Государственная корпорация по атомной энергии «Росатом» ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт

неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» (АО «ВНИИНМ»)

САБЛИН МИХАИЛ НИКОЛАЕВИЧ

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ И ТЕРМОДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА КОРРОЗИЮ И РАДИАЦИОННОЕ ФОРМОИЗМЕНЕНИЕ НАПРАВЛЯЮЩИХ КАНАЛОВ ИЗ СПЛАВА Э635

Специальность – 2.6.1

«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Автореферат диссертации на соискание учёной степени кандидата технических наук

Научный руководитель доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой НИТУ «МИСИС» Никулин Сергей Анатольевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

<u>Актуальность</u>. Основным типом атомных реакторов, эксплуатируемых в России, являются водо-водяные энергетические реакторы (ВВЭР). С целью повышения их технико-экономических показателей предусматривается повышение мощности (до 107 % от номинальной) и увеличение глубины выгорания топлива (до 75 MBT×сут/кгU) в серийных промышленных реакторах ВВЭР-1000. Введены и вводятся в эксплуатацию более мощные (тепловая мощность 3200 MBT) реакторы типа ВВЭР-1200, а также ВВЭР-1300. Повышение мощности реакторов (и связанное с этим повышение температуры теплоносителя и создание условий для его поверхностного кипения), а также увеличение глубины выгорания топлива (длительности контакта комплектующих ТВС с теплоносителем) приводит к ускорению коррозии и формоизменения циркониевых сплавов и может стать фактором, ограничивающим их ресурс.

В таких условиях является актуальным повышение коррозионной и деформационной стойкости циркониевых комплектующих штатных и совершенствуемых ТВС реакторов ВВЭР-1000, ВВЭР-1200 и ВВЭР-1300 и обеспечение их промышленного производства.

Циркониевый сплав Э635 (Zr-1%Nb-1,2%Sn-0,35 Fe) серийно используется для изготовления уголков силового каркаса, направляющих каналов и центральных труб в TBC реактора BBЭP-1000, направляющих каналов и уголков в бесчехловых кассетах третьего поколения (PK-3) реактора BBЭP-440, а также инструментальных каналов и центральных труб в TBC BBЭP-1200. Сплав Э635 характеризуется многофазной структурой, важным элементом которой являются частицы интерметаллидов, размер которых оказывает влияние на коррозионную стойкость сплава. В структуре промышленных изделий из сплава Э635 (трубы, листы, прутки), помимо фазы Лавеса, наблюдаются более крупные выделения частиц T-фазы ((Zr,Nb)₂Fe, ГЦК) размером до 1 мкм. Поэтому, при оценке влияния частиц интерметаллидов на коррозию сплава, в структуре которого сосуществуют интерметаллиды разных типов, должен быть учтен не только размер интерметаллидов, но и их состав. В диссертационной работе исследованы условия формирования и влияние состава и распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость сплава Э635.

Для изготовления НК и ЦТ сплав Э635 используется в частично-рекристаллизованном структурном состоянии. Одним из возможных путей улучшения стойкости сплава Э635 к формоизменению является повышение его степени рекристаллизации. Данные по влиянию степени рекристаллизации на механические свойства и стойкость к радиационной ползучести циркониевых сплавов в реакторных условиях (под действием нейтронного облучения) весьма ограничены, что потребовало проведения реакторных исследований сплава в различных структурных состояниях.

В экспортных конструкциях ТВС ВВЭР-1000 и ТВС-КВАДРАТ (для реакторов PWR) предусмотрено использование труб направляющих каналов с гидротормозом (НК с ГТ). НК с ГТ представляют собой трубу переменного сечения с увеличенной толщиной стенки в нижней ее части при сохранении наружного диаметра. Контрольные испытания опытных труб после предварительного наводораживанию выявили радиальную ориентацию гидридов в нижней ее части (зона гидротормоза), обусловленную формированием тангенциальной текстуры, что потребовало изучения влияния текстуры на коррозию и стойкость таких труб к радиационному формоизменению.

На момент начала работы данных о влиянии состава частиц интерметаллидов, а также степени рекристаллизации и текстуры на коррозию и радиационное формоизменение сплава было недостаточно для совершенствования структуры и деформационно-термической обработки сплава Э635.

Актуальность диссертационной работы подтверждена выполнением её в рамках «Программы реализации стратегии топливной кампании в части ядерного топлива на период 2021-2030 г.г.», «Программы научно-технических работ по реализации коммерческих поставок топлива ТВС-КВАДРАТ на АЭС «Ringhals»» и программы «Развитие циркониевых материалов и технологий для атомной энергетики на период 2022-2026 годы».

<u>Цель работы</u> - повышение коррозионной и деформационной стойкости комплектующих ТВС из сплава Э635 для штатных и перспективных реакторов ВВЭР.

Задачи работы:

- установить влияние состава и равномерности распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость сплава Э635;

- определить условия образования частиц интерметаллидов;

- определить режимы термической обработки, обеспечивающие образование мелкодисперсной структуры труб из сплава Э635;

- установить влияние степени рекристаллизации на кратковременные и длительные механические свойства сплава Э635 после нейтронного облучения, а также стойкость к радиационному росту;

 установить влияние текстуры и радиально-ориентированных гидридов в структуре сплава
Э635 на его коррозионную стойкость и стойкость к формоизменению, определяемую характеристиками стойкости к радиационной ползучести, радиационному росту и кратковременными механическими свойствами.

Научная новизна работы:

- впервые показано, что наличие частиц выделений Т-фазы в структуре сплава Э635 не только снижает его пластичность и вязкость, но и коррозионную стойкость;

показано, что образование частиц Т-фазы в сплаве Э635 возможно не только в процессе медленного охлаждения в двухфазной области, но и в однофазной области при повышении температуры отжига свыше 600 °C;

- впервые показано, что неравномерное распределение частиц фазы Лавеса в структуре изделий из сплава Э635 снижает его коррозионную стойкость;

- впервые показано, что повышение степени рекристаллизации повышает стойкость сплава Э635 к радиационной ползучести при сжатии и растяжении и не влияет на его кратковременные механические свойства и стойкость к радиационному росту;

- впервые показано, что тангенциальная текстура и радиально ориентированные выделения гидридной фазы не влияют на коррозионную стойкость сплава Э635.

Практическая ценность:

- рекомендованы и внедрены в серийное производство режимы и параметры изготовления труб из сплава Э635 с высокодисперсной микроструктурой и улучшенной коррозионной стойкостью;

- полученные данные по влиянию тангенциальной текстуры и радиальной ориентации гидридов в трубах НК с ГТ на их эксплуатационные характеристики использованы для обоснования их

использования в конструкции TBC реакторов ВВЭР-1000 и PWR и внедрения в серийное производство.

Основные положения, выносимые на защиту:

- 1. Результаты исследований модельных плоских образцов по влиянию режимов термо-деформационной обработки и структурно-фазового состояния изделий из сплава Э635 на их коррозионную стойкость.
- Результаты научно технического обоснования новых промышленных режимов деформационно-термической обработки сплава Э635 для повышения коррозионной стойкости труб НК.
- Результаты исследований по влиянию степени рекристаллизации на кратковременные механические свойства после облучения, радиационную ползучесть и радиационный рост труб из сплава Э635.
- 4. Результаты исследований по влиянию текстуры и ориентации гидридов на кратковременные и длительные механические свойства до и после облучения, коррозионную стойкость, радиационную ползучесть и радиационный рост труб из сплава Э635.

<u>Достоверность результатов</u> обеспечивается использованием современных методов исследований и высокоточного оборудования для измерений, воспроизводимостью и статистической обработкой результатов исследований, а также соответствием изготовленных труб требованиям конструкторской документации.

Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях: 4-ая Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ-2008). Москва, 2008 год; 5-ая научно-практическая конференция материаловедческих обществ России. «Цирконий: металлургия, свойства, применение». Ершово, Россия, 2008 г.; 9-ая Российская конференция по реакторному материаловедению. Димитровград, 2009 г.; Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2012). Москва 2012 г; 7-ая Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ-2014). Москва, 2014; Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2015). Москва, 2015 г.; 9-ая Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ-2018). Москва, 2018 г.; Научнотехническая конференция АО «ТВЭЛ» «Ядерное топливо нового поколения для АЭС. Результаты разработки, опыт эксплуатации и направления развития» (НТК-2018). Сочи, 2018 г.; 11-ая Евразийская научно-практическая конференция памяти М.А. Штремеля «Прочность неоднородных структур». Москва, 2023 г.; Межотраслевая научно-техническая конференция «Реакторные материалы атомной энергетики», Екатеринбург, 2023 г.; 12-ая Международная конференция по реакторному материаловедению, посвященная 60-летию материаловедческого комплекса АО «ГНЦ НИИАР», Казань, 2024 год.

<u>Публикации</u>

По теме диссертационной работы опубликована 21 работа, в том числе 8 статей в рецензируемых журналах из перечня ВАК РФ, оформлен один патент.

<u>Личный вклад автора</u>

Автор разрабатывал режимы термодеформационной обработки модельных плоских образцов из сплава Э635, позволившие получить образцы с различным размером, распределением и составом интерметаллидных частиц в структуре. Выполнял обработку и анализ экспериментальных результатов исследований модельных образцов. Принимал непосредственное участие в разработке рекомендаций по совершенствованию параметров термической обработки труб НК из сплава Э635, внедрению усовершенствованного варианта в серийное производство. Выполнял анализ и обработку данных по характеристикам структуры и механических свойств труб после различных режимов отжига в исходном состоянии (до облучения). Разрабатывал программы работ по выполнению дореакторных и реакторных испытаний труб НК в различных структурных состояниях. Выполнял анализ и обработку экспериментальных данных по характеристикам радиационной ползучести, кратковременных механических свойств после облучения и радиационного роста труб с различной степенью рекристаллизации и текстурой. Автор принимал непосредственное участие в разработке технических условий и постановке на серийное производство труб направляющих каналов с гидротормозом из сплава Э635 для различных проектов ТВС-КВАДРАТ и ТВС ВВЭР-1000.

<u>Структура диссертации</u>. Диссертация состоит из введения, пяти разделов, основных выводов, списка использованных источников из 117 наименований, всего 131 страницы текста, включая 92 рисунка и 38 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **Введении** обоснована актуальность диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследований, показана научная новизна результатов и их практическая значимость.

В Первой главе представлен аналитический обзор отечественных и зарубежных источников по теме работы. Выполнен анализ условий эксплуатации и состояния вопроса по искривлению ТВС отечественных и зарубежных легководных реакторов. Показано, что за прошедшее время удалось значительно снизить искривление НК, однако полностью избавиться от него не удалось. Рассмотрены циркониевые сплавы, применяемые для изготовления комплектующих тепловыделяющих сборок отечественных и зарубежных реакторов. Сплавы системы Zr-Nb-Sn-Fe-O являются наиболее перспективными для дальнейшего использования и разработки новых циркониевых сплавов из-за их высоких прочностных свойств и хорошей коррозионной стойкости. Формоизменение НК определяется его стойкостью к радиационному росту, радиационной ползучести и коррозии. Данные по радиационному росту сплава Э635, в основном, были получены на материале оболочечных труб. Исследования радиационного роста труб НК к моменту начала работы не проводились. Данные, полученные на оболочечных трубах, не могут быть напрямую использованы для улучшения характеристик труб направляющих каналов из-за различий в температурных условиях испытаний и отличий в деформационно-термических параметрах их изготовления. Анализ литературных данных по радиационной ползучести сплава Э635 показал, что на момент начала работы основной объем экспериментальных результатов был получен на материале оболочечных труб при испытаниях под внутренним давлением. Данные о влиянии структурного состояния на радиационную ползучесть сплава Э635 отсутствовали. Поэтому, для оценки влияния

структурного состояния на стойкость к радиационной ползучести труб для НК из сплава Э635 необходимо было выполнение их реакторных испытаний в условиях, максимально приближенных к эксплуатационным по температуре облучения и схеме нагружения. Основными факторами, оказывающими влияние на коррозию циркониевых сплавов, являются состав твердого раствора α-Zr и частиц второй фазы. Для сплавов системы Zr-Nb-Sn-Fe характерно увеличение скорости коррозии под действием нейтронного облучения, а также зависимость скорости коррозии от размера и распределения частиц интерметаллидов. В сплаве Э635 наблюдаются частицы интерметаллидов двух типов, которые отличаются по размеру и составу. Количество и концентрация Tфазы, наблюдаемой в изделиях из сплава Э635, значительно меньше, чем L-фазы, в результате чего средний размер выделений в сплаве Э635 определяется, главным образом, размером частиц L- фазы. Оценка влияния среднего размера частиц интерметаллидов на коррозию сплава, в структуре которого сосуществуют интерметаллиды двух типов, не является корректной для эффективной оценки роли структурно-фазового состояния сплава Э635 в его коррозионной стойкости. Поэтому, необходимо выполнение исследований по изучению влияния состава частиц интерметаллидов на коррозию сплава Э635.

Во второй главе приведены данные о материале и методиках, использованных для изучения структурно-фазового состояния, кратковременных и длительных механических свойств, а также коррозионной стойкости труб из сплава Э635 до и после нейтронного облучения. В качестве материала исследований были использованы плоские модельные образцы толщиной 0,5 мм, а также образцы труб наружным диаметром 12,6×10,9 мм, 12,6×11,24 мм, 12,6×10,1 мм и 12,6×8,8 мм. Химический состав заготовки для модельных образцов, а также труб НК, использованных для исследований, приведен в таблицах 1-2.

	Массовая доля элементов, %										
Sn	Fe	Nb	0	Si	Al	Ni	Cu	Be	Ca	Mn	Pb
1,28	0,37	1,1	0,09	0,061	0,0037	0,0034	0,001	0,0003	0,001	0,0003	0,005
Hf	Cd	В	Mo	K	Li	Cr	F	Cl	N	C	Zr
0,038	0,00003	0,00004	0,003	0,003	0,0007	0,003	0,003	0,0007	0,003	0,0058	97,16

Таблица 1 – Химический состав модельных образцов сплава Э635 (% мас)

Таблица 2 -	Химический	состав труб и	з сплава Э635	(% мас)
-------------	------------	---------------	---------------	---------

	Массовая доля элементов, %										
Sn	Fe	Nb	0	Si	Al	Ni	Cu	Be	Ca	Mn	Pb
1,21	0,317	1,03	0,07	0,003	0,0025	0,0042	0,00012	<0,00015	<0,0050	<0,0002	<0,0015
Hf	Cd	В	Mo	K	Li	Cr	F	Cl	Ν	C	Н
0,0026	<0,0002	0,0003	<0,0015	<0,001	<0,0001	0,00025	<0,00001	<0,0007	0,0020	0,0034	<0,0002

Варианты изготовления модельных образцов, использованных для изучения влияния состава и распределения частиц интерметаллидов на коррозию сплава Э635, показаны в таблице 3.

Вариант изготовления	Схема обработки	Степени деформации
1	β- закалка + отпуск (620 °С, 3 ч) + 4 стадии	(40-60) %
	х/д (отжиг 620 °С, 3 ч) + отжиг 530 °С, 3 ч	
2	β-закалка + отпуск (480 °С, 3 ч) + 4 стадии	(40-60) %
	х/д (отжиг 560 °С, 3 ч) + отжиг 530 °С, 3 ч	
3	β - закалка + отжиг (800 °C, 3 ч) + 4 стадии	(40-60) %
	х/д (отжиг 560 °С, 3 ч) + отжиг 530 °С, 3 ч	
4	β - закалка + отпуск (480 °C, 3 ч) + 4 стадии	40 %
	х/д (отжиг 560 °С, 3 ч) + отжиг 530 °С, 3 ч	
5	β - закалка + (отпуск 480 °С, 3 ч) + 4 стадии	60 %
	х/д (отжиг 560 °С, 3 ч) + отжиг 530 °С, 3 ч	

Таблица 3 – Варианты изготовления модельных образцов из сплава Э635

Автоклавные коррозионные испытания образцов были выполнены в деаэированной воде при температуре 330 °C и 360 °C и деаэирированном паре при температуре 400 °C. После каждых 30 суток автоклавных испытаний образцы просушивались и взвешивались с определением удельного привеса до и после испытаний. Высота образцов составляла 20 мм.

Для определения механических свойств использовалась серво-электронная испытательная машина INSTRON 8861 с климатической камерой INSTRON 408. Испытания проводились в продольном и поперечном направлении (по отношению к оси прокатки трубы) при температуре 20 и 350 °C. Скорость деформирования образцов - 1 мм/мин.

Для выполнения испытаний труб НК на радиационную ползучесть при сжатии было применено устройство автономного нагружения, находящееся непосредственно в реакторе БОР-60 в облучательном устройстве (ОУ) (рисунок 1).



1- подвеска; 2 – корпус

В качестве корпуса ОУ использовался шестигранный разборный материаловедческий пакет (МП), геометрические размеры которого соответствовали штатной ТВС реактора БОР-60, что позволило установить его в активную зону реактора. Во время испытаний поток натриевого теплоносителя первого контура реактора БОР-60 поступал во внутреннюю полость МП, контактировал с образцами и нагревал их. Для обеспечения теплоизоляции внутренней полости МП от теплового воздействия окружающих ТВС, внутри МП была предусмотрена полость, заполненная смесью воздуха и аргона. При проведении испытаний необходимо было создать в образцах труб НК сжимающие напряжения величиной до 150 МПа, что соответствовало прикладываемой к образцам нагрузке до 6800 Н. Для минимизации изменения нагрузки, прикладываемой к образцам

Рисунок 1- Типичная конструкция облучательного устройства

при внутриреакторных испытаниях на стойкость к радиационной ползучести при сжатии, в данной работе был использован метод нагружения сильфонным блоком, заполненным инертным газом при высоком давлении (рисунок 2).



1 – оболочка; 2 - заглушка; 3 – регулировочный винт; 4 – кольцо; 5 – втулка; 6 – втулка; 7 – скоба; 8 – наконечник; 9 - канал; 10 – сильфон

Рисунок 2- Конструкция блока нагрузки

Сильфонный блок предназначен для создания сжимающих напряжений величиной до 6800 Н, прикладываемых к образцам при испытании на ползучесть. Данный блок включал в себя сварной корпус, состоящий из наконечника поз. 8, оболочки поз. 1, заглушки поз. 2, регулировочного винта поз. 3, скобы поз. 7, и сварную конструкцию сильфонной камеры, состоящей из сильфона поз. 10, канала поз. 9, втулки поз. 6, кольца поз. 4, двух втулок поз. 5. Предварительно сильфонная камера заполнялась инертным газом и герметизировалась. Расчетное давление во внутренней полости сильфонной камеры соответствовало заданному усилию на образцы в условиях проведения реакторных испытаний.

На рисунке 3 представлена конструкция подвески, в которой были установлены исследуемые образцы.



1 — блок нагрузки сильфонного типа; 2 — соединительная обойма; 3 —гирлянда с образцами; 4 — кассета с образцами; 5 — кассета с мониторами температуры; 6 - штифт; 7 — стержень упорный; 8 — нагружающий шток; 9 — крышка; 10 — втулка; 11 — штифт.

Рисунок 3 - Конструкция подвески

Конструкция подвески (рисунок 3) включала в себя блок нагрузки поз. 1 с соединительной обоймой поз. 2, в которой соосно установлена гирлянда поз. 3 с трубчатыми образцами. Верхняя часть гирлянды упиралась в наконечник обоймы. В нижнюю часть гирлянды упирался нагружающий шток поз. 8.

Заданное усилие от нагружающего элемента (сильфонной камеры блока нагрузки) передавалось к гирлянде образцов посредством нагружающего штока поз. 8. При этом на образцы гирлянды воздействовало заданное сжимающее усилие. Кроме этого, в состав подвески входило шесть кассет поз. 4 с образцами без нагрузки, одна кассета поз. 5 с мониторами температуры, которые были расположены соосно обойме. В данной подвеске возможно размещение образцов наружным диаметром не более 20 мм.

В процессе проведения реакторного эксперимента, ОУ во время каждого планово-предупредительного ремонта (ППР) извлекали из реактора для проведения измерений геометрических размеров образцов. Работы с ОУ в защитной камере реактора БОР-60 включали в себя разборку/сборку ОУ, извлечение подвески с образцами, визуальный осмотр/замену сильфонного узла нагружения, разборку/сборку подвески, проведение измерений отобранных образцов и замену температурных мониторов. Для избежания рисков радиационного охрупчивания элементов нагружающего устройства осуществляли замену нагружающего устройства после каждой микрокампании облучения в реакторе БОР-60. После завершения внереакторных исследований ОУ устанавливали в реактор для продолжения облучения

Облучательное устройство (ОУ) для реакторных испытаний образцов на ползучесть при растяжении по конструкции было идентично ОУ для реакторных испытаний образцов на ползучесть при сжатии.

Исследование микроструктуры образцов выполнялось на просвечивающем электронном микроскопе JEOL JEM-2000FXII методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Определялись степень рекристаллизации, состав, концентрация и средний размер выделений частиц интерметаллидов.

Анализ текстуры готовых труб проводился на дифрактометре ДРОН-3М, оснащенном автоматизированной текстурной приставкой в хромовом фильтрованном излучении. Прямые полюсные фигуры (0002), $\{1120\}\alpha$ -Zr, а также параметры Кернса получали методом построения неполных полюсных фигур, используя программу TEXTURA-P.

Сопротивление термической ползучести труб при сжатии оценивали по результатам испытаний при одноосном нагружении в осевом направлении при температуре 330 °C, напряжении 100 МПа.

<u>В третьей главе</u> представлены результаты исследований влияния состава и распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость труб из сплава Э635, уточнению условий образования частиц Т-фазы в структуре изделий из сплава Э635 и разработке рекомендаций по режимам термической обработки, обеспечивающих образование оптимальной структуры труб из сплава Э635.

Влияние состава и распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость сплава Э635. Для решения данной задачи было разработано пять деформационно-термических вариантов изготовления модельных плоских образцов. Варианты 1,2 и 3 были использованы для оценки влияния промежуточных термообработок на процессы фазообразования. Варианты 4 и 5 были использованы для оценки влияния степени деформации на холоднопрокатном переделе на размер выделений интерметаллидов. На рисунке 4 и в таблице 4 приведены характеристики микроструктуры модельных образцов, исследованных методом ПЭМ.



а) вариант 1 б) вариант 2 в) вариант 3 г) вариант 4

Рисунок 4 – Микроструктура модельных пластинчатых образцов из сплава Э635

				=	
Номер	Фазовый	Размер	Средний	Концентрация	Объем-
варианта	состав	выделений,	размер выделений,	выделений, р,	ная доля
		HM	HM	х10 ¹⁹ м ⁻³	V, %
1	α+ L+T	12-305	69	5,9	1,01
2	α+ L	12-199	55	14,5	1,03
3	α+ L	21-227	88	4,05	1,35
4	α+ L	17-204	62	8,8	0,98
5	α+ L	13-147	51	10,2	0,68

Таблица 4 – Характеристики микроструктуры модельных плоских образцов

Наибольший средний размер интерметаллидов (69 нм) наблюдался в образцах, изготовленных по варианту №1, в котором промежуточные отжиги проводились при температуре 620 °C. В структуре таких образцов были выявлены более крупные частицы T-фазы ((Zr,Nb)₂Fe)) (размером ~ 300 нм) (рисунок 4). Снижение температуры промежуточных отжигов до 580 °С (вариант № 2) оказало положительное влияние на измельчение частиц интерметаллидов. Средний размер частиц фазы Лавеса составил 55 нм, максимальный размер не превысил 199 нм. Увеличение степени деформации по переделам (с 40 до 60 %), совместно со снижением температуры промежуточной термообработки (с 620 до 580 °C) также повлияло на измельчение интерметаллидов. Для вариантов № 4 (степень деформации по переделам 40 %) и № 5 (степень деформации по переделам 60 %) средний размер частиц фазы Лавеса составил 62 и 51 нм, соответственно (таблица 4, рисунок 4). Отжиг закаленных заготовок при 800 °С (вариант №3), приведший к образованию β-Zr фазы, способствовал образованию структуры с неравномерным распределением выделений частиц фазы Лавеса, средний размер которых составил 88 нм (таблица 4). Снижение температуры промежуточных термообработок (до 580 °C) и повышение степени деформации (до ~ 60 %) при изготовлении изделий из сплава Э635 приводят к формированию в них более мелкодисперсной микроструктуры. Наличие большого количества метастабильной β-Zr-фазы в структуре полуфабрикатов (перед холоднопрокатным переделом) может привести к неоднородному распределению частиц интерметаллидов в готовых изделиях.

Автоклавные испытания модельных образцов позволили выявить зависимость коррозии сплава Э635 от состава, размера и распределения частиц интерметаллидов в его структуре (рисунок 5).



Рисунок 5 - Зависимость толщины оксидной пленки модельных образцов из сплава Э635 от состава и размера частиц интерметаллидов после испытаний в паре (a) (T=400 °C, P=10,3 МПа) и в воде (б) (T=360 °C, P=18,6 МПа)

Присутствие в структуре изделий из сплава Э635 частиц Т-фазы и неравномерное распределение частиц фазы Лавеса ухудшает его коррозионную стойкость. Уменьшение размера частиц фазы Лавеса улучшает коррозионную стойкость сплава. Коррозионная стойкость сплава Э635 может быть повышена за счет уменьшения среднего размера и обеспечения равномерности распределения частиц фазы Лавеса и исключения образования частиц Т-фазы.

Условия образования частиц Т-фазы в структуре изделий из сплава Э635. После закалки с нагревом до температуры 1070 °С (выдержка 1 час) в сплаве наблюдается формирование мартенситной структуры корзинчатого типа (рисунок 6). Выделений частиц интерметаллидов на этой стадии обработки не выявлено.



Рисунок 6 – Микроструктура сплава Э635 после закалки

Отпуск закаленных образцов при температуре 620 °C (3 часа) приводит к выделению по границам зерен частиц фазы Лавеса (рисунок 7).



Рисунок 7 – Микроструктура сплава Э635 после закалки и отпуска

Холодная деформация (степень деформации 44,9 %) закаленно-отпущенных образцов с отжигом при температуре 620 °С приводит к выделению частиц фазы Лавеса и Т-фазы (рисунок 8).



Рисунок 8 – Микроструктура сплава Э635 после холодной деформации и отжига

Выделение частиц Т-фазы в сплаве Э635 возможно после холодной деформации и отжига при температуре 620 °C. Отжиг при температуре 580 °C не приводит к образованию этой фазы.

Определение режимов термической обработки, обеспечивающих образование оптимальной структуры труб из сплава Э635. В промышленных условиях АО ЧМЗ были изготовлены трубы Ø12,6×10,9 мм из сплава Э635 с промежуточным отжигом при пониженной до 580 °С температуры. Трубы были подвергнуты структурным исследованиям, определению кратковременных и длительных механических свойств, а также длительным автоклавным коррозионным испытаниям.

Структура готовых труб частично рекристаллизована. Степень рекристаллизации труб, изготовленных по усовершенствованному варианту составила 60 %, для труб, изготовленных по штатному варианту - 40 % (рисунок 9, таблица 5).



Штатный вариант

Рисунок 9 – Микроструктура труб Ø 12,6× 10,9 мм из сплава Э635, изготовленных по различным технологическим вариантам

Вариант	Степень	Фазовый	Размер	Размер	Концентрация
изготовления	рекристаллизации,	состав	частиц,	частиц	частиц,
	%		HM	Т-фазы, нм	×10 ¹⁹ , м ⁻³
Штатный	40	$\alpha + L + T$	<u>15-297</u>	До 369	4,5
			100		
Усовершенство-	60	$\alpha + L$	14-246	-	4,7
ванный			80		

Таблица 5–Характеристики структуры труб Ø12,6 ×10,9 мм из сплава Э635

Средний размер частиц интерметаллидов в структуре труб, изготовленных по усовершенствованному варианту, составил 80 нм, что на 20 % меньше, чем средний размер частиц интерметаллидов в структуре труб, изготовленных по штатному варианту (таблица 5). Кроме того, в структуре труб, изготовленных по штатному варианту, выявлено наличие частиц Т-фазы (рисунок 9, таблица 5). По кратковременным механическим свойствам при комнатной и повышенной (350 °C) температуре трубы из сплава Э635, вне зависимости от варианта изготовления, полностью соответствуют выставленным требованиям. Значительных различий в механических свойствах труб в зависимости от режима изготовления не выявлено.

Снижение среднего размера частиц интерметаллидов в структуре труб повысило их сопротивление термической ползучести при сжатии примерно на 30 % (рисунок 10).



Рисунок 10 – Деформация диаметральной ползучести при сжатии труб НК из сплава Э635, изготовленных по различным технологическим вариантам (T=330 °C, σ=130 МПа)

Коррозия труб, изготовленных по усовершенствованному варианту, ниже коррозии труб, изготовленных по штатному варианту на примерно 26 % (рисунок 15).



Рисунок 11 - Коррозия труб НК из сплава Э635 (T = 400 °C, P=10,3 МПа, пар)

Результаты выполненных исследований показали, что снижение размера частиц интерметаллидов в структуре труб за счет снижения температуры промежуточного отжига при их изготовлении позволило повысить коррозионную стойкость и стойкость к термической ползучести труб НК. Усовершенствованный вариант изготовления труб НК внедрен в серийное производство.

<u>В четвертой главе</u> представлены результаты исследований по выбору режима отжига, обеспечивающего полностью рекристаллизованное состояние материала труб, влиянию степени рекристаллизации материала труб на их стойкость к радиационной ползучести при сжатии и растяжении, к радиационному росту, механические свойства после облучения и изменению структуры под действием нейтронного облучения.

Определение режима финишного отжига, обеспечивающего полностью рекристаллизованное состояние материала. Для определения режима финишного отжига, обеспечивающего полностью рекристаллизованное состояние материала, были выполнены исследования микроструктуры, микротвердости и кратковременных механических свойств труб после отжигов в интервале температур (400-620) °C. Результаты металлографических и ПЭМ-исследований образцов показали, что полностью рекристаллизованное структурное состояние материала труб может быть достигнуто после отжига в интервале температуре (600-620) °С (3 часа). Аналогичные результаты были получены при исследованиях микротвердости и кратковременных механических свойств (рисунки 12-13).



Рисунок 12- Зависимость микротвердости труб из сплава Э635 от температуры отжига



Рисунок 13- Зависимость механических свойств труб в продольном (а) и поперечном (б) направлении при температуре испытаний 20 °C от температуры отжига



Рисунок 14- Зависимость механических свойств труб в продольном (а) и поперечном (б) направлении при температуре испытаний 350 °C от температуры отжига

Выполненные исследования формирования структуры, микротвердости и механических свойств труб из сплава Э635 после различных режимов отжига показали, что в интервале температур финишного отжига (600-620) °С материал труб является полностью рекристаллизованным.

На основании представленных результатов исследований для обеспечения получения рекристаллизованного структурного состояния был рекомендован и внедрен в промышленное производство режим финишного отжига труб НК из сплава Э635 – (610±10) °C, 3 ч.

Влияние степени рекристаллизации на радиационную ползучесть сплава Э635 при сжатии и растяжении. Результаты испытаний трубчатых образцов из сплава Э635 на стойкость к радиационной ползучести при сжатии (напряжение 119 МПа) и растяжении (напряжение 100 МПа) приведены на рисунке 15.



Рисунок 15 – Радиационная ползучесть при сжатии (а) и растяжении (б) (T=315-325 °C, σ = 119 МПа) труб НК из сплава Э635 в различных структурных состояниях

Деформация радиационной ползучести при сжатии труб Ø12,6×11,24 мм в частично-рекристаллизованном и рекристаллизованном состоянии составила 2,2±0,05 и 1,58±0,05 %, соответственно (F ~ (2,9-3,1)×10²² см⁻²) (рисунок 15). Деформация радиационной ползучести при растяжении труб Ø12,9×10,9 мм в частично-рекристаллизованном и рекристаллизованном состоянии достигла (2,2-2,21) и (1,48-1,5) %, соответственно (F ~ 3,2 ×10²² см⁻²). Для труб Ø12,6×11,24 мм и Ø12,6×10,1 мм деформация радиационной ползучести также снизилась при повышении степени рекристаллизации.

Повышение степени рекристаллизации материала труб с 60 до 100 % обеспечивает повышение стойкости труб к радиационной ползучести при сжатии и растяжении

Влияние степени рекристаллизации на стойкость сплава Э635 к радиационному росту. Результаты исследований по влиянию степени рекристаллизации на радиационный рост труб из сплава Э635 приведены на рисунке 16.



Рисунок 16- Деформация радиационного роста труб Ø12,9×10,9 мм из сплава Э635 в различных структурных состояниях после облучения в реакторе БОР-60 (Тобл = (315-325) °C)

ДРР труб Ø12,9×10,9 мм из сплава Э635 в частично-рекристаллизованном структурном состоянии при флюенсе (F) ~ 2,91×10²² см⁻² составила (0,13-0,15 %), а в рекристаллизованном структурном состоянии после отжига при температуре 610 °C и флюенсе (F) ~ 3,08×10²² см⁻²- (0,14-0,15 %) (рисунок 16). Аналогичные результаты были получены и для труб Ø12,6×11,24 мм и Ø12,6×10,1 мм. Влияния повышения степени рекристаллизации материала труб на их ДРР с учетом погрешности выполненных измерений не выявлено.

Влияние степени рекристаллизации на кратковременные механические свойства труб после облучения. В таблицах 6-7 приведены результаты исследований кратковременных механических свойств труб из сплава Э635 в различных структурных состояниях после нейтронного облучения в реакторе БОР-60 до флюенса (F) ~ (2,53-2,78)×10²² см⁻².

Степень рекристаллизации, %	Флюенс нейтронов (E>0,1 МэВ), 10 ²² см ⁻²	Температура испытаний, °С	$\sigma_{B}, M\Pi a$	σ _{0,2} , МПа	δ,%
60	2.71	20	911±2	793±3	3,1±0,1
00	2,71	300	756±1	667±1	3,1±0,1
100	2.64	20	910±5	808±4	2,6±2,6
	2,04	300	749±6	672±5	2,5±0,1

Таблица 6 - Механические свойства труб Ø12,9×10,9 мм (продольное направление)

Таблица 7- Механические свойства труб Ø12,9×10,9 мм (поперечное направление)

Степень рекристаллизации, %	Флюенс нейтронов (E>0,1 МэВ), 10 ²² см ⁻²	Температура испытаний, °С	σ _в , МПа	σ _{0,2} , ΜΠa	δ,%
60	2 78	20	861±9	765±6	2,6±0,4
00	2,78	300	712±5	644±7	2,1±0,5
100	2 53	20	853±12	763±7	2,8±0,4
100	2,33	300	696±5	624±2	2,2±0,5

Повышение степени рекристаллизации с 60 до 100 % не оказывает значительного влияния на характеристики прочности и пластичности труб как при комнатной, так и при повышенной температуре (таблицы 6-7). При комнатной температуре испытаний в продольном направлении (при флюенсе ~ $(2,64-2,71) \times 10^{22}$ см⁻²) значения предела прочности при повышении степени рекристаллизации практически не изменились, изменение предела текучести составило менее 11 МПа (таблица 6). При повышенной температуре (300 °C) предел прочности изменился на 7 МПа, а предел текучести на 5 МПа при тех же значениях набранного флюенсе ~ $(2,53-2,78)\times 10^{22}$ см⁻², значения предела прочности и предела прочности и предела текучести и предела текучести и предела текучести и предела текучести и также практически не измениись (изменение менее чем на 20 МПа) (таблица 7). Полученные данные показали, что повышение степени рекристаллизации материала труб с 60 до 100 % не оказывает влияния на их механические свойства после нейтронного облучения.

Влияние степени рекристаллизации на структуру труб из сплава Э635 после нейтронного облучения. В качестве материала исследований были использованы образцы труб со степенью рекристаллизации 60 и 100 %. После облучения до F ~ (2,3-2,61)×10²² см⁻² частицы фазы Лавеса претерпели частичную трансформацию в фазу β-Nb. В поверхностных слоях частично трансформированных частиц наблюдались блоки новой фазы (β-Nb), а в центре – промежуточная фаза с переходной кристаллической решёткой (рисунок 17).



Рисунок 17 – Структура фазы Лавеса в материале рекристаллизованной (а) и частично-рекристаллизованной трубы (б) после облучения (F ~ (2,3-2,6)×10²² см⁻²)

Влияния исходного структурного состояния на превращение фазы Лавеса не выявлено. В результате нейтронного облучения в материале исследованных образцов образовались частицы мелкодисперсной радиационно-индуцированной фазы. Значения размера и концентрации частиц данной фазы в исследованных образцах приведены в таблице 8.

Томпоратура	Флюенс	Радиационно-индуцированные		Радиационные	
otryupa °C	(Е>0,1МэВ),		выделени	петли	
ormita, C	10^{22}cm^{-2}	N, шт.	L _{cp} , нм	ρ, ×10 ²¹ м ⁻³	D _{cp} , нм
610.3 ц	1,01	4	3	0,4	9,6
010, 5 4	2,61	46	3,7	1,8	9,8
540 3 H	1,57	16	3,2	0,8	8,1
540, 54	2,3	57	3,4	2,3	9,3

Таблица 8 - Характеристики радиационных дефектов в образцах сплава Э635 после облучения

С увеличением флюенса нейтронов наблюдается увеличение плотности частиц радиационноиндуцированной фазы. В частности, в структуре труб в рекристаллизованном структурном состоянии при увеличении флюенса с $1,01 \times 10^{22}$ см⁻² до $2,61 \times 10^{22}$ см⁻² плотность радиационно-индуцированной фазы увеличивается с 0,4 до 1,8 м⁻³. В структуре труб в частично-рекристаллизованном состоянии при увеличении флюенса с $1,57 \times 10^{22}$ см⁻² до $2,3 \times 10^{22}$ см⁻² плотность радиационно-индуцированной фазы увеличивается с 0,8 до 2,3 м⁻³ (таблица 8). Длина радиационных петель дислокаций с увеличением флюенса нейтронов практически не меняется и находится в пределах (8,1-9,8) нм, вне зависимости от исходного структурного состояния труб.

Таким образом, влияния исходного структурного состояния сплава Э635 на выход железа из фазы Лавеса и образование радиационно-индуцированных фаз после облучения не выявлено.

<u>В пятой главе</u> представлены результаты по влиянию текстуры на механические свойства, коррозию и стойкость к радиационным ползучести и росту труб НК из сплава Э635.

В качестве материала исследований были использованы трубы Ø12,6×11,24 мм, Ø12,6×10,1 мм (зона гидротормоза НК), Ø12,6×10,9 мм и Ø12,6×8,8 мм (зона гидротормоза НК) из сплава Э635, обладающие разной текстурой (таблица 9).

Типоразмер трубы	Температура	Степень	Факторы Кернса		нса
	финишного	рекристаллизации, %			
	отжига, °С		$\mathbf{f}_{\mathbf{r}}$	\mathbf{f}_{t}	\mathbf{f}_1
Ø12,6×11,24 мм	540	60	0,54	0,36	0,10
	610	100	0,53	0,38	0,09
Ø12,6×10,1 мм	540	60	0,48	0,44	0,08
	610	100	0,45	0,45	0,10
Ø12,6×10,9 мм	580	90	0,50	0,42	0,08
Ø12,6×8,8 мм	580	90	0,44	0,46	0,10

Таблица 9 – Текстура труб из сплава Э635

Влияние текстуры на механические свойства труб после облучения. Результаты исследований механических свойств труб с различной текстурой после облучения представлены в таблицах 10-11.

Таблица 10-Механические свойства труб из сплава Э635 после облучения в реакторе БОР-60 (продольное направление)

f_t	F, (E>0,1	Степень	Температура испытаний, °С					
	МэВ),	рекристалли-		20		300		
	10 ²² см ⁻²	зации, %	σ _в ,МПа	σ _{0,2} , ΜΠa	δ, %	σ _В , МПа	σ _{0,2} ,МПа	δ,%
0,36	2,30	60	896±10	802±8	9,6±0,6	753±9,0	676±5,8	9,4±0,3
0,44	1,77		903±7	783±8	10,7±0,3	722±9,7	636±9,2	11,1±0,4
0,38	2,61	~100	877±11	784±11	9,8±0,6	716±9,4	647±6,9	7,9±0,3
0,45	2,71		921±2	812±2	$10,1\pm0,7$	763±1,6	681±1,9	11,5±0,3

Таблица 11-Механические	свойства труб из	сплава Э635	после облучени	я в реакторе БОР-60
(поперечное направление)				

f_t	F	Степень	Температура испытаний, °С					
	(E>0,1	рекристаллизации,	20			300		
	МэВ),	%	σ _в ,МПа	σ _{0,2} ,	δ ₅ , %	$\sigma_{\mathrm{B}},$	σ _{0,2} ,МПа	δ5,%
	10 ²² см ⁻²			МПа		МΠа		
0,36	2,66	60	874±4	777±13	10,5±0,4	704±1	645±2	9,1±0,7
0,44	2,34		847±2	732±2	16,4±0,2	705±2	632±2	15,9±0,5
0,38	2,82	100	864±9	760±8	10,1±0,9	703±5	646±8	8,7±1,1
0,45	2,75	100	851±5	750±13	16,1±0,3	659±4	604±10	13,0±8,2

После нейтронного облучения при увеличении ft с (0,36-0,42) до (0,44-0,46) прочностные свойства труб в продольном направлении увеличиваются (таблица 10). При испытаниях в поперечном направлении с увеличением ft с (0,36-0,42) до (0,44-0,46) наблюдается уменьшение прочностных свойств и увеличение пластических, вне зависимости от структурного состояния сплава (таблица 11).

Влияние текстуры на коррозию труб. Результаты автоклавных коррозионных испытаний труб из сплава Э635 с разной текстурой (fr=0,42 и fr=0,46) (в исходном состоянии и после предварительного наводораживания) в деаэрированном паре (при T = 400 °C, P=10,3 МПа) и воде (T=330 °C, P=13,2 МПа) показаны на рисунках 18-19.



Рисунок 18 - Коррозия труб из сплава Э635 с разной текстурой в исходном (а) и наводороженном (б,в) состоянии (T=400 °C, P=10,3 МПа, деаэрированный пар)



Рисунок 19 - Коррозия труб из сплава Э635 с разной текстурой в исходном (а) и наводороженном (б,в) состоянии (T=330 °C, P=13,2 МПа, деаэрированная вода)

Выполненные автоклавные испытания в воде и паре не выявили влияния увеличения тангенциальной компоненты текстуры с ft=0,42 до ft=0,46 и радиальной ориентации гидридов (с Fn=0,12 до Fn=0,95) на коррозионную стойкость труб из сплава Э635.

Влияние мекстуры на термическую и радиационную ползучесть труб. Результаты исследований стойкости труб (в частично-рекристаллизованном структурном состоянии) к термической ползучести (T=400 °C, σ=100 МПа) и к радиационной ползучести при сжатии труб (в частично-рекристаллизованном структурном состоянии) (T=315-325 °C, σ=100 МПа) показаны на рисунке 20.



Рисунок 20 – Зависимость деформации термической ползучести при сжатии труб из сплава Э635 (T=400 °C, σ=100 МПа)

Выполненные испытания показали увеличение стойкости к термической и радиационной ползучести труб из сплава Э635 при сжатии с увеличением тангенциальной компоненты текстуры с ft=0,42 до ft=0,46.

Влияние текстуры на радиационный рост труб. Результаты исследований по влиянию текстуры (в пределах ft=0,36-0,45 и fl=0,08-0,10) на деформацию радиационного роста труб в различных структурных состояниях приведены на рисунке 21.



Рисунок 21 – Радиационный рост труб из сплава Э635, обладающих различной текстурой, после облучения в реакторе БОР-60 (Тобл=(315-325) °C)

Деформация радиационного роста (ДРР) труб Ø12,6×11,24 мм (fl=0,10, fr=0,36) и труб Ø12,6×10,1 мм (fl=0,08, fr=0,44) в частично-рекристаллизованном структурном состоянии (степень рекристаллизации 60 %) после нейтронного облучения до флюенса нейтронов ~ (2,05-2,68)×10²² см⁻² достигла 0,11 % и (0,07-0,11) %, соответственно. ДРР труб Ø12,6×11,24 мм (fl=0,09, fr=0,38) и Ø12,6×10,1 мм (fl=0,10, fr=0,45) в полностью рекристаллизованном структурном состоянии после нейтронного облучения до флюенса нейтронов ~ (2,85-3,03)×10²² см⁻² составила (0,07-0,08) % и (0,05-0,09) %, соответственно. Представленные результаты показывают, что деформация радиационного роста труб Ø12,6×11,24 мм и Ø12,6×10,1 мм с учетом структурного состояния материала после облучения в реакторе БОР-60 при температуре (315-325) °С не отличается между собой. Отсутствие различий в деформации радиационного роста труб

Ø12,6×11,24 мм и Ø12,6×10,1 мм из сплава Э635 показывает, что деформация радиационного роста труб зависит только от изменения аксиальной компоненты текстуры.

выводы

- Комплексное исследование влияния структуры и термодеформационной обработки на коррозионную стойкость и формоизменение НК из сплава Э635 выявило условия образования частиц интерметаллидов, влияние состава и равномерности распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость и влияние степени рекристаллизации и текстуры на кратковременные и длительные механические свойства после нейтронного облучения, а также стойкость к радиационному росту сплава Э635.
- 2. Показано, что коррозионная стойкость изделий из сплава Э635 определяется не только средним размером частиц интерметаллидов, но и их составом. Формирование Т-фазы в структуре изделий из сплава Э635 ухудшает их коррозионную стойкость в большей степени, чем увеличение среднего размера частиц фазы Лавеса. Для образования Т-фазы необходимо проведение холодной деформации с отжигом при температуре выше 600 °C. Отжиг закаленного сплава при температуре выше 600 °C не приводит к образованию этой фазы.
- Установлено, что понижение температуры промежуточного отжига при изготовлении труб НК из сплава Э635 обеспечивает повышение дисперсности структуры, повышение стойкости к коррозии и термической ползучести. Усовершенствованный технологический вариант изготовления труб внедрен в серийное производство.
- 4. Увеличение степени рекристаллизации материала труб из сплава Э635 повышает стойкость к радиационной ползучести при сжатии и растяжении, не оказывая влияния на стойкость к радиационному росту и прочностные и пластические свойства после нейтронного облучения.
- 5. Формирование тангенциальной текстуры при изготовлении труб из сплава Э635 приводит к повышению стойкости сплава Э635 к термической и радиационной ползучести, повышению механических свойств, не оказывая влияния на его стойкость к коррозии и радиационному росту.

Основные публикации по теме диссертационного исследования:

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК РФ: 1. Маркелов В.А., Шишов В.Н., Саблин М.Н., Актуганова Е.Н., Кропачев С.Ю. Повышение пластичности и вязкости сплава Э635 для силовых элементов ТВС ВВЭР-1000 // Цветные металлы. Москва, 2010. Выпуск № 1. С. 73-78.

2. Перегуд М.М., Афонина Е.Г., Саблин М.Н., Еремин С.Г., Пименов Ю.В. Ползучесть сплава Э635 применительно к изделиям ТВСА, ТВС-2 и их модификациям для реакторов ВВЭР-1000 // Цветные металлы. Москва, 2010. Выпуск № 8. С. 73-75.

3. Саблин М.Н., Никулина А.В., Балашов В.М., Кабанов А.А., Новиков В.В., Маркелов В.А., Хохунова Т.Н., Милешкина О.Ю. Влияние структурно-фазового состояния на коррозионную стойкость труб из сплава Э635//Вестник томского государственного университета. Серия: Математика и механика. Томск, 2014. Выпуск № 4 (30). С. 95-106.

4. Саблин М.Н., Никулина А.В., Маркелов В.А., Коньков В.Ф., Новиков В.В., Хохунова Т.Н. Обоснование использования труб направляющих каналов с гидротормозом из сплава Э635 для тепловыделяющих сборок легководных реакторов//Вестник томского государственного университета. Серия: Математика и механика. Томск, 2014. Выпуск № 5 (31). С. 94-103.

5. Саблин М.Н., Никулин С.А., Ерёмин С.Г., Муралёва Е.М., Посевин А.О., Милешкина О.Ю., Астраханцев М.С. Влияние степени рекристаллизации на стойкость к формоизменению элементов тепловыделяющих сборок из сплава Э635 // Деформация и разрушение материалов. Москва, 2023. Выпуск № 7. С. 36-40.

6. Шевяков А.Ю., Маркелов В.А., Кузнецов В.И., Саблин М.Н., Радостин А.Ф., Шишкин А.А., Угрюмов А.В. Результаты исследований ТВС-КВАДРАТ после эксплуатации на АЭС Ringhals-3// Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Москва, 2023. Выпуск № 5(121). С.155-172.

7. Саблин М.Н., Милешкина О.Ю., Перегуд М.М., Шевяков А.Ю., Маркелов В.А., Никулин С.А., Ерёмин С.Г., Муралёва Е.М., Посевин А.О., Радостин А.Ф. Развитие циркониевых материалов для ТВС-КВАДРАТ// Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Москва, 2023. Выпуск № 5 (121). С.141-154.

8. Саблин М.Н., Милешкина О.Ю., Шевяков А.Ю., Никулин А.С., Еремин С.Г., Набойщиков Ю.В., Посевин А.О. Метод испытаний на стойкость к радиационно-термической ползучести при сжатии труб направляющих каналов из сплава Э635 для ТВС ВВЭР// Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Москва,2024. Выпуск №1 (122).С.28-35.

Патент:

Новиков В.В., Кабанов А.А., Никулина А.В., Маркелов В.А., Саблин М.Н., Филатова Н. К., Соловьев В.Н., Ожмегов К.В., Чинейкин С.В., Лозицкий С.В., Зиганшин А. Г. Способ получения трубных изделий из сплава на основе циркония//Патент № RU 2798022 С1. Заявка №2022115411.Опубликован 14.06.2023. Бюллетень № 17. Дата начала отсчета срока действия патента 26.12.2019.

Публикации в других изданиях:

1. Лавренюк П.И., Пименов Ю.В, Перегуд М.М., Маркелов В.А. Никулина А.В., Новиков В.В., Коньков В.Ф., Шишов В.Н., Хохунова Т.Н., Саблин М.Н. Сплав Э635 и его модификация для изделий ТВС ВВЭР с высоким выгоранием топлива//Сборник трудов 4-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ-2008). Москва, 2008. С. 231.

2. Перегуд М.М., Новиков В.В., Маркелов В.А., Афонина Е.Г., Саблин М.Н., Еремин С.Г., Кобылянский Г.П., Новоселов А.Е., Пименов Ю.В. Ползучесть сплава Э635 применительно к изделиям ТВСА, ТВС-2 и их модификаций реакторов ВВЭР-1000// Сборник трудов 5-ой научно-практической конференции материаловедческих обществ России «Цирконий: металлургия, свойства, применение». Ершово, Россия, 2008. С.101.

3. Коньков В.Ф., Саблин М.Н., Хохунова Т.Н., Новиков В.В., Маркелов В.А., Перегуд М.М., Пименов Ю.В. Оценка коррозионного поведения сплавов Э110 и Э635 в реакторах ВВЭР-1200// Тезисы докладов 9-ой Российской конференции по реакторному материаловедению. Димитровград, 2009. С.110.

4. Саблин М.Н., Никулина А.В., Шишов В.Н., Коньков В.Ф., Новиков В.В., Маркелов В.А. Оптимизация структурно-фазового состояния сплава Э635 в обеспечение повышения

сопротивления коррозии и наводораживания// Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2012). Москва, 2012. С.35.

5. Маркелов В.А., Шишов В.Н., Кабанов А.А., Саблин М.Н., Желтковская Т.Н., Заводчиков С.Ю., Актуганова Е.Н, Кропачев С.Ю., Карпов Ю.С. Практика повышения технологической пластичности и вязкости сплава Э635 для изделий ТВС ВВЭР-1000// Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Москва,2012. Выпуск № 1(72). С. 67-78. 6. Саблин М.Н., Никулина А.В., Шишов В.Н., Коньков В.Ф., Новиков В.В., Маркелов В.А. Оптимизация структурно-фазового состояния сплава Э635 в обеспечение повышения сопротивления коррозии// Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Москва, 2013. Выпуск № 1(74). С.83-90.

7. Саблин М.Н. Никулина А.В., Балашов В.М., Кабанов А.А., Новиков В.В, Хохунова Т.Н., Астраханцев М.С., Милешкина О.Ю. Влияние структурно-фазового состояния на коррозионную стойкость труб из сплава Э635// Сборник трудов 9-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ-2014). Москва, 2014. С. 160.

8. Саблин М.Н., Новиков В.В., Никулина А.В., Коньков В.Ф., Перегуд М.М., Маркелов В.А. Развитие циркониевых сплавов для твэлов и ТВС энергетических реакторов//Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2015). Москва, 2015. С.15.

9. Саблин М.Н., Никулина А.В., Новиков В.В., Перегуд М.М., Маркелов В.А. Комплектующие ТВС из сплава Э635 для реактора ВВЭР. Состояние разработки и перспективы развития// Сборник трудов 9-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ-2018). Москва, 2018. С.157.

10. Саблин М.Н., Новиков В.В., Перегуд М.М., Милешкина О.Ю. Оптимизация режимов термообработки для оболочечных труб и комплектующих ТВС в обеспечение качества циркониевой продукции и повышения надежности топлива//Тезисы научно-технической конференции АО «ТВЭЛ» «Ядерное топливо нового поколения для АЭС» (НТК-2018).Сочи, 2018. С.47.

11. Саблин М.Н., Никулин С.А., Милешкина О.Ю., Астраханцев М.С., Перегуд М.М., Коньков В.Ф. Материаловедческие аспекты разработки технологии изготовления циркониевых комплектующих для ТВС легководных атомных реакторов. Сборник трудов 11-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ-2023). Москва, 2023. С. 59.

12. Саблин М.Н., Никулин С.А., Милешкина О.Ю., Астраханцев М.С., Маркелов В.А., Кузнецов В.И., Еремин С.Г., Муралева Е.М., Посевин А.О., Соколовский Д.А. Влияние степени рекристаллизации на стойкость к формоизменению элементов ТВС из сплава Э635//Сборник трудов межотраслевой научно-технической конференции «Реакторные материалы атомной энергетики». Екатеринбург, 2023 г. С.83-84.

13. Саблин М.Н., Милешкина О.Ю., Астраханцев М.С., Шевяков А.Ю., Еремин С.Г., Обухов А.В. Влияние морфологии частиц интерметаллидов и степени рекристаллизации на коррозионную стойкость сплава Э635// Сборник трудов 12-й Международной конференции по реакторному материаловедению, посвященных 60-летию материаловедческого комплекса АО «ГНЦ НИИАР». Казань, 2024 г. С.290-291.