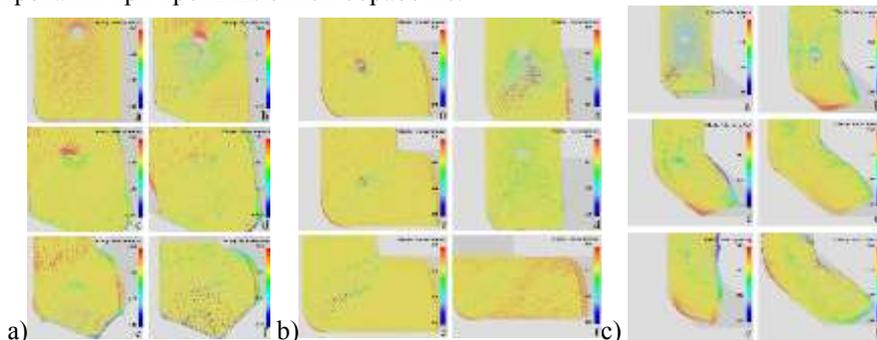


Рис. 12 - Стадии закрытия сквозного дефекта в модели с углом стыка каналов матрицы -а) 45° б) 90° в) 135°

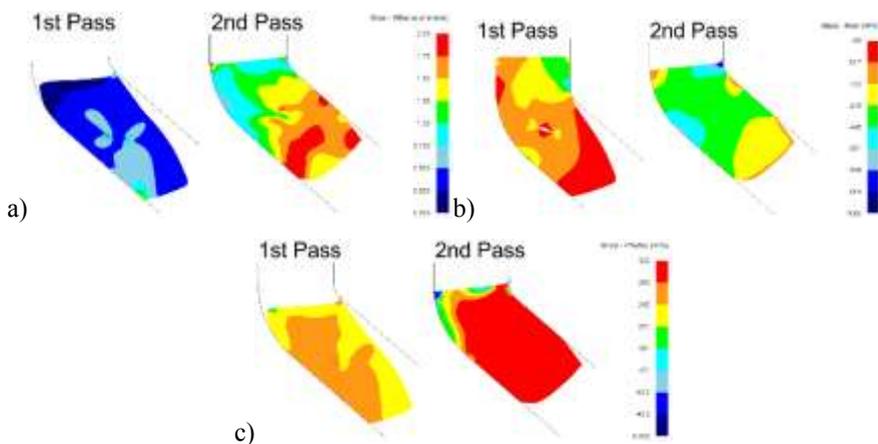


Рис.13 - Распределение в продольном сечении рабочей зоны: а) Strain - Effective; б) Stress - Mean; в) Stress - Effective.

3 Исследование структуры и свойств УМЗ циркония полученного методами интенсивной пластической деформации.

3.1 Предварительная экспериментальная прокатка сплава Э110 радиально-сдвиговой прокаткой.

Экспериментальная радиально-сдвиговая прокатка проводилась на сплаве Э110 промышленного производства в виде прутка диаметром 35 мм, полученного предварительным горячим прессованием при 650 °С. Исходный

материал характеризовался пределом прочности 470 МПа, пределом текучести 348 МПа и относительным удлинением 34%. Прокатка на стане СВП-08 осуществлялась при температуре нагрева 530 °С, контролируемой тепловизионной камерой. Процесс велся на предельных режимах с поэтапными обжатиями 1,5–3 мм до достижения минимального технологического диаметра 20 мм. В ходе деформации фиксировалось локальное повышение температуры до 150 °С, что указывает на протекание интенсивных сдвиговых процессов.

Для микроструктурных исследований прутков был разделён на сегменты, из которых подготовлены образцы для просвечивающей электронной микроскопии. Исследования на ПЭМ JEM-1400Plus показали формирование в периферийной зоне равноосных дислоцированных зёрен размером 500–1000 нм без выраженной текстуры, что соответствует ультрамелкозернистому состоянию. В центральной зоне наблюдалась смесь вытянутых сильно деформированных зёрен шириной около 100 нм и длиной до 10 мкм, а также отдельных крупных зерен, сопоставимых с исходными. Электронная дифракция подтвердила наличие преимущественной ориентации, связанной с направлением прокатки.

Полученные результаты подтвердили принципиальную возможность формирования УМЗ-структуры в сплаве Э110 методом радиально-сдвиговой прокатки. Эксперимент также позволил отработать практические аспекты проведения деформации на предельных режимах и пробоподготовки для последующего комплексного анализа.

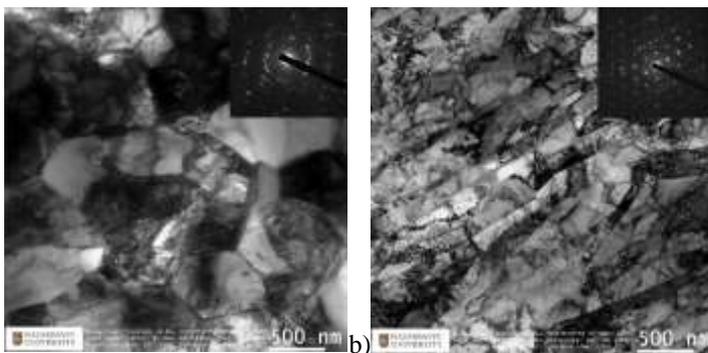


Рис. 14 - Микроструктура сплава Zr-1%Nb после радиально-сдвиговой прокатки (x15000): а – периферия прутка, б – центр прутка

3.2 РСП прокатка образцов для анализа эволюции структуры.

Следующий этап исследования это выявление разных типов структуры потребовало уточнения толщины и однородности УМЗ-зоны, а также анализа градиента структуры и текстуры.

Для решения этой задачи была проведена серия прокаток пяти прутков различного диаметра (30, 25, 20 мм, а также дополнительно докатанных до 15

и 13 мм). Это позволило получить материал для изучения промежуточных стадий формирования УМЗ-структуры. В отличие от предыдущего эксперимента, акцент сделан не только на доказательстве принципиальной возможности, но и на отслеживании эволюции УМЗ-слоя и его характеристик.

Была разработана методика пробоподготовки, включающая прецизионную разрезку образцов, электролитическое полирование с охлаждением электролита и оптимизацию режимов травления.

Расширенная серия экспериментов и комбинированный метод анализа позволили перейти от первичного подтверждения возможности получения УМЗ-структуры к комплексному исследованию её формирования, границ и стабильности.

3.3 EBSD картирование образцов с высокой детализацией.

Для количественной оценки эволюции зеренной структуры после радиально-сдвиговой прокатки использован метод EBSD. Карты были сняты вдоль радиуса прутка с шагом 0,5 мм при увеличении $\times 8000$, шаге сканирования 20 нм и размере области 50×50 мкм. На каждой карте регистрировалось от 60 до 100 зёрен, что обеспечило статистическую достоверность данных. Всего было получено более 100 карт, обработанных в software HKL Tango. В качестве базовой характеристики микроструктуры выбрана средняя площадь зерна, по которой построены распределения по радиусу прутка.

Анализ показал, что в исходном образце средний диаметр зерна составлял около 4 мкм. Уже после первой стадии прокатки (до 30 мм) размер зерна уменьшался до 1,0–1,2 мкм в центральной части и до 0,7 мкм в периферийной зоне. На всех последующих стадиях (25–13 мм) измельчение начиналось в поверхностных областях и распространялось в глубину, формируя устойчивый ультрамелкозернистый слой толщиной около 2 мм с диаметром зерна 0,6–0,7 мкм. В центральных областях зерно уменьшалось медленнее, достигая субмикронных значений только после значительных обжатий.

Кроме того, выявлен градиент как по размеру зерна, так и по его форме. Диаметр уменьшается к поверхности, тогда как aspect ratio возрастает и резко снижается на глубине 1–1,5 мм. IPF-карты показали изменение ориентаций зёрен с уменьшением диаметра прутков, что указывает на формирование специфического текстурного градиента. EBSD карты и графики распределения среднего диаметра зерна и aspect ratio по сечению заготовок 15 и 13 мм показаны на рис. 16.

3.4 Анализ эволюции текстуры в процессе прокатки.

Анализ текстуры циркониевых прутков после радиально-сдвиговой прокатки был проведён с использованием коэффициентов Кернса, рассчитанных по EBSD-данным. В исходном отожжённом образце фиксировалась слабовыраженная остаточная текстура: значения f-параметра в

осевом направлении составляли в среднем 0,260, что ниже, чем в нормальном (0,379) и поперечном (0,361) направлениях.

После прокатки до 30 мм появилась отчётливая текстурная компонента, характерная для циркония: f -параметры в поперечном и нормальном направлениях достигали 0,500–0,540, тогда как в направлении прокатки среднее значение составило 0,046. При этом в поверхностной зоне фиксировалось локальное повышение до 0,112.

С дальнейшим уменьшением диаметра до 25 и 20 мм наблюдался рост значений f -параметра в направлении прокатки в поверхностных слоях (до 0,171 и 0,195 соответственно), хотя средние значения оставались низкими (0,041 и 0,039). Максимальные изменения выявлены в образце диаметром 15 мм, где на глубине 1 мм f -параметр достигал 0,805, постепенно уменьшаясь до 0,406 на поверхности. При прокатке до 13 мм значения параметра снизились, а распределение стало неравномерным. Полевые фигуры и распределение параметра Кернса для образцов диаметрами 13 и 15 мм показано на Рис. 17.

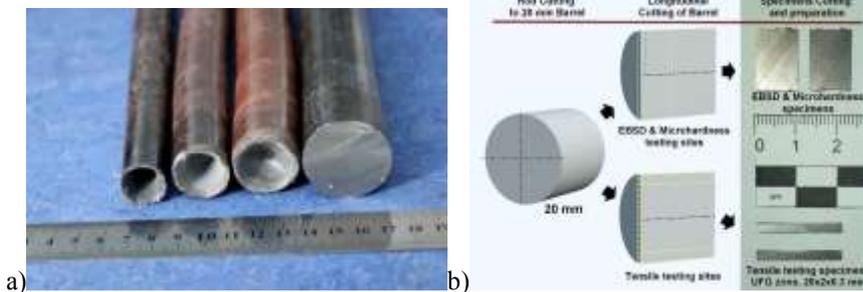


Рис. 15 – а) Прокатанные прутки сплава Zr-1%Nb; б) Схема разделки образца для различных видов анализа.

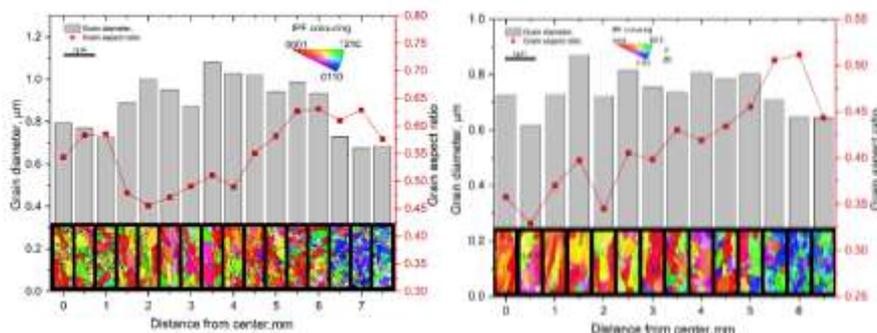


Рис. 16 – . EBSD карты и графики распределения среднего диаметра зерна и aspect ratio по сечению заготовок: а) 15 мм; б) 13 мм.

Таким образом, с уменьшением диаметра от 35 до 15 мм отмечается усиление текстуры в направлении прокатки, что связано с развитием интенсивных сдвиговых деформаций. При дальнейшем уменьшении до 13 мм

фиксируется частичное ослабление и нестабильность текстуры, что может указывать на насыщение или изменение механизма деформации. Толщина поверхностного слоя с повышенными значениями f -параметра уменьшается от 2,5 мм (при 30 мм) до 1 мм (при 13 мм). Полученные результаты согласуются с вихревым характером течения металла, выявленным при FEM-моделировании.

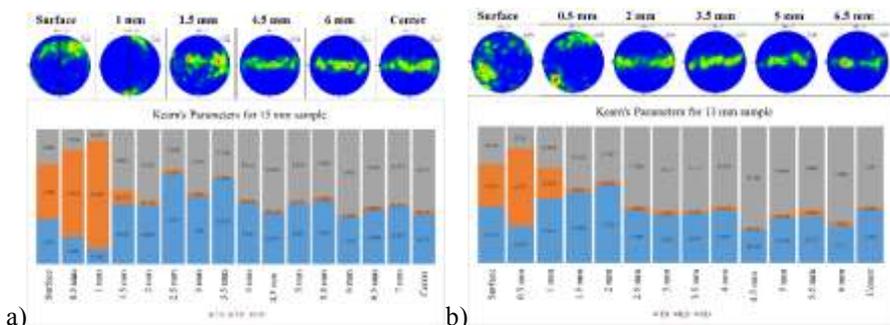


Рис. 17 – Полевые фигуры и распределение параметра Кернса для образцов: а) 15 мм; б) 13 мм.

3.5 ТЕМ Исследование тонкой структуры прокатанных образцов цинкния.

Для детального анализа микроструктурных дефектов в характерных зонах прутка проведены исследования методом просвечивающей электронной микроскопии. Были выбраны участки с различным состоянием структуры: периферийные зоны с ультрамелкозернистым состоянием и центральные зоны с выраженной прокатной текстурой. В качестве объектов анализа использованы образцы из прутков, прокатанных до диаметров 15 и 20 мм.

Исследования показали, что структура центральной области находится в состоянии активного изменения под действием высоких деформаций и вихревого течения металла. Здесь фиксируется дробление и поворот удлиненных текстурных зёрен, а также отдельные случаи их укрупнения и объединения, что связано с элементами динамической рекристаллизации. Особенностью является кластерный характер перестройки: формируются области зёрен с близкой ориентацией, отделённые более высокими углами разориентации от соседних кластеров.

В периферийных областях структура стабильна и типична для УМЗ-состояния: наблюдаются насыщенные дислокациями субмикронные зёрна с развитой системой межзёренных дислокаций.

Эти данные хорошо согласуются с известными результатами по УМЗ-материалам, получаемым более энергозатратными методами.

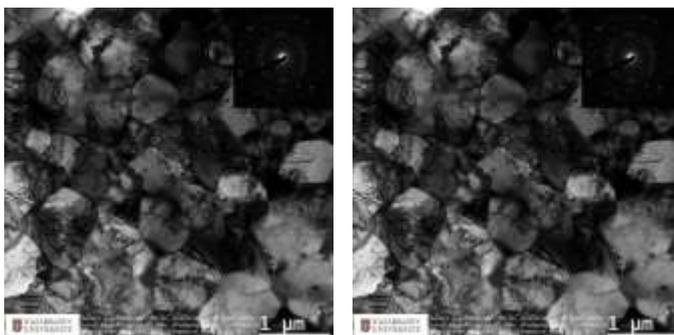


Рисунок 18 – ТЕМ снимки поверхностной зоны прутка.

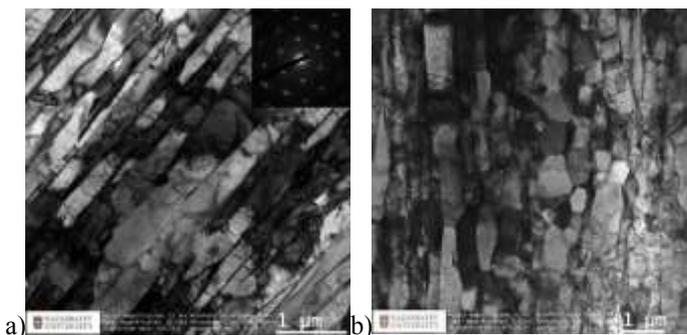


Рис. 19 – ТЕМ снимки а) осевой зоны; б) переходной зоны прутка.

3.6 Исследование механических свойств прокатанных образцов циркония.

Для оценки механических свойств прокатанных образцов проведены измерения микротвёрдости по Виккерсу с шагом 0,5 мм по радиусу прутка, а также испытания на растяжение в трёх характерных зонах — периферийной, центральной и промежуточной ($\frac{1}{2}$ радиуса).

Профили микротвёрдости показали различия между прутками диаметром 20 и 15 мм. В обоих случаях значения находились в диапазоне HV150–190, при этом в центре фиксировались более высокие значения по сравнению с поверхностными слоями (разница составляла 30–40 единиц). Для прутка Ø15 мм снижение микротвёрдости на периферии было более выраженным. Такой характер распределения связан с динамическим разупрочнением и возможными процессами полигонизации или рекристаллизации в приповерхностных слоях, вызванных совмещением температуры прокатки (~500 °С) и деформационного разогрева (до 200 °С).

Испытания на растяжение проводились для образца Ø15 мм в виде тонких продольных полосок, что позволило выделить свойства отдельных зон. Периферийные области характеризовались несколько меньшими значениями предела текучести, прочности и относительного удлинения, что связано с

накоплением дефектов и динамическим разупрочнением. Тем не менее предел прочности в этой зоне достигал ~540 МПа, что существенно превышает исходные характеристики и требования к материалам для ТВЭЛов. Образцы из центральной и промежуточной зон показали схожие кривые деформации, с незначительным повышением прочности в центральной части. Графики показаны на рисунке 20. Графики растяжения по зонам для образца диаметром 15 мм показаны на рисунке 21.

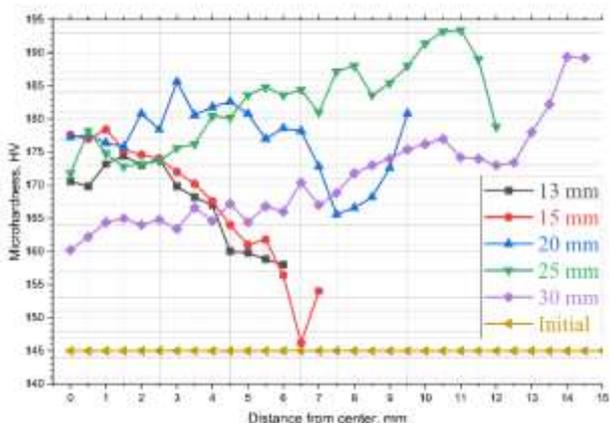


Рис. 20 – Графики микротвердости по сечению всех прокатанных образцов.

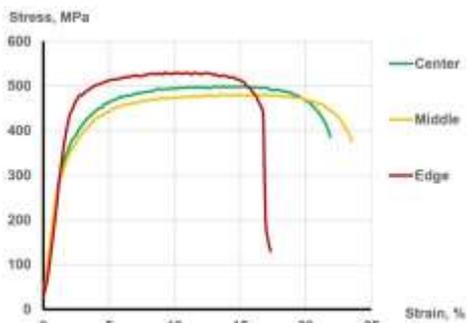


Рис. 21 - Графики испытания на растяжение разных зон образца прокатанного до диаметра 15 мм.

3.7 Экспериментальная обработка циркониевых заготовок методом РКУП.

Для экспериментальной верификации модели был выбран вариант с углом стыка каналов 135°, представляющий наибольшую сложность для закрытия дефекта. Матрица с каналом 30 × 24 мм из инструментальной стали была подготовлена с полированными стенками и графитовой смазкой для снижения трения. Заготовки нагревались до 530 °С, а матрица — до ~200 °С, что

позволило снизить температурные градиенты и предотвратить дефекты. Прессование выполнялось на гидравлическом прессе усилием до 1500 кН при скорости 5–10 мм/с.

Эксперимент предусматривал два прохода с поворотом заготовки на 180° между циклами для равномерного распределения деформации. Однако при проведении второго прохода возникли технологические трудности. Из-за частичной потери температуры заготовки сопротивление деформации возросло, что привело к увеличению нагрузки и снижению жёсткости рабочей части матрицы. В результате наблюдались заклинивания заготовки и пуансона, что ограничило число успешных проходов максимум двумя.

3.8 Исследование структуры и свойств циркония полученного методом РКУП.

Металлографический и EBSD-анализ показали, что после первого прохода ЕСАР структура сплава Э110 сохраняет относительно крупное зерно (средний размер ~2,6 мкм при отдельных до 15 мкм), но уже фиксируются изменения формы, свидетельствующие о начале процессов измельчения. После второго прохода наблюдается значительное измельчение: средний эквивалентный диаметр зерна снизился до ~1,7 мкм, с диапазоном 0,5–11 мкм. При этом сохраняется высокая неоднородность распределения размеров зерна, а на IPF-картах фиксируется начало формирования текстуры. EBSD карты структуры и полевые фигуры для первого и второго прохода показаны на рисунках 22 и 23 соответственно.

Измерения микротвёрдости показали рост данного параметра с 145 HV (исходное состояние) до 158,9 HV после первого прохода и 171,5 HV после второго. Упрочнение связано с накоплением дислокаций, измельчением зерна и локальными процессами динамической рекристаллизации.

4 Исследование возможности обработки циркониевых слитков методами интенсивной пластической деформации.

4.1 Исследование обработки литой структуры циркония методом РСП.

На этом этапе рассматривается возможность применения радиально-сдвиговой прокатки для обработки переплавленных слитков из циркониевого сплава Э110 (Zr-1%Nb). Основное внимание уделяется оценке эффективности данного метода как инструмента для устранения литейных дефектов, трансформации хрупкой литой структуры в пластичную и последующего формирования ультрамелкозернистого состояния материала. Для исследования был использован слиток, полученный в вакуумной индукционной печи (Рисунок 24).

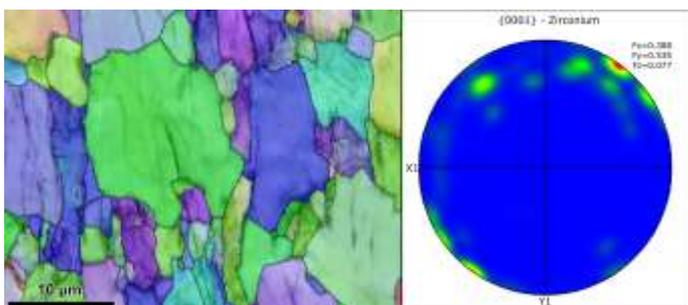


Рис. 22 - EBSD карта циркония после 1 прохода прессования.

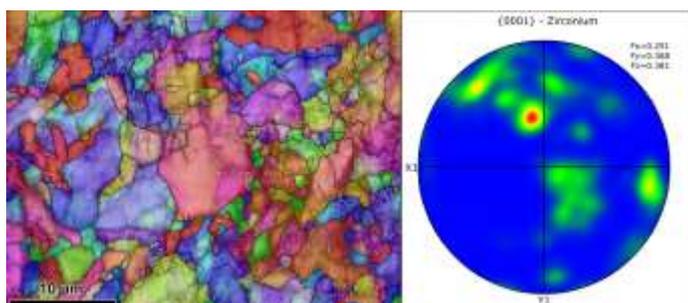


Рис. 23 - EBSD карта циркония после 2 прохода прессования.

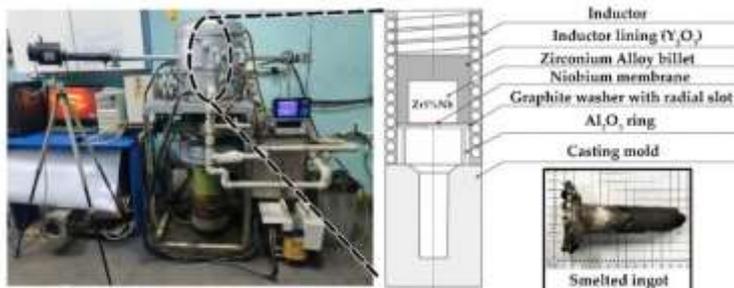


Рис. 24 – Схема плавильной вакуумной индукционной печи

Химический анализ подтвердил соответствие состава исходному сплаву, что обеспечило корректность дальнейших экспериментов.

Прокатка проводилась на стане РСП-10/30 в два этапа. На первом этапе, при температуре 800 °С и крупных единичных обжатиях, происходило интенсивное уплотнение структуры и заваривание дефектов. На втором этапе, при температуре 530 °С и малых шагах деформации, осуществлялось значительное измельчение зерна, что соответствует условиям получения ультрамелкозернистой структуры, ранее подтвержденным в литературных источниках. Контроль температуры в процессе прокатки осуществлялся с использованием тепловизора в реальном времени, что обеспечивало точность воспроизведения заданных параметров обработки.

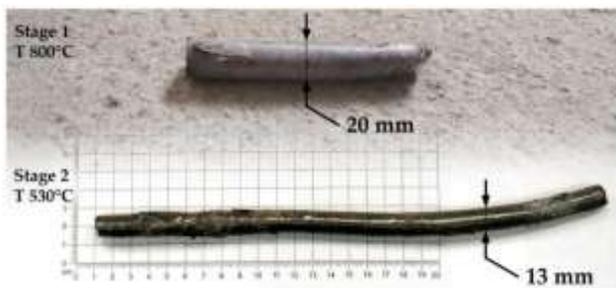


Рис. 25 – Заготовки после каждой стадии радиально-сдвиговой прокатки

4.2 Исследование структуры и литейных дефектов слитка после РСП

Исследование структуры литых образцов после прокатки проводилось по тем же протоколам использованым для предыдущего эксперимента по прокатке.

На первой стадии, проведённой при температуре 800 °С с уменьшением диаметра заготовки с 30 до 20 мм, было зафиксировано выраженное измельчение зеренной структуры на поверхности прутка. По данным EBSD-анализа, вблизи периферии наблюдается интенсивная переработка структуры и формирование мелких зерен, тогда как в центральной части сохраняются элементы литой или переходной структуры, свидетельствующие о меньшей интенсивности деформации. Фазовый анализ подтвердил наличие α -фазы циркония как основной, при этом вблизи поверхности фиксировались остаточные области β -фазы. Кристаллографическая текстура демонстрирует ярко выраженную анизотропию на периферии и слабую ориентацию в центральной зоне.

Вторая стадия обработки проводилась при температуре 530 °С с последовательным уменьшением диаметра прутка до 13 мм. Микроструктурный анализ показал, что в поверхностных слоях зерна достигли субмикронных размеров за счёт интенсивной пластической деформации и процессов динамической рекристаллизации. В центральной части сохранялись вытянутые зерна вдоль направления прокатки, однако даже там структура оказалась значительно измельчённой по сравнению с исходным состоянием. Фазовый состав характеризуется практически полным переходом в α -фазу, что связано с неустойчивостью β -фазы при выбранных температурных условиях. Текстуальный анализ выявил выраженную анизотропию на поверхности и более слабую в центральной зоне, что подтверждает перераспределение зеренной ориентации под действием деформации.

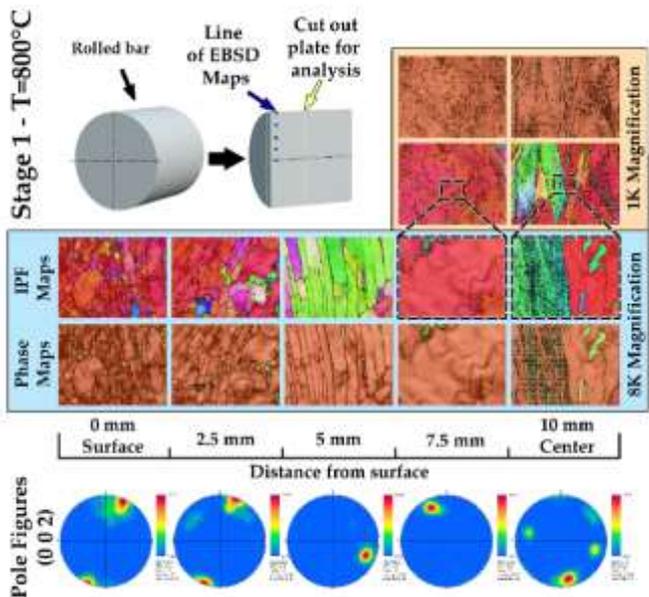


Рис. 26 – EBSD анализ первой стадии обработки циркониевого слитка методом радиально-сдвиговой прокатки до 20 мм

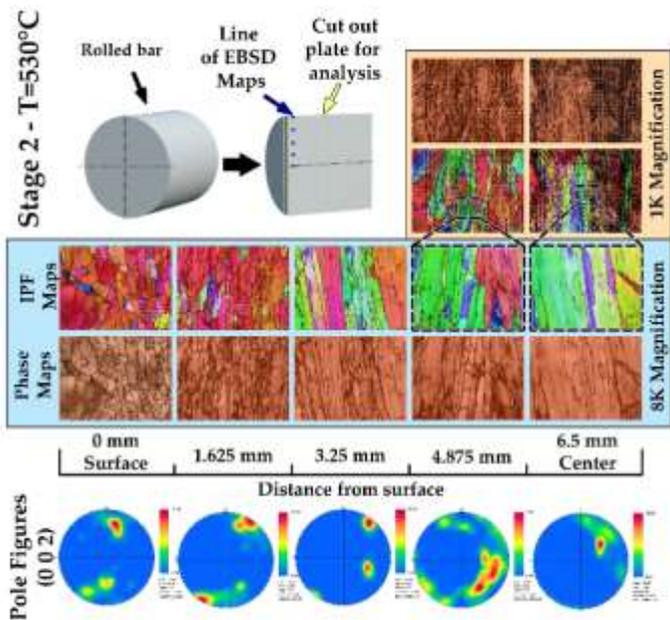


Рис. 27 – EBSD анализ второй стадии обработки циркониевого слитка методом радиально-сдвиговой прокатки до 13 мм.

Отдельное внимание уделено анализу усадочной раковины, изначально присутствовавшей в литом слитке. После прокатки она сохранилась в виде остаточного внутреннего дефекта звездообразной формы с радиальными трещинами. Несмотря на общее уменьшение её размеров, пропорциональное коэффициенту обжатия, полного заваривания дефекта достигнуто не было. Это свидетельствует о недостаточности пластической деформации для устранения усадочной полости при выбранных режимах обработки (Рис. 28).

Таким образом, результаты показывают, что радиально-сдвиговая прокатка обеспечивает интенсивное измельчение зеренной структуры и фазовую стабилизацию α -фазы циркония, однако не гарантирует полного устранения крупных литейных дефектов, что необходимо учитывать при практическом применении метода.



Рис. 28 – Сегменты прокатанного слитка с оставшейся усадочной раковинной

4.3 Исследования закрытия литейного дефекта методом ЕСАР.

Проведена экспериментальная проверка потенциала РКУП в закрытии литейных дефектов в циркониевых сплавах. Поскольку получить достаточное количество литого материала с естественными дефектами не представлялось возможным, в работе было проведено моделирование дефекта путём высверливания отверстия диаметром 5 мм в заготовках из циркониевого сплава. Размер дефекта был выбран на основе данных предыдущих исследований, выполненных дляковки и радиально-сдвиговой прокатки.

После первого прохода через матрицу дефект подвергся лишь частичному изменению формы: он уплотнился по вертикали и вытянулся вдоль направления деформации, однако края полости полностью не соединились, что указывает на недостаточную интенсивность накопленных деформаций. Второй проход с поворотом заготовки на 180° обеспечил почти полное устранение макродефекта, который стал невидимым визуально. Однако при детальном анализе выявлена остаточная трещина шириной 10–25 мкм, проходящая вдоль бывшей полости. Дефект значительно сократился в размерах благодаря повышенной степени деформации и частичному завариванию краёв металла, но полностью устранён не был. Внешний вид исходного образца и процесс закрытия дефекта в процессе прессования показан на рисунке 29.

Наличие остаточного дефекта объясняется как ограниченными температурами процесса РКУП, так и возможным окислением поверхности в зоне полости, препятствующим полному свариванию металла. Для окончательного устранения дефектов подобного типа может потребоваться

дополнительная термообработка либо оптимизация параметров деформации, включая увеличение числа проходов или уменьшение угла пересечения каналов матрицы.

По итогам роевённого эксперимента можно заключить эффективность метода РКУП в снижении размеров крупных литейных дефектов в циркониевых сплавах. Несмотря на сохранение остаточной трещины, полученные результаты показывают перспективность данного метода для практической переработки литых заготовок и последующего улучшения их эксплуатационных характеристик.

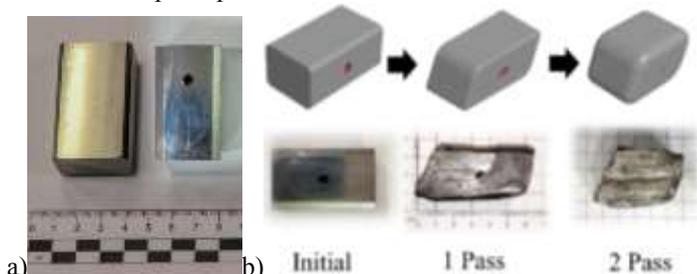


Рис. 29 – Внешний вид исходного образца(а) и процесс закрытия дефекта в процессе прессования (b)

5 Исследование влияния температуры на стабильность структуры и механических свойств УМЗ циркония.

5.1 Исследование влияние отжига при различных температурах на полученную структуру и свойства.

Исследование влияния температуры на структуру и механические свойства очень важно, поскольку ядерный реактор работает в условиях высоких температур и давлений. В связи с этим, для характеристики работы УМЗ циркония, решено провести испытания в трех точках повышенных температур.

Для эксперимента были выбраны три характерные температурные точки: рабочая температура большинства реакторов (380 °С), температура рекристаллизации сплава Э110 (580 °С) и аварийная температура сценария LOCA (1000 °С). Отжиг пластин продольного сечения, вырезанных из конечного прутка диаметром 15 мм с наиболее развитой УМЗ зоной, проводился в среде высокоочищенного аргона с последующим анализом методом EBSD по радиусу сечения.

Результаты показали, что при 380 °С после двух часов выдержки структура практически не изменилась, что указывает на стабильность УМЗ состояния при рабочих условиях реактора. При 580 °С наблюдалось стремительное развитие процессов рекристаллизации: уже через 30 минут зерна увеличились в 2–3 раза, а в центральных областях появились крупные равноосные зерна. С увеличением времени выдержки структура становилась равномерно крупнозернистой, а при 90–120 минутах достигала стабильного

отожженного состояния. Отжиг при 1000 °С в течение 2 часов привел к полной рекристаллизации и формированию типичной видманштеттовой структуры.

Испытания на микротвердость подтвердили микроструктурные изменения. Для образцов, отожженных при 380 °С, зафиксировано лишь незначительное снижение твердости без изменения профиля распределения, что связано с релаксацией внутренних напряжений. При 580 °С наблюдалось существенное падение уровня микротвердости и выравнивание профиля по всему сечению, особенно при выдержках более 60 минут, когда различия между кривыми стали минимальными. При 1000 °С микротвердость оказалась ещё ниже, чем после длительного отжига при 580 °С, что объясняется завершённой рекристаллизацией и дальнейшим укрупнением зеренной структуры.

Таким образом, проведённое исследование показало высокую стабильность УМЗ структуры при рабочих температурах реактора и её интенсивное разрушение при условиях, соответствующих температуре рекристаллизации и аварийному нагреву. Эти результаты важны для понимания границ эксплуатационной пригодности ультрамелкозернистого циркония в ядерной энергетике.

5.2 Исследование стабильности механических свойств при различных температурах

Испытания на растяжение при повышенных температурах были проведены для узких пластинок, вырезанных из трёх характерных зон поперечного сечения прутка диаметром 15 мм с ультрамелкозернистой структурой. Методика соответствовала ранее применённым протоколам, за исключением того, что испытания выполнялись при температурах 380 °С, 580 °С и 1000 °С. Перед разрывом образцы нагревались в защитной атмосфере, выдерживались в течение двух часов и затем испытывались на растяжение при заданной температуре.

Результаты показали, что при 380 °С наблюдается лишь незначительное снижение механических свойств по всему сечению материала, что подтверждает стабильность структуры при рабочих условиях реактора. При 580 °С свойства выровнялись, при этом предел прочности существенно снизился, а относительное удлинение несколько возросло. Испытания при 1000 °С выявили крайне низкий уровень прочности и заметное увеличение пластичности, что связано с полной рекристаллизацией и укрупнением зеренной структуры. Графики испытаний на растяжение при разных температурах для исходного образца и УМЗ зоны показаны на рис. 30 и 31.

Все полученные значения механических характеристик соответствуют требованиям ASTM B-351 и в целом превосходят показатели традиционно изготовленных прутков, особенно по уровню прочности. Однако относительное удлинение δ оказалось ниже ожидаемого для полностью рекристаллизованного состояния. Для повышения пластичности целесообразно применение дополнительной термообработки, позволяющей

завершить процессы рекристаллизации. Согласно данным по микротвердости, режим отжига при 580 °С с выдержкой 90 минут обеспечивает выравнивание структуры и свойств по сечению прутка, хотя и сопровождается укрупнением зерна.

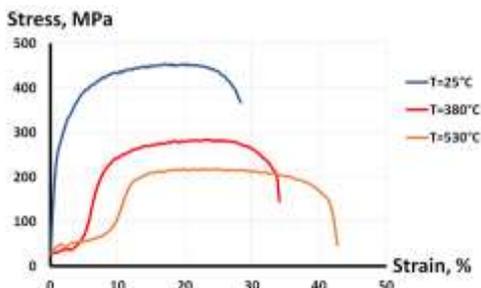


Рис. 30 – Графики испытаний на растяжение при разных температурах исходного образца

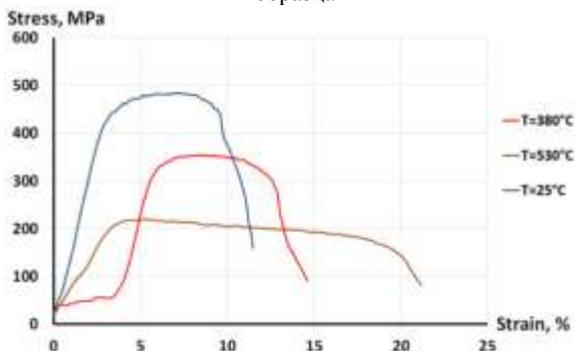


Рис. 31 – Графики испытаний на растяжение при разных температурах УМЗ зоны

6 Облучение тяжелыми ионами УМЗ циркония с целью моделирования повреждения осколками деления ядерного топлива и определения пригодности материала для использования в ядерных реакторах.

6.1 Программа испытания полученного материала на ускорителе.

В исследовании проведено моделирование радиационных повреждений ультрамелкозернистого циркония марки Э110 с использованием тяжелых ионов на ускорительном комплексе ДЦ-60 в Астанинском филиале Института ядерной физики. Облучение ионами криптона $^{86}\text{Kr}^{15+}$ при энергии 17,1 кэВ и различных флюенсах ($5 \cdot 10^{13}$, $5 \cdot 10^{14}$ и $5 \cdot 10^{15}$ ион/см²) позволило воспроизвести каскады смещений, аналогичные повреждениям от нейтронного воздействия, при этом исключив наведённую активность материала. Методика обеспечила накопление высоких доз за короткое время и возможность контролируемо изменять условия облучения.

Для экспериментов использовались образцы в виде пластин толщиной 1 мм, вырезанных из прутков диаметром 15 мм (с УМЗ-структурой) и 35 мм (с исходной структурой). Такая конфигурация позволила исследовать полный градиент микроструктуры, а также провести сравнительный анализ исходного и упрочнённого состояния. Дополнительно были подготовлены ПЭМ-диски диаметром 3 мм для анализа тонкой структуры и два комплекта пластин для EBSD-картирования, наноиндентирования и измерения микротвёрдости.

Закрепление образцов осуществлялось на водоохлаждаемый мишенедержатель в камере облучения канала №3 ускорителя, что обеспечивало стабильную температуру и равномерность воздействия. Контроль параметров пучка показал однородность распределения плотности частиц по поверхности не хуже 10%, при максимальном угле входа ионов в мишень менее 3° . Расчётная глубина проникновения составляла около 13 мкм, что ограничивает зону повреждений поверхностным слоем материала.

Выбранный подход позволил имитировать радиационное воздействие в условиях, где проведение экспериментов с нейтронами сопряжено с длительными сроками и строгими требованиями к обращению с радиоактивными образцами. Несмотря на ограничение глубиной повреждений, ионное облучение в сочетании с методами локального анализа (наноиндентирование, ПЭМ, EBSD) является эффективным инструментом для изучения устойчивости микроструктуры и свойств конструкционных материалов реакторного назначения.



Рис. 32 - Камера облучения канала №3 и мишенедержатель ускорителя ДЦ-60 с установленной сборкой образцов.

6.2 Исследование эволюции тонкой структуры УМЗ циркония после облучения

В работе рассмотрены результаты исследования тонкой структуры циркониевых образцов после облучения тяжёлыми ионами. Для анализа использовались заранее подготовленные и картированные ПЭМ-образцы, что обусловлено невозможностью последующей подготовки тонких фольг из массивных облучённых заготовок и ограниченной возможностью привязки локальных изменений к конкретным областям структуры. Такой подход

позволил провести сравнительный анализ характерных радиационных изменений в ультрамелкозернистой и исходной структурах.

Исследование показало, что при максимальном флюенсе $5 \cdot 10^{14}$ ион/см² как в УМЗ, так и в исходном материале наблюдается сильное повреждение тонких областей. Это проявлялось в исчезновении прозрачных зон, изменении геометрии края и разрушении тонких участков. При среднем флюенсе $5 \cdot 10^{13}$ ион/см² также отмечалось значительное сокращение прозрачных областей, рост толщины аморфизированного слоя и ухудшение условий для анализа. В исходных образцах фиксировалось частичное размывание межзеренных границ дефектами, в то время как УМЗ материал продемонстрировал более устойчивое состояние.

На минимальном уровне облучения ($5 \cdot 10^{13}$ ион/см²) существенных изменений структуры выявлено не было: дислокационная сетка сохранялась, хотя фиксировалось некоторое её уплотнение и поверхностная аморфизация. При этом в отдельных случаях в образцах с флюенсом $5 \cdot 10^{14}$ ион/см² наблюдались точечные дефекты, локализованные вблизи дислокаций, что подтверждает начало радиационно-индуцированных изменений.

Общий вид тонкой области пригодной для ПЭМ-исследования показывает непригодность для изучения образцов облученных с максимальным флюенсом $5 \cdot 10^{15}$ ион/см² как для исходного материала, так и для УМЗ. Вся тонкая область очень сильно повреждена. Причем это заметно не только визуальным отсутствием прозрачных областей, но и существенным изменением геометрии края в сторону его выравнивания и отрывания (отпадания) выступающих тонких участков.

6.3 Исследование изменения модуля Юнга методом наноиндентирования

Для оценки влияния облучения тяжёлыми ионами на механические свойства ультрамелкозернистого циркония марки Э110 использовалось наноиндентирование. В отличие от традиционных методов твердомерии, данный подход основан не на измерении отпечатка, а на регистрации пути индентора, что позволяет исследовать упругие и непластичные материалы и дополнительно определять модуль Юнга. Методика требует минимальной подготовки образцов, даёт возможность собирать большой объём статистических данных и особенно эффективна при исследовании поверхностных слоёв толщиной всего несколько микрон.

Испытания проводились на системе TI Premier (Bruker) с индентором Берковича при нагрузке 10000 μ Н. Для каждого образца формировалось по пять областей вдоль поперечного сечения прутка, каждая из которых содержала по 25 отпечатков. Анализ кривых нагружения и разгрузки выполнялся методом Оливера–Фарра в пакете TriboScan, что позволило определить приведённый модуль упругости и пересчитать его в модуль Юнга.

Результаты показали, что с ростом флюенса облучения значения модуля Юнга систематически увеличиваются. По сечению прутка сохраняется

выраженный градиент: наибольшие изменения фиксировались в центральной зоне, тогда как в периферийной ультрамелкозернистой области повышение модуля было менее выраженным. При малых дозах наблюдались нетипичные колебания, что можно объяснить процессами аннигиляции дислокаций при слабом воздействии. С дальнейшим ростом флюенса дефекты вновь накапливались, вызывая рост жёсткости материала.

Полученные данные подтверждают, что ультрамелкозернистое состояние циркония характеризуется более высокой радиационной стойкостью: при равномерном повышении модуля Юнга по всему сечению именно УМЗ область демонстрировала меньшую чувствительность к накоплению дефектов по сравнению с исходной структурой.

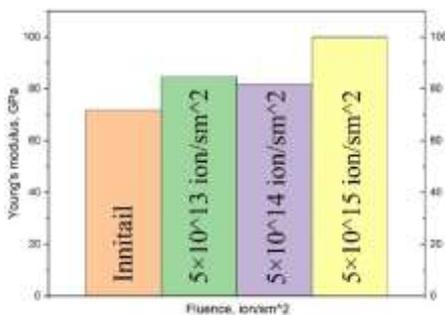


Рис. 33 –Модуль Юнга для УМЗ зоны до и после облучения

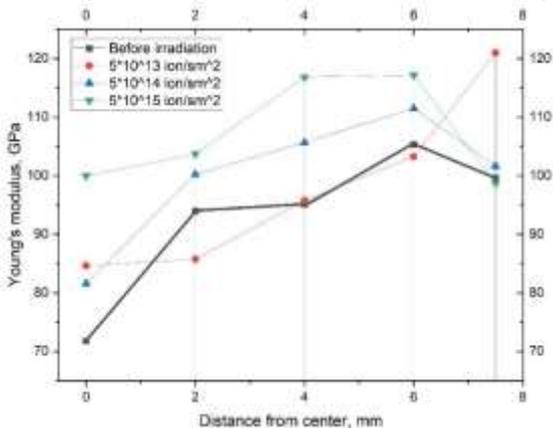


Рис. 34 - Модуль Юнга по сечению образцов

6.4 Исследование изменения микротвёрдости по Виккерсу (HV).

Схема проведения анализа микротвёрдости облучённых образцов полностью соответствовала методике наноиндентирования. Измерения выполнялись в пяти характерных точках по радиусу поперечного сечения образца, для каждой точки проводилось по пять испытаний, что дало в сумме

25 измерений на один образец и 100 измерений для всей серии. Микротвёрдость определяли методом Виккерса на приборе Shimadzu HMV-G (Япония) при нагрузке HV 0,5 (4,903 Н) и выдержке 5 секунд. Выбор малой нагрузки позволил ограничить глубину отпечатка сопоставимым с толщиной радиационно-повреждённого слоя (≈ 13 мкм).

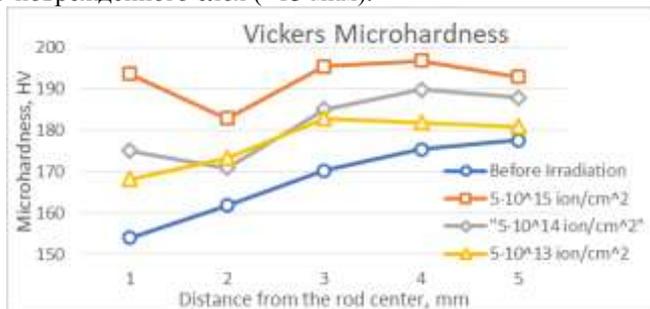


Рис. 35 – Микротвёрдость HV по сечению прутка

Полученные результаты показали полное согласие с данными наноиндентирования: сохраняется выраженный градиент свойств по сечению и фиксируется рост микротвёрдости с увеличением флюенса. Наибольшие изменения свойств наблюдаются в центральной части прутка, которая испытывала наименьшую степень пластической деформации при подготовке материала. В периферийной ультрамелкозернистой области свойства изменяются значительно слабее, что указывает на её устойчивость к радиационному упрочнению.

Количественный анализ показал, что для обычной деформированной текстуры разница свойств составила 39 HV (25%), тогда как для ультрамелкозернистой структуры – лишь 15 HV (8%). Это свидетельствует о существенно большей радиационной стойкости УМЗ циркония и указывает на его перспективность как конструкционного материала, менее подверженного радиационно-индуцированному упрочнению и сопутствующим деградационным процессам.

Заключение

В ходе проведённого исследования была решена прикладная научная задача, связанная с разработкой и экспериментальной проверкой технологии формирования ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры в циркониевых сплавах с использованием методов интенсивной пластической деформации, в частности радиально-сдвиговой прокатки (РСП), с последующим анализом структурных и эксплуатационных характеристик полученного материала. Работа охватывает весь цикл исследований: от обоснования научной значимости и актуальности, теоретического моделирования процессов, разработки технологических режимов до полномасштабных экспериментов, комплексной микроструктурной и механической

характеристики, а также оценки радиационной стойкости полученного материала.

Актуальность работы обусловлена необходимостью повышения эксплуатационных характеристик конструкционных материалов активной зоны ядерных реакторов, таких как твэловые оболочки из циркониевых сплавов. Современные тенденции в развитии ядерной энергетики требуют использования материалов, способных выдерживать экстремальные условия эксплуатации: высокие температуры, интенсивный нейтронный поток, агрессивную химическую среду и многолетнюю наработку. Существенными ограничениями традиционных циркониевых материалов являются деградация свойств под облучением, радиационный рост, ползучесть, формирование хрупких гидридов, коррозия и трещинообразование.

В рамках работы предложено использование УМЗ-структуры как эффективного подхода к улучшению характеристик циркониевых сплавов. Обоснована физическая природа повышения прочностных и радиационно-стойких характеристик при снижении размера зерна до ультрамелкого уровня. Установлено, что высокодисперсная структура способствует эффективному подавлению радиационно-индуцированных дефектов за счёт увеличения плотности границ зерен и активации механизмов самозаживления структуры, связанных с граничными миграциями и поглощением вакансий.

Ключевым элементом диссертационного исследования стало применение метода радиально-сдвиговой прокатки (РСП), обладающего уникальной способностью реализовывать большие пластические деформации с ярко выраженными сдвиговыми компонентами и вихревым течением металла в объёме заготовки. Это обеспечило не только значительное измельчение зерна, но и формирование градиентной структуры по сечению образца, сочетающей УМЗ-состояние в периферийной зоне с субмикроструктурной или рекристаллизованной структурой в центральной области. Такой подход позволил достичь повышенных механических характеристик при сохранении достаточной пластичности. В результате проведённого компьютерного моделирования методом конечных элементов (МКЭ) в программе DEFORM-3D была разработана модель процесса РСП, позволяющая анализировать напряжённо-деформированное состояние заготовки в условиях высокой интенсивности деформации. В ходе расчётов определены оптимальные параметры прокатки, включая температуру, скорость вращения валков, геометрию рабочих органов и коэффициент трения. Результаты моделирования стали основой для проектирования экспериментальных режимов и верификации модели.

Экспериментальная часть работы включает серию прокаток циркониевых заготовок (сплав Э110) на промышленных установках РСП-10/30 и РСП-14/30. Полученные образцы были подвергнуты комплексному анализу структуры и свойств. Электронно-сканирующая микроскопия (SEM/EBSD) и просвечивающая электронная микроскопия (ТЕМ) позволили исследовать эволюцию микроструктуры, выявить характер распределения размеров зерна,

типы границ, наличие субструктурных элементов и текстурные особенности. Установлено, что доля УМЗ-структуры в поперечном сечении заготовки может достигать до 35-40% внешнего слоя, формируя чёткую градиентную морфологию. Проведённый анализ кристаллографической текстуры с использованием метода EBSD позволил определить ориентации зерен и рассчитать параметры Кернса, отражающие степень анизотропии материала. Было установлено, что в процессе РСП формируется преимущественно радиально-базальная текстура, благоприятная с точки зрения устойчивости к радиационному росту. Данные по параметрам Кернса (f_R – radial, f_T – transverse, f_L – longitudinal) свидетельствуют о близости полученной текстуры к оптимальной для ядерных оболочек.

Механические свойства образцов были оценены методами статического растяжения и измерения микротвёрдости. Полученные значения предела прочности и микротвёрдости показывают более чем двукратное повышение прочности по сравнению с исходным материалом при сохранении достаточной пластичности. Наблюдалась отчётливая корреляция между локальной микроструктурой и твёрдостью: зоны с УМЗ-структурой демонстрировали наивысшие значения. Важной частью работы стало моделирование радиационных повреждений посредством облучения тяжёлыми ионами на ускорителе ДЦ-60. Такая методология позволяет воспроизводить эффекты, аналогичные повреждению осколками деления ядерного топлива. После облучения проводился повторный анализ микроструктуры и механических свойств. Установлено, что материал с УМЗ-структурой сохраняет стабильную морфологию, демонстрирует умеренное радиационное упрочнение, не сопровождающееся хрупкостью, и устойчивость модуля Юнга, что говорит о перспективности данного материала для длительной эксплуатации в реакторах.

Также были проведены эксперименты по сравнению с равноканальным угловым прессованием (РКУП) как референсным методом получения УМЗ-структуры. Было показано, что структура, полученная методом РСП, обладает аналогичной степенью измельчения зерна, но обладает более благоприятной градиентной морфологией и более технологичной масштабируемостью.

Дополнительно изучалась возможность использования РСП для обработки слитков циркония с литейной структурой. Установлено, что метод РСП обладает способностью эффективно закрывать усадочные и микропористые дефекты за счёт интенсификации пластического течения в объёме заготовки. Применение РКУП на литой структуре также показало частичное закрытие дефектов, однако требует дополнительных шагов подготовки. Проведены исследования влияния температуры на стабильность полученной УМЗ-структуры и механических характеристик. Было выявлено, что при температурах до 400 °С структура остаётся стабильной, а механические свойства сохраняются на высоком уровне. При дальнейшем нагреве наблюдаются признаки рекристаллизации и роста зерна, сопровождающиеся снижением твёрдости и прочности.

Таким образом, в результате проведённого исследования:

- Разработана и верифицирована технология формирования УМЗ-структуры в сплаве Zr-1%Nb методом РСП.
- Подтверждена возможность получения длинномерных заготовок с градиентной структурой и высокой степенью измельчения зерна.
- Установлена корреляция между структурой, текстурой и механическими свойствами.
- Получены высокодетализированные карты текстуры и микроструктуры, включая параметры Кернса.
- Подтверждена высокая радиационная стойкость УМЗ-циркония после ионного облучения.
- Подтверждена возможность масштабируемости и применимости технологии РСП в промышленной среде.
- Научная новизна исследования заключается в системном подходе к изучению технологии РСП циркониевых сплавов, включающем моделирование, эксперимент, микроструктурный анализ, испытания на механические свойства и радиационную стойкость. Работа содержит оригинальные результаты, не имеющие аналогов в доступной научной литературе.
- Практическая значимость подтверждена возможностью применения предложенной технологии для промышленного производства конструкционных материалов активной зоны реакторов нового поколения. Полученные данные могут использоваться при разработке новых топливных сборок с повышенным сроком службы и безопасностью.

Таким образом, поставленные в диссертации цели достигнуты, задачи решены, а полученные результаты представляют собой ценный вклад в развитие материаловедения и технологий ядерной энергетики. Работа обладает высокой степенью завершенности, внутренней логикой, научной обоснованностью и экспериментальной достоверностью.

Научная новизна:

- в работе с помощью конечно-элементного компьютерного моделирования исследованы закономерности формирования напряженно деформированного состояния в процессе радиально-сдвиговой прокатки сплавов на основе циркония и влияния на него влияния геометрических и технологических параметров.
- Проведен эксперимент с варьированием технологических параметров процесса РСП и найдены оптимальные параметры для получения УМЗ структуры.
- С высокой детализацией вдоль всего сечения был исследован весь процесс эволюции микроструктуры на всех этапах получения под воздействием высоких сдвиговых деформаций и вихревого течения металла реализуемых методом РСП.
- Было проведено облучение тяжелыми ионами градиентной структуры, полученной методом РСП для моделирования повреждения осколками

деления и изучены изменения механических свойств и эволюции тонкой структуры.

Теоретическая значимость исследования: исследована возможность успешного применения такого метода как РСП к циркониевому сплавам Э110 и. Изучены закономерности формирования УМЗ структуры и эволюции улучшения и механических свойств в полученных образцах.

Практическая значимость: Заключается в обосновании потенциальной возможности применения РСП прокатки для изготовления высококачественных деталей с повышенными эксплуатационными свойствами для использования в активной зоне ядерных реакторов.

ВКЛАД В ДИСЕРТАЦИЮ

Диссертационная работа охватывает весь исследовательский цикл: от обоснования научной значимости и актуальности темы, теоретического моделирования процессов и разработки технологических режимов до полномасштабных экспериментов, комплексной микроструктурной и механической характеризации и оценки радиационной стойкости полученного материала.

На основе полученных результатов проведенных исследований можно определить следующие вклады.

Научные вклады:

1. Создан и реализован оригинальный научный системный подход к изучению технологии радиально-сдвиговой прокатки как метода интенсивной пластической деформации циркониевых сплавов, включающий: моделирование, экспериментальную прокатку, микроструктурный анализ, анализ механических свойств и испытание радиационной стойкости. Получены оригинальные результаты, не имеющие аналогов в существующей научной литературе.
2. Исследована возможность успешного применения метода РСП к циркониевому сплаву Э110. Изучены закономерности формирования и эволюции УМЗ структуры и их влияния на механические свойства в полученных образцах. Полученные данные расширяют фундаментальные представления о механизмах формирования зёрненной структуры и текстуры в циркониевых сплавах при РСП.
3. Обоснованы физические механизмы повышения прочностных свойств и радиационной стойкости при снижении размера зерна до УМЗ уровня. Установлено, что высокая плотность границ зерен способствует формированию устойчивой структуры и улучшению комплекса свойств материала.

Научно-прикладные вклады

Разработана и экспериментально подтверждена технология формирования ультрамелкозернистой структуры в циркониевых сплавах методов интенсивной пластической деформации, в частности радиально-сдвиговой прокаткой (РСП), с последующим анализом структурных и эксплуатационных характеристик полученного материала:

1. Создана модель процесса РСП с помощью метода конечных элементов в программе DEFORM-3D. Проанализировано напряженно-деформационное состояние заготовки исследуемого циркониевого сплава (Э110–Zr-1%Nb) в условиях высокой интенсивности деформации. Определены оптимальные параметры прокатки, включая температуру заготовки, скорость вращения валков, уровень единичных обжатий и коэффициент трения. Результаты моделирования стали основой для проектирования экспериментальных режимов и верификации модели.
2. Экспериментально установлено, что радиально-сдвиговая прокатка (РСП), обладающая уникальной способностью реализовывать большие пластические деформации с ярко выраженной сдвиговой компонентой и вихревым течением металла в объёме заготовки, может успешно использоваться для получения ультрамелкозернистой структуры в исследуемом циркониевом сплаве. Такой подход позволил достичь повышенных механических характеристик при сохранении удовлетворительной пластичности.
3. С высокой степенью детализации по всему поперечному сечению прутков исследована эволюция микроструктуры на всех стадиях радиально-сдвиговой прокатки, сопровождающейся значительными сдвиговыми деформациями и вихревым течением металла. Для анализа структуры применены методы электронной сканирующей микроскопии (SEM/EBSD) и просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ):
 - а. Установлена эволюция микроструктуры, выявлен характер распределения размеров зерна, типы границ, наличие субструктурных элементов и текстурные особенности;
 - б. Установлено, что доля УМЗ-структуры в поперечном сечении заготовки может достигать до 35-40% внешнего слоя, формируя чёткую градиентную морфологию, сочетающей УМЗ-состояние в периферийной зоне с субмикроструктурной или рекристаллизованной структурой в центральной области.
 - с. С помощью EBSD - анализа были получены высоко детализированные карты микроструктуры и текстуры, а также определена ориентации зерен и получены параметры Кернса, отражающие степень анизотропии материала. Было установлено, что в процессе РСП формируется преимущественно радиально-базальная текстура в центре прутка, и нетипичная для прокатки текстура с преобладанием осевого базального компонента в поверхностных слоях.

4. Установлены и оценены механические свойства полученных путем РСП прутков посредством испытаний на статическое растяжение и измерений микротвердости в поперечном сечении прутков.
 - а. Установлено повышение прочности по сравнению с исходным материалом при сохранении достаточной пластичности.
 - б. Установлена четкая корреляция между локальной микроструктурой и микротвердостью, причем зоны с УФЗ-структурой демонстрируют самые высокие значения.
5. Сравнимые результаты применения равноканального углового прессования в качестве референтного метода получения УМЗ-структуры с результатами радиально-сдвиговой прокатки для получения циркониевого сплава с ультрамелкозернистой структурой, установлено, что радиально-сдвиговая прокатка позволяет получить структуру металла, которая с обладает аналогичной степенью измельчения зерна при меньшем количестве проходов. При этом обладает градиентным характером и специфической потенциально благоприятной текстурой. Кроме того, обладает лучшей технологической масштабируемостью.
6. Изучена возможность использования РСП для обработки слитков циркония с литейной структурой. Установлено, что метод РСП обладает способностью эффективно закрывать усадочные и макропористые дефекты за счёт интенсификации пластического течения в объёме заготовки. Применение РКУП на литой структуре также показало частичное закрытие дефектов, однако требует дополнительных шагов подготовки.
7. Смоделировано радиационное повреждение сплава посредством облучения тяжёлыми ионами на ускорителе ДЦ-60. Такая методология позволяет воспроизводить эффекты, аналогичные повреждению осколками деления ядерного топлива. Установлено, что полученный циркониевый сплав с УМЗ-структурой сохраняет стабильную морфологию, демонстрирует умеренное радиационное упрочнение, не сопровождающееся хрупкостью, и устойчивость модуля Юнга, что говорит о перспективности данного материала для длительной эксплуатации в реакторах.
8. Установлено влияние температуры на стабильность получаемой УМЗ структуры и механические свойства. Было выявлено, что при температурах до 400 °С структура остаётся стабильной, а механические свойства сохраняются на высоком уровне. При дальнейшем нагреве наблюдаются признаки рекристаллизации и роста зерна, сопровождающиеся снижением твёрдости и прочности.

Прикладные вклады:

1. Экспериментально подтверждена возможность производства длинномерных деталей (прутков) различного диаметра из циркониевого сплава путем применения разработанной технологии РСП, получая прутки с градиентной структурой и высокой степенью измельчения зерна.
2. Предлагаемая технология применима для промышленного производства конструкционных материалов с улучшенными эксплуатационными свойствами. УМЗ структура поверхностных слоёв заготовки вместе с нетипичной для катанных изделий кристаллографической текстурой в результате РСП открывает новые перспективы сфере создания высокоэффективных материалов для ядерной энергетики, с повышенной радиационной стойкостью, и высокими механическими свойствами при длительной эксплуатации. Полученные данные могут использоваться при разработке новых технологий производства топливных трубок с повышенным сроком службы и безопасностью.

УЧАСТИЯ И ПУБЛИКАЦИИ

Научные публикации на тему диссертации:

1. Arbuz A., Kawalek A., Ozhmegov K., Panin E., Magzhanov M., Lutchenko N., Yurchenko V., *Obtaining an Equiaxed Ultrafine-Grained State of the Longlength Bulk Zirconium Alloy Bars by Extralarge Shear Deformations with a Vortex Metal Flow*, *Materials* 2023, 16(3), 1062; pp. 1-14; <https://doi.org/10.3390/ma16031062>
2. Arbuz A.S., Popov F.E., Panichkin A.V., Kawalek A., Lutchenko N.A., Ozhmegov K. *Using the Radial-Shear Rolling Method for Casted Zirconium Alloy Ingot Structure Improvement* *Materials* 2024, 17(20), 5078; pp. 1-17; <https://doi.org/10.3390/ma17205078>; eISSN 1996-1944, Published by MDPI
3. Lutchenko, N., Yordanova, R., Arbuz, A., Study of the effect of equal-channel angular pressing on the closure of casting defects in zirconium alloys, *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, 2025, 60(2), pp. 345–358; ISSN 1314-7471
4. Alexandr Arbuz, Nikita Lutchenko, Rozina Yordanova, FEM Method Study of the Advanced ECAP Die Channel and Tool Design, *Modelling* 2025, 6(1), 19; pp. 1-14; <https://doi.org/10.3390/modelling6010019>; eISSN 2673-3951, Published by MDPI
5. Арбуз А., Лутченко Н., Панин Е., Лепсибаев А., Магжанов М., Использование МКЭ для моделирования радиально-сдвиговой прокатки сплава Zr-1%Nb, *Вестник КазНТУ (Казахский национальный исследовательский технический университет имени К.И. Сатпаева)*, 2020. № 5 (141), 701-707; ISSN 1680-9211
6. Лутченко Н.А., Арбуз А.С., Кавалек А.А., Панин Е.А., Попов Ф.Е., Магжанов М.К. Изучение влияния больших сдвиговых деформаций и вихревого течения металла на формирование равноосной ультрамелкозернистой структуры циркониевого сплава Э110 методом РСР. *Литье и металлургия*. 2023;(1): 128-134. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-1-128-134>; ISSN 1683-6065

Основные результаты исследования были доложены и обсуждены на следующих конференциях:

1. Arbuz A., Kawalek A., Ozhmegov K., Lutchenko N., Panin E. FEM-simulation of radial-shear rolling of Zr-1%Nb alloy // 6th International conference on recent trends in structural materials (COMAT 2020), – Pilsen, 2020.
2. Panin E., Dikov A., Lutchenko N., Samokhvalov I., Magzhanov M. Arbuz A., FEM simulation of fuel element under loading with the UFG zirconium properties // 3rd International Conference on Functional Materials and Applied Technologies (FMAT-2021), – Harbin, 2020.

3. Arbutz A., Panin E., Kawalek A., Samokhvalov I., Lutchenko N., Magzhanov M. FEM simulation of Zr-1%Nb alloy processing by radial-shear rolling // The 7th Nuclear Materials Conference 2022 (NuMat-2022), – Gent, 2020.
4. Магжанов М.К., Панин Е.А., Попов Ф.Е., Лутченко Н.А., Куис Д.В., Арбуз А.С. Моделирование вихревого пластического течения циркониевого сплава Э110 на основе пластометрических исследований // XXXV Международная научная конференция «Математические Методы в Технике и Технологиях - ММТТ-35». – Минск, 2022
5. Lutchenko N.A., Arbutz A.S., Popov F.E., Samokhvalov I.A. FEM-simulation analysis of spherical cavity escap design at different channel angles // 32nd International Conference on Metallurgy and materials «Metal 2023». – Brno, 2023. - P223-227
6. Н. Лутченко, А. Арбуз, Р. Йорданова, *Построяване и анализ на деформационните криви “напрежение – деформация” на сплав Zr-1%Nb сплав, получени при едноосен натиск*, Сборник с резюмета от XXII Научна постерна сесия за млади учени, докторанти и студенти, ХТМУ, София, 20 юни 2025, стр.62, ISSN 3033-0769
7. Н. Лутченко, А. Арбуз, Р. Йорданова, С. Янкова, Б. Янков, *Изследване влиянието на температурно-скоростните условия на деформация върху свойствата на Zr-1%Nb сплав при изпитване на едноосен натиск*, Международна конференция, "Дни на Безразрушителния контрол", 9-13 юни 2025, Созопол, България
8. А. С. Арбуз, Н. А. Лутченко, Ф. Е. Попов, С. Н. Лежнев, И. Е. Волокитина, *Применение радиально-сдвиговой прокатки для улучшения микроструктуры циркониевых сплавов*, Сборник с резюмета от XI международная конференция Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала 6–10 октября 2025 г., г. Курчатова, Казахстан

Связь диссертационной работы с научными исследовательскими программами:

1. Исследование профинансированное Министерством образования и науки Республики Казахстан – *«Разработка технологии получения и исследования перспектив применения ультра мелкозернистого циркония с улучшенными механическими свойствами и повышенной радиационной стойкостью в ядерной энергетике»*; Грант № AP08052429
2. Исследование профинансированное Министерством образования и науки Республики Казахстан – *«Исследования и разработка новой технологии производства высококачественных заглушек ТВЭЛов из некондиционных частей слитков для ядерной энергетики»*; Грант № AP14871811
3. Договор с НИС при ХТМУ № 403-09/2025 *«Изследване на влиянието на температурата и скоростта на деформация върху свойствата на Zr-1%Nb сплав при изпитване на едноосен натиск»*, 2025, р-л дог. проф. д-р инж. Розина Йорданова