



(51) МПК  
*C22C 1/10* (2006.01)  
*C22C 32/00* (2006.01)  
*C22C 21/00* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014140987/02, 13.10.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
 13.10.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.10.2014

(45) Опубликовано: 10.07.2016 Бюл. № 19

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: US 6228185 B1, 08.05.2001. US 6217632 B1, 17.04.2001. US 5935295 A1, 10.08.1999. RU 2159823 C2, 27.11.2000. EP 2112240 A1, 28.10.2009.

Адрес для переписки:

620131, г. Екатеринбург, ул. Викулова, 48, кв. 35,  
 для ООО "ТЭМ"

(72) Автор(ы):

Белов Николай Александрович (RU),  
 Алабин Александр Николаевич (RU),  
 Курбаткина Елена Игоревна (RU),  
 Дубровский Вадим Александрович (RU),  
 Ефанов Владимир Юрьевич (RU),  
 Руссков Эдуард Викторович (RU),  
 Русецкий Владимир Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Общество с ограниченной ответственностью  
 "Технологии энергетического  
 машиностроения" (ООО "ТЭМ") (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БОРСОДЕРЖАЩЕГО МЕТАЛЛОМАТРИЧНОГО  
 КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ В ВИДЕ ЛИСТОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области металлургии, в частности к деформированным борсодержащим алюмоматричным композиционным материалам в виде листов, к которым предъявляются специальные требования по поглощению нейтронного излучения в сочетании с низким удельным весом. Способ включает приготовление алюминиевого расплава, содержащего, мас. %: марганец от 0,5 до 2, магний от 0,5 до 4, кремний от 0,1 до 0,3, скандий от 0,15 до 0,3, формирование борсодержащих частиц в алюминиевом расплаве путем введения в расплав лигатуры, содержащей смесь порошка  $TiB_2$  и солей  $NaCl_2$ ,  $MgCl_2$  и  $KCl$ , причем температуру расплава в процессе замешивания лигатуры

поддерживают в пределах от 720 до 800°C в течение 30-45 минут, получение слитка путем кристаллизации расплава, получение листа путем деформирования слитка и отжиг деформированного полуфабриката при температуре 250-350°C, при этом получают листы со структурой композиционного материала, содержащего частицы  $TiB_2$  в количестве от 4 до 8%. Техническим результатом изобретения является достижение высокого уровня прочностных характеристик (временное сопротивление при растяжении ( $\sigma_B$ ) - не менее 280 МПа) без использования операции гомогенизации для слитков и закалки для листов. 1 з.п. ф-лы, 2 пр., 2 табл.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

*C22C 1/10* (2006.01)*C22C 32/00* (2006.01)*C22C 21/00* (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2014140987/02, 13.10.2014

(24) Effective date for property rights:  
13.10.2014

Priority:

(22) Date of filing: 13.10.2014

(45) Date of publication: 10.07.2016 Bull. № 19

Mail address:

620131, g. Ekaterinburg, ul. Vikulova, 48, kv. 35,  
dlja OOO "TEM"

(72) Inventor(s):

Belov Nikolaj Aleksandrovich (RU),  
Alabin Aleksandr Nikolaevich (RU),  
Kurbatkina Elena Igorevna (RU),  
Dubrovskij Vadim Aleksandrovich (RU),  
Efanov Vladimir YUrevich (RU),  
Russkov Eduard Viktorovich (RU),  
Rusetskij Vladimir Sergeevich (RU)

(73) Proprietor(s):

Obshchestvo s ogranichennoj otvetstvennostyu  
"Tekhnologii energeticheskogo  
mashinostroeniya" (OOO "TEM") (RU)

(54) **PRODUCTION OF BORON-BEARING METAL-MATRIX COMPOSITE BASED ON ALUMINIUM SHEET**

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: this process comprises preparation of aluminium melt containing the following elements in wt %: manganese - 0.5-2, magnesium - 0.5-4, silicon - 0.1-0.3, scandium - 0.15-0.3. Boron-bearing particles are formed in aluminium melt by adding of foundry alloy containing the mix of powders  $TiB_2$  and salts  $NaCl_2$ ,  $MgCl_2$  and  $KCl$ . Melt temperature in foundry

alloy mixing is kept equal to 720-800°C for 30-45 minutes. Ingot is made by melt crystallisation and homogenization. Sheet is produced by ingot deformation while strained semi-finished product is annealed at 250-350°C. Produced sheets feature composite structure including the particles of  $TiB_2$  in amount of 4 to 8%.

EFFECT: higher strength without homogenization and quenching.

2 cl, 2 ex, 2 tbl

## Область техники

Настоящее изобретение относится к области металлургии, в частности к деформированным борсодержащим алюмоматричным композиционным материалам в виде листов, к которым предъявляют требования по поглощению нейтронного излучения в сочетании с низким удельным весом.

## Предшествующий уровень техники

Алюмоматричные композиционные материалы (АКМ), содержащие бор, обладают уникальным сочетанием физических и механических свойств, в частности низкой плотностью и хорошим поглощением нейтронное излучение, поэтому они широко применяются в ядерной энергетике [W.K. Barney, G.A. Shemel, W.E. Seymour, Nucl. Sci. Eng. 1 (1958) 439-448]. Несмотря на то, что борсодержащие АКМ достаточно давно эксплуатируются, их использование ограничено из-за ряда проблем, в частности, это связано с технологией их получения. Такая трудность получения борсодержащих сплавов по классической технологии литья определяется: 1) существенным повышением линии ликвидуса при увеличении концентрации бора, и как следствие малой растворимостью бора в жидком алюминии (при традиционных температурах получения алюминиевых сплавов); 2) низкой смачиваемостью некоторых борсодержащих частиц алюминиевым расплавом; 3) неизбежное взаимодействие бора с рядом основных легирующих элементов с образованием соответствующих борсодержащих интерметаллидов. Эти основные факторы определяют необходимость использования специальных способов получения борсодержащих АКМ.

Известны многочисленные способы получения борсодержащих АКМ с использованием методов порошковой металлургии. В частности, известен способ получения АКМ, в котором в качестве алюминиевой матрицы используются сплавы разных систем (1xxx, 3xxx, 6xxx и др.), в качестве борсодержащего наполнителя - карбид бора ( $B_4C$ ) в виде порошка размером 1-60 мкм (патент US 6602314 B1, опубл 05.08.2003). Данный способ производства АКМ включает спекание под давлением (с предварительным вакуумированием). Недостатком этого способа является трудность получения крупных заготовок, предназначенных для прокатки. Другим недостатком данного способа является то, что предложенные матричные сплавы обладают разным сочетание физико-химических свойств, что определяет широкий разброс по физико-механическим характеристикам, достигаемым в АКМ.

Известен также способ получения борсодержащего АКМ, разработанный компанией Alcan Aluminum Corporation, который включает жидкофазный процесс замешивания борсодержащих частиц соединения  $B_4C$  в жидкий расплав (патент US 5531425 (1996)). По данному способу в кристаллизаторах получают слитки, далее применяется горячая прокатка для производства плит и листов. Недостатком данного способа является то, что получаемые листы имеют низкую прочность ( $\sigma_B < 100$  МПа).

## Раскрытие изобретения

В основу изобретения положена задача создать новый борсодержащий АКМ в виде листов, упрочняемый без закалки, характеризующихся достаточной прочностью ( $\sigma_B > 280$  МПа), высокой технологичностью при получении слитков и их последующей деформации в лист (без использования гомогенизации) со структурой алюминиевой матрицы, в которой равномерно распределены частицы соединения  $TiB_2$  со средним размером не более 30 мкм и массовой долей от 4 до 8 масс. %.

Поставленная задача решается созданием способа получения листов из борсодержащего металломатричного композиционного материала на основе алюминия,

включающий приготовление расплава, содержащего марганец, магний, кремний, скандий, формирование борсодержащих частиц в алюминиевом расплаве, получение слитка путем кристаллизации расплава, получение листа путем деформирования слитка и его термическую обработку, отличающийся тем, что готовят алюминиевый расплав, содержащий

марганец	от 0,5 до 2 масс. %
магний	от 0,5 до 4 масс. %
кремний	от 0,1 до 0,3 масс. %
скандий	от 0,15 до 0,3 масс. %

формирование борсодержащих частиц проводят путем введения лигатуры, состоящей из смеси порошка  $TiB_2$  и солей  $NaCl_2$ ,  $MgCl_2$  и  $KCl$ , температуру расплава в процессе замешивания лигатуры поддерживают в пределах от 720 до 800°C в течение 30-45 минут, а отжиг деформированного полуфабриката проводят при температуре 250-350°C, при этом получают листы со структурой композиционного материала, содержащего частицы  $TiB_2$  в количестве от 4 до 8%. В частном исполнении лигатура дополнительно содержит парафин при следующем соотношении компонентов:  $TiB_2$  от 60 до 70 масс. %,  $NaCl_2$  от 3 до 5 масс. %,  $MgCl_2$  от 10 до 12 масс. %,  $KCl$  от 5 до 7 масс. %, парафин - остальное.

Технический результат, достигаемый от изобретения является достижение высокого уровня прочностных характеристик: временное сопротивление при растяжении ( $\sigma_B$ ) - не менее 280 МПа, высокой технологичности при обработке давлением в совокупности с низкой плотностью и возможностью его использования в качестве защиты от нейтронного излучения.

Сущность изобретения  
Сущность изобретения состоит в том, чтобы реализовать в листах из борсодержащего АКМ структуру на основе алюминиевой матрицы, упрочненной вторичными выделениями фаз  $Al_6Mn$  и  $Al_3Sc$  и с равномерно распределенными в ней частицами соединения  $TiB_2$  со средним размером не более 30 мкм и массовой долей от 4 до 8 масс. %. Такая структура позволяет обеспечить наилучшее сочетание механических свойств (более 280 МПа) и способность к поглощению нейтронного излучения (расчетное содержание бора для такой структуры составляет от 2 до 3,5 масс. %). Обоснование заявляемых количеств легирующих компонентов в данном сплаве приведено ниже.

Марганец в заявляемых количествах необходим для образования вторичных выделений (дисперсоидов)  $Al_6Mn$  и твердорастворного упрочнения. Меньшие концентрации не обеспечат требуемой прочности, а при больших количествах будут понижены характеристики технологичности при обработке давлением из-за образования первичных кристаллов Mn-содержащей фазы.

Магний в заявляемых количествах необходим для твердорастворного упрочнения. Меньшие концентрации не обеспечат требуемого уровня прочности, а при больших количествах будут понижены характеристики технологичности при обработке давлением из-за высокого деформационного упрочнения.

Скандий в заявляемых количествах необходим для образования вторичных наночастиц фазы  $Al_3Sc$  (кристаллическая решетка  $L1_2$ ), имеющих средний размер не более 10 нм. При меньших концентрациях количество последних будет недостаточным для достижения требуемой прочности, а при больших количествах имеется опасность появления первичных кристаллов, что негативно сказывается на механических свойствах и технологичности.

Кремний в заявляемых количествах необходим для нейтрализации вредного влияния примеси железа (допустимое содержание железа до 0,5%), в частности для образования эвтектических включений (фазы  $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ ), способствующих более равномерной деформации в микрообъемах в процессе обработки давлением.

5 Нижний предел по массовой доли частиц фазы  $TiV_2$  выбран с целью достижения необходимого уровня поглощения нейтронного излучения, а верхний - с целью достижения необходимого уровня технологичности, в частности, при прокатке. Верхний предел по среднему размеру фазы  $TiV_2$  выбран с целью достижения необходимого

10 уровня механических свойств.

Обоснование заявляемых технологических параметров способа получения деформированных из данного сплава приведено ниже.

Снижение температуры расплава ниже  $720^{\circ}C$  может привести к снижению технологичности при получении слитков. Следствием этого возможно появление

15 ликватов и других дефектов на поверхности слитка. Повышение температуры расплава выше  $800^{\circ}C$  и времени выдержки более 45 минут отрицательно может сказаться на размере частиц  $TiV_2$  в алюминиевом расплаве из-за их огрубления.

Если температура отжига листа будет ниже  $250^{\circ}C$  и выше  $350^{\circ}C$ , то не будет достигнут требуемый уровень упрочнения, что связано с недораспадом алюминиевого твердого

20 раствора в первом случае и образованием грубых вторичных выделений  $Al_3Sc$  во втором.

Примеры выполнения

#### ПРИМЕР 1

Для экспериментального обоснования предложенного изобретения было выполнено

25 5 вариантов получения борсодержащего АКМ, которые приведены в табл. 1. Приготовление расплава и формирование в нем борсодержащих частиц  $TiV_2$  проводили в индукционной печи «РЭЛТЕК» в графитошамотном тигле. Бор вводили в виде специально приготовленной смеси лигатуры, содержащей  $TiV_2$  и смеси (18 масс. %  $NaCl_2$ , 54 масс. %  $MgCl_2$  и 28 масс. %  $KCl$ ). При этом количество частиц  $TiV_2$  было

30 различным, чтобы получить в конечной структуре разное количество борсодержащих частиц (Q).

Таблица 1

Составы расплавов АКМ, механические свойства и параметры структуры катаных листов

№	Концентрации, масс. %					$\sigma_B$ , МПа	Q, масс. %
	Mn	Mg	Si	Sc	Al		
1	0,1	0,4	0,3	0,35	Основа	244	2,4
2	0,5	4	0,1	0,15	Основа	289	6,5
3	2	0,5	0,2	0,3	Основа	287	7,8
4	1	4	0,1	0,25	Основа	324	5,5
40 5	2,5	4	0,1	0,35	Основа	Трещины при прокатке	10,1

Температуру расплава поддерживали около  $770^{\circ}C$  в течение 30 минут. Заливку проводили в металлическую изложницу, получая плоские слитки с размерами  $40 \times 120 \times 200$  мм. Далее слитки подвергали прокатке (сначала горячей, а затем холодной), получая

45 листы толщиной 2 мм. Листы термообработывали по режиму: нагрев при  $300^{\circ}C$  в течение 3 часов.

Механические свойства листов (временное сопротивление ( $\sigma_B$ )) при одноосном растяжении определяли при комнатной температуре на универсальной испытательной машине в соответствии с ГОСТ 1497-84. Скорость испытания составляла 10 мм/мин,

расчетная длина 50 мм.

Массовую долю борсодержащих частиц (Q) и их идентификацию определяли методом рентгенофазового анализа (на дифрактометре ДРОН-4.0-07).

5 Как видно из табл. 1, только предложенный способ получения борсодержащего АКМ (№2-4) обеспечивает заданный уровень механических свойств.

#### ПРИМЕР 2

10 Для обоснования температуры расплава было выполнено 5 вариантов получения борсодержащего АКМ (табл. 2) применительно к составу №4 (табл. 1). Оценка среднего размера (d) борсодержащих частиц  $TiB_2$  в листе проведена с использованием металлографического анализа на сканирующем микроскопе JEOL JSM-6610.

Количество магния, кремния, меди и борсодержащей лигатуры, вводимых в расплав во всех случаях было одинаковым и отвечало варианту 3 из примера 1 (см. табл. 1). Температура расплава варьировалась в пределах от 800 до 1000°C. Остальные условия эксперимента были такими же, как и в примере 1.

15 Как видно из табл. 2, только предложенный способ получения АКМ (№2-4) обеспечивает заданные параметры структуры.

№	Температура расплава, °C	Время выдержки расплава, мин	d, мкм
1	710	20	не равномерное распределение частиц
2	720	45	21
3	770	30	25
4	800	30	26
5	850	60	41

25 В способе №5 в течение длительного времени выдержки и повышения температуры выше 800°C привело к формированию грубых частиц соединения  $TiB_2$  со средним размером около 41 мкм.

#### Формула изобретения

30 1. Способ получения листов из борсодержащего металломатричного композиционного материала на основе алюминия, включающий приготовление расплава, содержащего марганец, магний, кремний и скандий, формирование борсодержащих частиц в алюминиевом расплаве, получение слитка путем кристаллизации расплава, получение листа путем деформирования слитка и его  
35 термическую обработку, отличающийся тем, что готовят алюминиевый расплав, содержащий

40 марганец	от 0,5 до 2 мас. %
магний	от 0,5 до 4 мас. %
кремний	от 0,1 до 0,3 мас. %
скандий	от 0,15 до 0,3 мас. %

формирование борсодержащих частиц проводят путем введения в расплав лигатуры, содержащей смесь порошка  $TiB_2$  и солей  $NaCl_2$ ,  $MgCl_2$  и  $KCl$ , температуру расплава в процессе замешивания лигатуры поддерживают в пределах от 720 до 800°C в течение  
45 30-45 минут, а термическую обработку проводят путем отжига деформированного полуфабриката при температуре 250-350°C, при этом получают листы со структурой композиционного материала, содержащего частицы  $TiB_2$  в количестве от 4 до 8%.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что лигатура дополнительно содержит парафин

при следующем соотношении компонентов:  $TiB_2$  от 60 до 70 мас. %,  $NaCl_2$  от 3 до 5 мас. %,  $MgCl_2$  от 10 до 12 мас. %,  $KCl$  от 5 до 7 мас. %, парафин - остальное.

5

10

15

20

25

30

35

40

45