

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ «МИСИС»
(НИТУ МИСИС)

На правах рукописи

Володина Полина Андреевна

РАЗРАБОТКА СПОСОБА ПОЛУЧЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ
АЛЮМОМАТРИЧНОГО РАДИАЦИОННО-ЗАЩИТНОГО МАТЕРИАЛА АРМИРОВАННОГО
W-, V-, C-, Zr - СОДЕРЖАЩИМИ ПОРОШКАМИ

Специальность 2.6.2 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
Кандидат технических наук, доцент
Божко Галина Геннадьевна

Москва – 2024

Содержание

Список сокращений.....	4
Введение.....	5
Глава 1 Современное состояние разработки и производства радиационно-защитных материалов на основе алюминия.....	12
1.1 Виды ионизирующих излучений и способы защиты от них.....	12
1.2 Основные критерии выбора компонентов при разработке радиационно-защитных материалов.....	14
1.3 Основные способы получения металломатричных композиционных материалов.....	17
1.4 Существующие алюмоматричные радиационно-защитные материалы, армированные бор и вольфрамсодержащими порошками.....	19
1.5 Выводы по главе 1.....	23
Глава 2 Получение радиационно-защитного композиционного материала системы Al-B ₄ C-WO ₃ и Al-B ₄ C-W методом инфильтрации под давлением.....	25
2.1 Материалы и их характеристики, используемые для получения композиционного материала системы Al-B ₄ C-WO ₃ и Al-B ₄ C-W.....	25
2.2 Предварительная подготовка смесей армирующих компонентов для получения композиционного материала системы Al-B ₄ C-WO ₃ и Al-B ₄ C-W.....	28
2.3 Расчет объемной доли компонентов в пористой заготовке и плотности композиционных материалов системы Al-B ₄ C-WO ₃ и Al-B ₄ C-W.....	31
2.4 Получение образцов композиционного материала инфильтрацией под давлением.....	34
2.5 Исследование структуры, фазового состава и прочностных характеристик композиционных материалов.....	38
2.6 Выводы по главе 2.....	44
Глава 3 Исследование тепловых эффектов, протекающих в механически активированных порошках W, В и смесей систем W-B, Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr.....	46
3.1 Исследование влияния механической активации на перегрев элементарных порошков и их смесей.....	46
3.1.1 Материалы и объекты исследования.....	46

3.1.2 Проведение механической активации исходных порошков вольфрама, бора и их смесей системы W-B, Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr.....	47
3.1.3 Методика изучения температурных эффектов в порошках вольфрама, бора и их смесей системы W-B, Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr.....	49
3.2 Исследование влияния продолжительности механической активации на перегрев механически активированного порошка вольфрама.....	51
3.3 Исследование влияния механической активации на перегрев механически активированного порошка аморфного бора.....	62
3.4 Исследование влияния механической активации на перегрев смеси системы W-B.....	69
3.5 Исследование влияния механической активации на перегрев смеси систем Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr.....	76
3.6 Выводы по главе 3.....	86
Глава 4 Получение композиционных материалов систем Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C способом холодной прокатки.....	88
4.1 Подготовка исходных порошков для получения исследуемых композиционных материалов.....	88
4.2 Формирование заготовки под прокатку.....	89
4.3 Получение композиционного материала способом холодной прокатки.....	91
4.4 Выводы по главе 4.....	99
Глава 5 Оценка радиационно-защитных свойств композиционных материалов.....	100
5.1 Оценка нейтронно-защитных свойств композиционных материалов.....	100
5.2 Оценка гамма-защитных свойств композиционных материалов.....	106
5.3 Выводы по главе 5.....	117
Заключение.....	118
Список литературных источников.....	120
Приложение А. Патент на изобретение.....	133
Приложение Б. Акт проведения испытаний опытных образцов.....	134

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

КМ - Композиционный материал

ИИ - Ионизирующее излучение

РЗМ - Радиационно-защитный материал

МА - Механическая активация

РЗ - Радиационно-защитный

КРЗМ - Комплексный радиационно-защитный материал

РФА - Рентгенофазовый анализ

Введение

Актуальность темы определяется возможностью создания конструкционно-функционального алюмоматричного дисперсноупрочнённого материала, способного к ослаблению нескольких видов ионизирующих излучений. Ионизирующее излучение сопровождает многие процессы в энергетике, науке и медицине, обеспечивая, с одной стороны, высокую эффективность процессов и создавая, с другой стороны, значительные проблемы для персонала и электронного оборудования. Источником ионизирующего излучения являются ядерные реакторы, сопутствующее оборудование системы охлаждения, отработавшее ядерное топливо, радиоактивные отходы, рентгеновские установки. Основную опасность представляет нейтронное и гамма-излучение, имеющие наибольшую проникающую и поражающую способность, что предопределяет актуальность разработки радиационно-защитного материала. Для защиты от вредного воздействия ионизирующего излучения используют материалы, работающие на поглощение определенного вида излучения. Базируясь на этом, повсеместно используются защитные материалы и сооружения, разработанные с учетом требований к ослаблению данных излучений.

Для защиты от гамма-излучения применяют материалы с большим атомным номером и высокой плотностью (железо, свинец, вольфрам). В качестве поглотителей для нейтронного излучения применяют бор, кадмий, гадолиний. Одним из развивающихся направлений является создание радиационно-защитных материалов на основе алюминия, включающих в себя в разном соотношении компоненты, содержащие бор и вольфрам.

Анализ опубликованных по данной тематике работ показал, что одним из перспективных направлений развития технологии получения материалов является использование механической активации для исходных компонентов как источника полезного энергетического потенциала, способствующего улучшению процесса получения и качества готовой продукции.

В диссертационной работе использованы и исследованы методы получения радиационно-защитных материалов инфильтрацией под давлением и холодной прокаткой заготовок как наиболее перспективных и простых с точки зрения достижения заданного уровня свойств, экономических затрат на конечную продукцию и внедрения в условиях металлургического предприятия.

Степень разработанности темы исследования

В России производство алюмоматричных радиационно-защитных материалов не налажено в промышленных масштабах. В мировой практике такие материалы изготавливают

методами порошковой металлургии, прокаткой порошков между алюминиевыми листами, замешиванием порошков в расплав. Основными компаниями, присутствующими на рынке и владеющими правами на производство нейтронно-поглощающих материалов являются Ceradyne Canada ULC (Канада), 3M company (США); DWA (США); RioTintoAlcan (Канада); Talon Composites (США); Mitsubishi Heavy Industries (Япония); Hitachi Metals (Япония); Holtec International, Inc (США). Основные недостатки существующих технологий - это недостаточная смачиваемость порошковых частиц расплавом, кластеризация частиц, нежелательное химическое взаимодействие соединений бора с алюминием, повышение вязкости расплава (при замешивании порошков в расплав), использование вакуумных установок, прокатка заготовок в нагретом состоянии.

Актуальность работы подтверждается тем, что выполнялась в рамках государственного контракта № 209/1022-018 плана научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ МЧС России (сроки выполнения 2019-2020 г.).

Цель работы

Разработка способа получения алюмоматричного радиационно-защитного материала, армированного W-, В-, С-, Zr- содержащими порошками, более эффективного по технологическим и экономическим показателям, чем существующие в настоящее время.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

- 1 Выбор состава и определение оптимального соотношения компонентов в разрабатываемом радиационно-защитного материала;
- 2 Отработка способа и режимов получения радиационно-защитного материала инфильтрацией под давлением;
- 3 Исследование структуры, фазового состава и физико-механических свойств полученных образцов радиационно-защитного материала;
- 4 Определение оптимальных режимов предварительной механической активации исходных компонентов и их смесей для изготовления радиационно-защитных материалов;
- 5 Разработка схемы получения радиационно-защитного материала способом деформационной обработки, определение режимов обработки, исследование структуры, фазового состава и физико-механических свойств;
- 6 Оценка нейтронно- и гамма - поглощающей способности полученных композиционных материалов;

7 Проведение опытных испытаний по изготовлению партии образцов радиационно-защитных материалов инфильтрацией под давлением и деформационной обработкой (холодной прокаткой), исследование физико-механических свойств полученных образцов.

Научная новизна работы

1 Методом инфильтрации под давлением порошковых смесей W_4C-W и W_4C-WO_3 расплавом алюминия получены композиционные материалы составов $28,6Al - 11,2W_4C - 60,2W$ и $39,1Al - 20,4W_4C - 40,5WO_3$ (масс.%) с равномерно распределенными армирующими компонентами W_4C и W , соотношение которых обеспечивает предел прочности при сжатии ($\sigma_{сж}$) в интервале 116 - 162 МПа, твердость 51- 70 НВ, плотность 2,9 – 5,4 г/см³. При этом расчетное значение толщины изделия (L) для ослабления потока тепловых нейтронов с энергией 0,025 МэВ составило $L=0,8$ см и для гамма-излучения с энергией 0,6 МэВ – $L=1,8$ см.

2 Разработаны гибкие радиационно-защитные материалы на основе алюминиевой оболочки, наполненной механически активированными порошками составов $89,2W-10,8B$; $87,0W-13B$; $27,8Al-59,2W-7,2B-5,8C$; $34,0Al-56,8W-6,9B-1,3Zr-1,0C$ (масс.%), что обеспечивает прочность при растяжении ($\sigma_{р}$) не менее 125 МПа, плотность не более 6,0 г/см³. Расчетное значение толщины ленты для ослабления потока тепловых нейтронов с энергией 0,025 МэВ составило $L=3,1$ см и для гамма-излучения с энергией 0,6 МэВ – $L=1,4$ см.

Практическая значимость работы

1 Предложен способ получения радиационно-защитного материала путем инфильтрации порошковых смесей W , WO_3 , W_4C , включающий операции перемешивания порошков, формирования заготовки, нагрева до 1000 °С и инфильтрации расплавленным алюминием под давлением 8-10 МПа в течение 3 минут, что обеспечивает равномерное распределение армирующих компонентов и требуемые прочностные и функциональные свойства.

2 Разработан способ получения композиционных материалов из механически активированных порошковых смесей $W-B$, $Al-B-W$, $Al-B-W-C$ и $Al-B-W-Zr-C$ с объемным содержанием армирующих компонентов не выше 24 %, включающий операции сборки заготовки, опрессовки и холодной прокатки с получением гибких бездефектных композиционных полос с требуемыми прочностными и функциональными свойствами, что подтверждается патентом РФ № 2776244 от 22.06.2021 «Способ получения композиционного материала и изделия из него».

3 На опытном участке ООО «Наноком» (г. Москва) методами принудительной инфильтрации под давлением и холодной прокатки изготовлена опытная партия композиционных материалов на основе алюминиевой матрицы, армированной W-, B-, C-, Zr- содержащими порошками, по результатам испытаний которых на физико-механические свойства, разработанные порошковые смеси могут быть рекомендованы для изготовления радиационно-защитных материалов.

Основные положения, выносимые на защиту

1 Результаты исследований по выбору состава композиционного материала и условий проведения процесса инфильтрации под давлением для получения РЗМ.

2 Результаты исследований фазового состава, микроструктуры и свойств композиционных материалов системы Al-B₄C-W и Al-B₄C-WO₃, полученных способом инфильтрации под давлением.

3 Результаты исследований по влиянию режимов механической активации на перегрев порошков вольфрама и бора, а также систем Al-B-W, Al-B-W-C, Al-B-W-Zr-C.

4 Способ получения и технологические режимы холодной прокатки композиционного материала системы Al-B-W, Al-B-W-C, Al-B-W-Zr-C.

5 Результаты исследований по влиянию механической активации компонентов на микроструктуру и качество плакирования холоднокатаных РЗМ.

6 Результаты испытаний на ООО «Наноком» по получению партии алюмоматричного образцов РЗМ, армированных W-, B-, C-, Zr- содержащими порошками способами инфильтрации под давлением и холодной прокаткой.

Апробация работы

Основные положения и результаты работы доложены и обсуждены на следующих конференциях: Международная научно-практическая конференция «Eurasiascience», (Россия, Москва, 2017 г. и 2021г.), 71 и 72 дни науки студентов НИТУ «МИСиС» (Россия, Москва, 2017-2018 гг.), XXV Международная научно-практическая конференция «Advances in Science and Technology», (Россия, Москва, 2019 г.), XI Международная научно-практическая конференция «Актуальные вопросы современной науки», (Россия, Пенза, 2024 г.), XII и XIII Международная научно-практическая конференция «Актуальные исследования и инновации в науке и технике», (Россия, Москва, 2024 г.), II International Scientific and Practical Conference «Science and

technology: interdisciplinary research», (Melbourne, Australia, 2024 г.). Работа представлена на Международном военно-техническом форуме «АРМИЯ-2018».

Публикации

По теме исследования опубликовано 15 работ, из которых 2 статьи в рецензируемых журналах из перечня ВАК, 1 статья в международных рецензируемых базах, 1 патент РФ и 11 тезисов, опубликованных в сборниках трудов конференций.

Статьи, опубликованные в журналах, рекомендованных ВАК и входящие в базы данных Web of Science и Scopus:

1 Божко Г.Г., Володина П.А., Абузин Ю.А. Исследование явления саморазогрева при нагреве механоактивированных порошков // Технология легких сплавов, 2019, № 1. с. 55-61.

2 Божко Г.Г., Володина П.А., Абузин Ю.А. Исследование структурообразования и свойств алюмоматричного композиционного материала системы Al - В₄С - W и Al - В₄С - WO₃ // Цветные металлы, 2019, № 4, с. 41-46.

3 Абузин Ю. А., Божко Г. Г., Володина П. А., Калабский И. С. Исследование явления саморазогрева при нагреве механоактивированных порошков вольфрама и бора // Технология металлов, 2022, №6, с. 8-16.

Патент

4 Патент № 2776244 Российская федерация Филиппов Д.А., Неяглов О. С., Абузин Ю. А., Божко Г. Г., Володина П.А. Способ получения композиционного материала и изделия из него. Патентообл. ООО «НАНОКОМ». - № 2021118141 заявл. 22.06.2021; опубл.15.07.2022, Бюл. № 20.

Публикации в материалах научно-технических конференциях:

5 Володина П.А. Изучение свойств радиационно-защитного алюмоматричного композиционного материала, армированного бор - вольфрамовыми порошками // EURASIASCIENCE Сборник статей X международной научно-практической конференции - 2017. - С.44-45.

6 Володина П.А. Изучение свойств радиационно-защитного алюмоматричного композиционного материала, армированного бор-вольфрамовыми порошками. Сборник тезисов.72-е Дни науки МИСиС. - М.: Издательский дом МИСиС, 2017. - с. 351-352.

7 Володина П.А. Разработка процесса формирования композиционного материала системы Al-B-W-Zr-C. Сборник тезисов.73-е Дни науки МИСиС. - М.: Издательский дом МИСиС, 2018. - с. 384-386.

8 Божко Г. Г., Володина П. А., Абузин Ю. А. Исследование процесса формирования композиционного материала при нагреве механоактивированных порошков системы Al-B-W-Zr-C И Al-B-W-Zr-C // XXV Международная научно-практическая конференция «Advances in Science and Technology» - 2019. - ч. 1. - С. 93-95.

9 Абузин Ю.А., Божко Г.Г., Володина П.А., Калабский И.С. Разработка технологии получения радиационно-защитного композиционного материала, армированного бор - и вольфрам содержащими порошками // EURASIASCIENCE Сборник статей XXXVIII международной научно-практической конференции - 2021. - С. 40-42.

10 Володина П.А., Божко Г.Г., Абузин Ю.А. Оценка гамма-защитных свойств композиционных материалов системы Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C // Актуальные вопросы современной науки: сборник статей XI Международной научно-практической конференции. - Пенза: МЦНС «Наука и Просвещение», 2024, с. 51-53.

11 Володина П.А., Божко Г.Г., Абузин Ю.А. Оценка нейтронно-защитных свойств композиционных материалов системы Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C // Актуальные вопросы современной науки: сборник статей XI Международной научно-практической конференции. - Пенза: МЦНС «Наука и Просвещение», 2024, с. 54-57.

12 Володина П.А., Божко Г.Г., Абузин Ю.А. Метод предварительной оценки оптимальной продолжительности механической активации // Актуальные исследования и инновации в науке и технике: сборник статей XII Международной научно-практической конференции. - Москва: Международный научно-издательский центр «Твоя наука», 2024, с. 4-11.

13 Володина П.А., Божко Г.Г., Абузин Ю.А. Изучение влияния механической активации исходных компонентов на структуру радиационно-защитного материала системы Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C // Актуальные исследования и инновации в науке и технике: сборник статей XII Международной научно-практической конференции. - Москва: Международный научно-издательский центр «Твоя наука», 2024, с. 11-15.

14 Володина П.А., Божко Г.Г., Абузин Ю.А. Способ получения композиционного материала системы Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C // Science and technology: interdisciplinary research: Collection of articles II International Scientific and Practical Conference. - Melbourne: ICSRD «Scientific View», 2024, с 4-8.

15 Володина П.А., Божко Г.Г., Абузин Ю.А. Изучение структуры и механических свойств радиационно-защитного материала системы Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C // XIII Международной научно-практической конференции «Актуальные исследования и инновации в науке и технике». - Москва: Международный научно-издательский центр «Твоя наука», 2024, с. 18-22.

Достоверность научных результатов базируется на применении современных методов исследования (рентгенофазового анализа, сканирующей электронной микроскопии), взаимно подтверждающих полученные данные, и использовании приборов, прошедших государственную поверку.

Личный вклад автора

Диссертация является законченной научной работой, в которой обобщены результаты исследований, полученные лично автором и в соавторстве. Автору работы принадлежит основная роль в получении и обработке экспериментальных данных, анализе и обобщении результатов. Обсуждение и интерпретация полученных результатов проводились совместно с научным руководителем и соавторами публикаций. Основные положения и выводы диссертационной работы сформулированы автором.

Структура и объем научно-квалификационной работы

Диссертационная работа состоит из 5 глав, общих выводов. Работа изложена на 135 страницах формата А4, содержит 65 рисунков, 33 таблицы, 12 формул. Библиографический список включает 144 наименования.

Глава 1 Современное состояние разработки и производства радиационно-защитных материалов на основе алюминия

Разработка, внедрение и усовершенствование радиационно-защитных материалов, применяемых на радиационно-опасных объектах в условиях облучения различными видами ионизирующего излучения (ИИ), задача, решение которой позволяет достичь необходимого уровня защиты персонала и оборудования при эксплуатации установок на ядерно-энергетических объектах, в производственных процессах и медицине. К радиационно-опасным объектам относятся: атомные электростанции с разными видами реакторов, исследовательские ядерные реакторы, заводы по производству ядерного топлива, заводы по переработке и обогащению ядерного топлива, заводы по обработке ядерных отходов, урановые рудники, склады радиоактивной среды, хранилища радиоактивных отходов, морские суда и подводные лодки с ядерными двигательными установками, полигоны для испытаний ядерных боеприпасов, радиационно-опасная военная техника [1,2].

1.1 Виды ионизирующих излучений и способы защиты от них

Ионизирующее излучение - излучение, взаимодействие которого со средой приводит к образованию ионов разных знаков. Фактически ИИ является видом энергии, высвобождаемой атомами в виде электромагнитных волн или частиц при распаде атомных ядер, кинетической энергии которых достаточно для ионизации при столкновении [1,2].

ИИ разделяются на волновое (электромагнитное) и корпускулярное (поток частиц).

Электромагнитные ионизирующие излучения можно разделить на два типа: рентгеновское излучение и гамма-излучение.

Рентгеновское излучение представлено электромагнитными волнами с длиной волны в интервале 10^{-3} - 10^{-2} нм, что соответствует энергии квантов от 1237 кэВ до 0,12 эВ. Рентгеновское излучение образуется при торможении получаемых в вакууме быстрых электронов.

Гамма-излучение - электромагнитное излучение, сопровождающее распад ядер радиоактивных элементов. Оно может возникать в результате ядерных реакций при торможении заряженных частиц и их распаде. Это излучение обладает малой длиной волны ($\lambda = 10^{-3}$ - 10^{-6} нм) и является потоком частиц (гамма-квантами).

Для снижения опасного влияния рентгеновского и гамма-излучения применяют материалы включающие в себя вещества с большой атомной массой и высокой плотностью, например, свинец, вольфрам, сталь, чугун, медные сплавы, бетон, баритобетон. Для

обеспечения условий безопасности доза облучения не должна превышать ПДД, которая согласно нормам радиационной безопасности НРБ-99/2009 составляет не более 5 бэр в год [3].

Корпускулярное ионизирующее излучение разделяют на альфа излучение (α -излучение), электронное, протонное, нейтронное и мезонное излучения [4-6].

Альфа - излучение представляет собой поток ядер атомов гелия, обладающих высокой скоростью. Начальная энергия α -частиц, возникающих при распаде различных радиоактивных элементов, составляет от 2 до 11 МэВ. Альфа-частицы тяжелые, поэтому, обладая высокой ионизирующей способностью, быстро теряют свою энергию. Для защиты от α -излучения достаточно 10 см слоя воздуха, поэтому нет необходимости использовать экраны из специфических материалов.

Бета-излучение (β -излучения) представляет собой поток электронов (или позитронов), обладающих высокой скоростью. Для защиты от β -излучения рекомендуется использовать материалы с малой атомной массой (алюминий, плексиглас, карболит), которые дают наименьшее тормозное излучение, обычно сопровождающее поглощение β -частиц.

Протонное излучение - вид корпускулярного излучения, представляющего собой поток частиц с положительным зарядом (протонов). В естественной форме такое излучение встречается в условиях космоса. В качестве защиты от протонного излучения применяют алюминий и графит.

Нейтронное излучение представляет собой поток нейтронов, испускаемых распадающимися ядрами радионуклидов. Реакции деления тяжелых ядер также сопровождаются испусканием избыточных нейтронов, так называемых нейтронов деления. Для защиты от нейтронного излучения применяют следующие материалы:

- легкие водородсодержащие материалы (водород, вода, полиэтилен и др.);
- легкие материалы, не содержащие водород (углерод, карбид бора и др.) - используются при наличии ограничений на применение водородсодержащих материалов;
- материалы, состоящие из химических элементов со «средним» атомным номером (бетон, различные породы и минералы);
- тяжелые материалы (железо, свинец, вольфрам и др.) - защищают от фотонного излучения и улучшают защитные свойства от быстрых нейтронов из-за высоких сечений неупругого рассеяния;
- металло-водородсодержащие среды.

Принято разделять источники ИИ на естественные и искусственные (техногенные).

К естественным источникам ионизирующего излучения относятся природные радионуклиды и космическая радиация. Уровни естественного излучения в среднем составляют около 2,4 мЗв в год.

Техногенными источниками ИИ являются предприятия ядерного топливного цикла, радиоизотопные приборы, рентгеновские установки различного назначения.

В каждом случае защита от излучения различна. Для защиты от гамма-излучения применяют органические и неорганические радиационно-защитные материалы. Они должны обладать высокими физико-механическими характеристиками, так как чаще всего их используют в качестве несущих конструкций [4-6].

1.2 Основные критерии выбора компонентов при разработке радиационно-защитных материалов

При разработке и производстве радиационно-защитных (РЗ) материалов необходимо учитывать требуемое ослабление/поглощение конкретных видов ионизирующего излучения и необходимые технические характеристики в зависимости от области применения.

Радиационно-защитные материалы должны обладать:

- устойчивостью к длительному воздействию радиации и температуры, влажности, фактического напряженно-деформированного состояния без потери своих заданных свойств в течение всего технологического цикла;

- высокой коррозионной и термической стойкостью, теплопроводностью, минимальным коэффициентом линейного расширения составляющих частей;

- максимально возможной плотностью для ослабления рентгеновского и гамма-излучения;

- совместимостью компонентов для минимального механического и химического взаимодействия друг с другом;

- устойчивыми физико-механическими показателями;

- водонепроницаемостью, жаростойкостью, морозоустойчивостью, экологичностью, пожаро- и взрывобезопасностью.

Для снижения уровней радиационного воздействия до уровня, разрешенного НРБ-99/2009 значений, требуются специальные материалы [3].

В настоящее время активно разрабатываются современные радиационно-защитные материалы на основе металлов и их сплавов [7-13], органических и неорганических полимеров [7, 16-19], керамических и силикатных материалов [20-23], бетонов [7, 24] с определенными добавками, предназначенные для защиты от нейтронного и гамма-излучения.

Металлы с большим порядковым номером и их соединения (железосодержащие, вольфрамсодержащие, свинецсодержащие материалы) применяют для защиты от гамма-излучения.

Для защиты от быстрых нейтронов используют гидриды металлов, воду, тяжелую воду, графит. После замедления быстрых нейтронов необходимо обеспечить поглощение тепловых и медленных нейтронов материалами с большим сечением. В качестве защиты от тепловых нейтронов применяют материалы с большим сечением поглощения (захвата) тепловых нейтронов. Такими материалами, являются кадмий, бор, гадолиний и т.д.

В таблице 1.1 представлены данные по сечению захвата некоторых элементов при их взаимодействии с быстрыми нейтронами (энергия 3-10 МэВ) и тепловыми нейтронами (энергией 0,025 эВ). Для быстрых тепловых нейтронов даны полные эффективные сечения $\sigma_{\text{полн}}$, а для тепловых нейтронов сечение рассеяния σ_p и сечение захвата σ_z .

Таблица 1.1 - Сечение захвата тепловых нейтронов [1, 14, 15]

Элемент или изотоп	Б.н. $\sigma_{\text{полн}}$	Сечение, 10^{-28} м^2 (барн) для тепловых нейтронов		Элемент или изотоп	Б.н. $\sigma_{\text{полн}}$	Сечение, 10^{-28} м^2 (барн) для тепловых нейтронов	
		σ_p	σ_z			σ_p	σ_z
H	0,9	32,0	0,330	Cr	3,0	4,0	2,0
Li	1,5	1,2	71,0	Mn	3,0	2,1	13,3
⁶ Li	-	-	936,00	Fe	3,0	11,4	2,53
Be	1,7	7,5	0,010	Co	3,2	6,0	36,0
B	1,4	4,4	755,0	Ni	3,2	17,5	4,6
¹⁰ B	-	4,0	3840,00	Cu	3,2	7,8	3,7
³ He	-	1,0	5327,00	Zn	3,5	4,0	1,1
C	1,3	5,0	0,003	Ag	4,3	6,0	62,0
O	1,3	4,2	-	Cd	4,3	7,0	2600,0
Na	2,4	3,4	0,51	Sn	4,4	5,0	0,6
Mg	1,6	3,6	0,06	Sb	4,3	4,1	5,0
Al	1,7	1,4	0,23	Te	4,4	4,4	4,5
K	2,4	2,0	2,0	W	4,9	6,0	19,0
Ca	2,3	3,0	0,43	Gd	-	-	3900,0
Eu	-	8,0	4800	Sc	-	8,56	11,7
Ce	-	4,7	0,63	Y	-	7,67	1,28

В большинстве случаев, технологические процессы сопровождаются нейтронным и гамма-излучением одновременно, поэтому целесообразно применять материалы, содержащие вещества, поглощающие оба излучения.

Авторами в работах [25, 26] представлена оценка защитных характеристик композиционных материалов системы Al-B₄C, W-B₄C. Выбранные материалы были протестированы в четырех различных энергетических режимах, чтобы всесторонне

охарактеризовать их экранирующие характеристики. Энергетические режимы, исследованные в данных работах, называются тепловыми, надтепловыми, высокоэнергетическими и быстрыми энергетическими спектрами. С помощью программы моделирования Monte Carlo N-Particle Transport Code (MCNP®) показано, что материалы на основе системы W-B₄C является наиболее эффективным экранирующим материалом в целом.

В статье [27] опубликованы исследования по изучению РЗ свойств материалов на основе борида вольфрама, карбида бора и их послойных комбинаций полученных СВС (самораспространяющийся высокотемпературный синтез)-процессом. Исследования проводились при толщине защитных экранов от 1 до 12 см, изготовленных из В₄С и WB. Результаты исследований показывают, что наиболее эффективна защита при определенной толщине слоя борида вольфрама. Оптимальным по массогабаритным показателям материалом при защите от быстрых нейтронов (кратность ослабления 1,15) является В₄С, слой которого равен 1,5 см, при этом для WB слой составляет 6,7 см. Для уменьшения потока надтепловых нейтронов в 1,15 раза необходимо: 6,5 см многослойной защиты, из которых 2 см - WB и 4,5 см - В₄С. Исследования защитных свойств от гамма-излучения проводили для WB и многослойного В₄С-WB при различной толщине слоя WB, в сравнении со свинцом. Толщина образцов варьировалась от 12 до 15 мм. Кратность ослабления 1,4 обеспечивается многослойным материалом В₄С-WB плотностью 6 г/см³ и WB плотностью 6,6 г/см³.

Опубликованы результаты исследований [28-36] по разработке композиционных материалов систем W - В - С без металлического связующего, полученных реакционным спеканием, горячим прессованием, СВС, синтезом материалов ионно-лучевым распылением, дуговой плавкой на постоянном токе. Такие материалы обладают высокими прочностными свойствами (пределом прочности, пределом текучести, твердостью), но плохой обрабатываемостью, поэтому изготовление из них конструкций сложной конфигурации затруднено.

Перспективным направлением является разработка и изготовление облегченных РЗ композиционных материалов с применением в качестве матрицы алюминия [8, 9, 37-39], который позволяет придать материалу высокую теплопроводность и отражение тепловых потоков, пластичность и стойкость к агрессивным средам, обеспечить монолитность конструкции, минимальную усадку при монтаже и эксплуатации, водонепроницаемость и газонепроницаемость, коррозионную стойкость.

1.3 Основные способы получения металломатричных композиционных материалов

Существует несколько способов получения металломатричных композиционных материалов (ММКМ). К ним относятся твердофазные, жидкофазные, осаждение/напыление и их комбинирование.

При изготовлении материалов твердофазными способами матрица находится в твердом состоянии. Твердофазные способы представлены на рисунке 1.1.



Рисунок 1.1 – Твердофазные способы получения металломатричных композиционных материалов

Основные преимущества твердофазных способов - это возможность:

- использования в качестве матрицы труднодеформируемых металлов, их соединений и сплавов;
- достижения высоких концентраций армирующей фазы;
- использования оборудования, существенно не отличающегося от обычно применяемого в порошковой металлургии.

Недостатками твердофазных способов является:

- неравномерность распределения армирующих компонентов по объему изделия из-за возможного комкования их в ходе перемешивания шихты;

- возможность повреждения хрупких армирующих компонентов при перемешивании, уплотнении или деформации;

- повышенное содержание оксидов и других примесей из-за развитой поверхности матричных или армирующих порошков [40,41].

При изготовлении материалов жидкофазными способами расплавленную матрицу совмещают с упрочняющими армирующими компонентами (волокнами, порошками). К жидкофазным относят способ направленной кристаллизации и инфильтрацию волокон или порошков матричным расплавом (инфильтрация: вакуумная, компрессионная, при нормальном давлении, вакуумно-компрессионная).

Основными преимуществами жидкофазных способов являются:

- возможность получения КМ сложной конфигурации с минимальной последующей механической обработкой;

- ограниченное силовое воздействие на хрупкие компоненты материала;

- широкая номенклатура компонентов, используемых для создания композитов;

- простота аппаратного оформления;

- высокая производительность.

Жидкофазные методы позволяют получать материалы из разных компонентов, которые по-другому нецелесообразно или невозможно получить.

Недостатками жидкофазных способов являются:

- низкая воспроизводимость в результате сложности контроля показателей обработки;

- возможность нежелательных химических реакций на границе раздела фаз между расплавленным металлом и армирующими компонентами;

- ограничение по выбору матричного материала (применяются легкоплавкие металлы и сплавы) [40, 41].

При получении материалов способами осаждения/напыления материал матрицы наносится на армирующий наполнитель из расплавов солей или иных химических соединений [41]. Способы разделяют на:

- химические (химическое осаждение) и электрохимические (гальванические);

- газо- и парофазные (вакуумное осаждение паров, газотермическое нанесение покрытий: плазменные, газопламенные, электродуговые, высокочастотные).

Такие КМ обладают более высокой твердостью в сравнении с материалами, изготовленными литьем, благодаря более дисперсной структуре и меньшей пористости.

Комбинированные способы - это совместное применение перечисленных выше способов получения композиционных материалов. Армирующий компонент вводится в металлическую матрицу в твёрдом состоянии, за исключением эвтектических КМ, где

армирующий компонент образуется из расплава в процессе направленной кристаллизации эвтектики.

Выбор определенного способа получения композиционного материала зависит от характеристик исходных компонентов, возможности внесения упрочняющей фазы без их повреждений, равномерности распределения компонентов в матрице, получения требуемых физико-механических свойств конечного материала [40,41].

1.4 Существующие алюмоматричные радиационно-защитные материалы, армированные бор и вольфрамсодержащими порошками

Среди материалов, применяемых в качестве матрицы, определённым преимуществом обладают алюминий и его конструкционные сплавы. Для них характерна высокая технологичность и стабильность свойств конечного изделия при изменении температурного режима эксплуатации (для чистого алюминия до 150 °С, для модифицированного алюминиевого сплава до 450 °С).

На сегодняшний день разработаны РЗ материалы, многие из которых способны защищать только от одного вида ионизирующего излучения. Кроме того, они обладают рядом эксплуатационных и физико-механических недостатков, таких как малый температурный диапазон эксплуатации, высокая себестоимость, подверженность радиационному разбуханию и низкая прочность на растяжение и изгиб [37,40].

В России и за рубежом разработаны и исследованы радиационно-защитные алюмоматричные композиционные материалы на основе алюминия и его сплавов, армированных борсодержащими порошками. Для создания композиционных материалов применяют способы горячего проката [41-45], прессования/прессования+спекания [43, 45-57], экструзии [56, 58-67], механохимического синтеза [68-70], литья/литья с перемешиванием [71-85], инфильтрацией [86-88], спекания [90-96],ковки [97], обработки трением с перемешиванием [98-99], напыления [33, 100] и др.

Исследователями получены материалы системы Al-B₄C с содержанием от 5 до 80 вес. % карбида бора. Механические свойства изученных композиционных материалов при комнатной температуре варьируются в диапазоне: предел текучести $\sigma_{0,2} = 75-238$ МПа; предел прочности $\sigma_B = 95-566$ МПа; относительное удлинение $\delta = 2-41\%$; относительное сужение $\psi = 4-16\%$; KCV = 20-130 кДж/м², твердость по Бринеллю 50-310 НВ, твердость по Виккерсу 22-190 НВ.

В настоящее время основными нейтронно-поглощающими материалами, которые выполнены на основе легкой алюминиевой матрицы и применяются в устройствах и сооружениях по перевозке и хранению отработавшего ядерного топлива (ОЯТ),

дистанцирующих решетках для топливных сборок реакторов, являются следующие сплавы на основе системы Al-B/B₄C:

- Boraflex,
- 3M™ Neutron Absorber Composite (ранее - Boral®),
- 3M™ 10B Enriched Borated Aluminum
- Bortec,
- Carborundum,
- BoroBond.

Основными компаниями, владеющие правами на изготовление таких материалов, являются: Ceradyne Canada ULC (Канада), 3M company (США) [101]; DWA (США) [102]; RioTintoAlcan (Канада) [103]; Talon Composites (США), Talbor Composites, LLC (США) [104, 105]; Mitsubishi Heavy Industries (Япония) [106]; Hitachi Metals (Япония) [107]; Holtec International, Inc. (США) [108].

По ориентировочным оценкам компании Talon Composites (США) по общему объему мирового рынка стоимость сплавов на основе системы Al-B для применения в атомной промышленности составляет порядка 400 - 700 млн. \$ в год. Объем поставок и стоимость материалов не разглашается.

Основными способами производства этих материалов в промышленных объемах являются: порошковая металлургия (вакуумное спекание, горячая прокатка, горячее изостатическое прессование HIP, сэндвич-технология, экструзия) и замешивание в расплав как порошков, так и лигатур бора с образованием композиционных материалов или истинных сплавов бора и алюминия (при этом может использоваться как обогащенный, так и естественный бор).

Промышленное производство нейтронно-поглощающих материалов, базирующихся на легкой алюминиевой матрице, в России не налажено, несмотря на высокую в них потребность (применяются борированные нержавеющие сплавы марки SS 304, 33MnB5, 04X14T3P1Ф и т.д.).

В настоящее время ведутся исследования по разработке композиционных материалов на основе алюминия и его сплавов, содержащих в себе бор и вольфрам.

Авторами работы [109] предложен способ получения высокоплотного алюмоматричного композиционного материала с добавлением наноразмерного порошка вольфрама и ультрадисперсного порошка карбида бора для обеспечения защиты от ионизирующих излучений. Исходные порошки системы AMg6-B₄C-W перемешивали с заданными массовыми содержаниями соответствующих компонентов 65-15-20 масс.% и 74-6-20 масс.%. Смешение порошков проводили в шаровой мельнице. Полученные композиционные смеси порошков

подвергали консолидации методом холодного одноосного прессования в закрытых жёстких пресс-формах.

В работе [66, 110] использован метод предварительной механоактивации, позволяющий получать гомогенное распределение армирующих борсодержащих компонентов и нанопорошков вольфрама в матрице. Исходными материалами служили: высокопрочный алюминиевый сплав 7075 (Al-7%Zn-3,5%Mg-1,5%Cu-0,4%Zr), бор, нитрид бора, карбид бора, вольфрам. Далее материалы получали механическим сплавлением с последующим компактированием методом горячей экструзии при температуре 450 °С со скоростью 0,5 м/мин. Полученные КМ состава, масс. %: 7075 - 30 % В, 7075 - 40 % BN и 7075 - 20 % В₄С - 2 % W обладают твердостью порядка 75 - 86 HRB и плотностью 2,30 - 2,87 г/см³.

В ОАО «Научно-исследовательский и конструкторский институт монтажной технологии - Атомстрой» разработаны и исследованы [111, 112] алюмоматричные КМ, армированные BN/В₄С и нановольфрамом, следующих составов: АМг6+BN+W; В95+BN+W; АМг6+В₄С+W; В95+В₄С+W. Высокодисперсные порошки нитрида и карбида бора получены механохимическим синтезом. Исходный В₄С предварительно измельчали в механоактиваторе планетарного типа до крупности частиц от 0,1 до 1 мкм. Наноразмерный вольфрам (W_n) был получен прокаливанием вольфрамовой кислоты с дальнейшим высокоинтенсивным помолом и восстановлением в водороде. Порошки алюминиевых сплавов АМг и В95 были перемешаны с BN/В₄С и W в планетарной шаровой мельнице в воздушной среде. После предварительной дегазации с одновременным спеканием порошков смесь подвергали экструзионному прессованию в алюминиевых технологических капсулах при температуре (0,8-0,9)T_{пл} от температуры плавления. В результате были получены образцы КМ в виде полос размером 10x50x1000 мм со следующими свойствами: предел прочности на разрыв 350-500 МПа, предел текучести 300-430 МПа; коэффициент ослабления нейтронного излучения 2,15 - 3,0 (при J_{нейтр} = 3,1-4,0·10¹² 1/стер к); коэффициент рассеяния гамма-излучения 1,10-1,15 (при E_γ = 1.33 мэВ).

Известно радиационно-защитное покрытие [113], состоящее из множества чередующихся слоёв из W или Al₂O₃/BN (рисунок 1.2).

Предложенное расположение слоёв объясняется тем, что при прохождении частицы электрона (e⁻) вещества первого слоя (Al₂O₃, BN) генерируется вторичное излучение (гамма-лучи), которое эффективно поглощают и рассеивают элементы с большим эффективным электронным радиусом, то есть элементы с высоким атомным номером (Z). При этом происходит генерация вторичных электронов, поглощение и рассеяние которых происходит так же описанным выше образом. Вольфрам (W) используют в виде порошка (частиц 200-500 нм) в слое, следующем за слоем оксида алюминия (Al₂O₃) и/или нитрида бора (BN), которые введены в матрицу аморфного строения, выполненную из неорганического материала, например силиката (стекла).

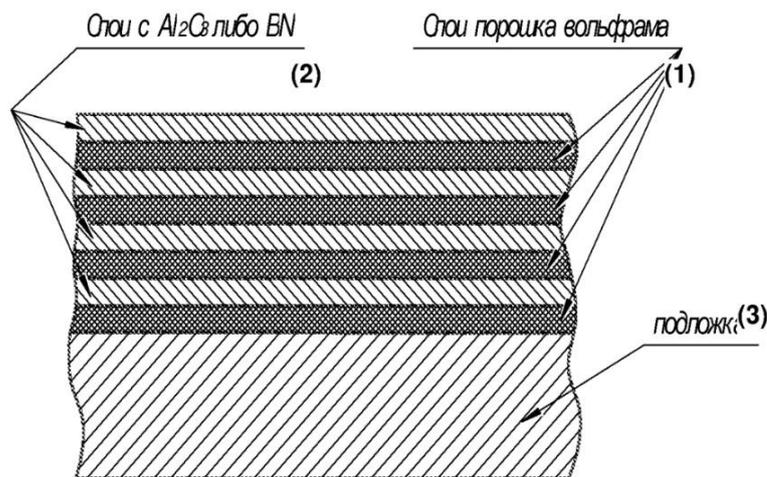


Рисунок 1.2 – Схема композиционного покрытия W-Al₂O₃ (BN)

Покрытие наносится послойно золь-гель процессом на поверхности элементов, подвергающихся воздействию радиации с помощью кисти либо распылителя. Количество слоев и толщина каждого слоя варьируется в зависимости от значений ИИ [113].

В работе [114] получен КМ на основе тугоплавких соединений вольфрама W₂B₅ и WC по алюминотермической реакции при использовании шеелитового концентрата. Алюминотермическое восстановление CaWO₄ концентрата с карбидом бора и углеродом осуществляли на воздухе при температуре ~ 2200 °С с получением спеченного материала системы W₂B₅-WC-Al₂O₃. Процесс получения композиционного материала описан реакцией алюминотермического восстановления в присутствии В₄С и С с образованием борида и карбида вольфрама (реакция 1.1):



Для приготовления шихты исходные компоненты перемешивали в соотношении: на 1 массовую долю CaWO₄ использовали 0,25 - 0,27 доли алюминиевого порошка, 0,1 - 0,15 доли карбида бора, 0,01 доли сажи технической. Реакцию инициировали электрозапалом. Температура при горении смеси достигает 900 - 2200 °С. В результате образуется спеченный материал системы W₂B₅-WC-Al₂O₃, который измельчали и отмывали от CaO и других примесей растворами кислот (HCl, H₂SO₄).

Известен патент [115] на способ получения композитного материала системы Al-B₄C-W и Al-BN-W. В качестве наполнителя используют порошок карбида бора и нитрида бора, дисперсностью частиц 0,5-5 мкм в количестве 5-15 масс.% и порошок вольфрама дисперсностью 0,1-1 мкм в количестве 15-20 масс.% от состава исходной смеси. Компоненты

смеси крупностью частиц до 100 мкм перемешивали в течение 0,5 - 6 часов со скоростью 10-60 об/мин и подвергали холодному прессованию при давлении до 1000 МПа на ультразвуковом гидравлическом прессе в закрытой жесткой пресс-форме, с приложением к пресс-форме ультразвуковых механических колебаний частотой 18-24 кГц и амплитудой колебательного смещения формообразующих поверхностей пресс-формы 1 - 10 мкм. Плотность получаемого материала равна 2,44-2,78 г/см³, предел прочности на сжатие составляет 320 - 405 МПа.

Проводились исследования [89,114] по получению композиционных материалов систем $W B_2-Al_2O_3$ и $W_2B_5-Al_2O_3$ методами высокотемпературного синтеза и алюминотермии с использованием исходных компонентов WO_3 , B_2O_3 , Al, W, B_4C . Такой метод получения радиационно-защитных материалов недостаточно изучен и не имеет промышленного применения.

В последние годы проводятся исследования, связанные с использованием механической активации для получения композиционных материалов. Механическая активация исходных порошков способствует повышению качества спеченных материалов, и снижает температуру синтеза материала [116-119]. Совмещение механической активации повышает эффективность способов получения материалов.

1.5 Выводы по главе 1

1 В настоящее время на предприятиях ядерного топливного цикла, АЭС, космической и авиационной промышленности, военных и медицинских отраслях широко используются различные аппараты, радиоизотопные приборы, рентгеновские установки различного назначения, работающие с источниками ионизирующего излучения. В связи с этим разработки современных радиационно-защитных материалов, работающих при разных видах излучения, особенно рентгеновском, гамма и нейтронном излучении, приобретают большую актуальность.

2 Для защиты от гамма-излучения важное значение имеет выбор используемого материала. В настоящее время применяются металлы железо, вольфрам, свинец и их соединения, для защиты от быстрых нейтронов используют гидриды металлов, воду, тяжелую воду, графит. В качестве защиты от тепловых нейтронов применяют материалы с большим сечением поглощения тепловых нейтронов: кадмий, бор, гадолиний. Алюминий, используемый в качестве матрицы, придает радиационно-защитному материалу высокую пластичность, теплопроводность, коррозионную стойкость, устойчивость к агрессивным средам, водо- и газонепроницаемость и позволяет обеспечить монолитность конструкции с минимальной усадкой при эксплуатации.

3 Рассмотрены основные способы получения композиционных материалов и существующие способы изготовления алюмоматричных радиационно-защитных материалов. Основными способами производства этих материалов в промышленных объемах являются: порошковая металлургия (вакуумное спекание, горячая прокатка, НР, сэндвич-технология, экструзия) и жидкофазные технологии (замешивание компонентов в расплав).

4 На основе проведенного литературного анализа выявлено перспективное направление в разработке облегченных РЗ материалов на основе алюминия. В качестве армирующих компонентов в алюмоматричных композиционных материалах для защиты от нейтронного и гамма-излучения целесообразно применять одновременно бор, вольфрам или их карбиды (B_4C , WC), оксид вольфрама (WO_3), бориды вольфрама. Соотношение компонентов в материалах определяется требованиями к поглощению определенной дозы нейтронного и гамма-излучения.

5 Востребованность в радиационно-защитных материалах в промышленном секторе весьма значительна, а расширение использования ядерно-энергетических объектов в различных областях экономики позволит внедрять новые способы их получения с высокой экономической эффективностью.

6 На основе проведенного анализа литературных источников выявлено перспективное направление в усовершенствовании способов получения КМ за счет проведения предварительной механической активации исходных компонентов.

2 Получение радиационно-защитного композиционного материала системы Al-B₄C-WO₃ и Al-B₄C-W методом инфильтрации под давлением

Для получения радиационно-защитного (РЗ) композиционного материала выбран метод инфильтрации под давлением, с использованием в качестве армирующих компонентов карбида бора, вольфрама и оксида вольфрама. Данный метод является экономичным и гибким вариантом получения КМ с высоким содержанием упрочняющей фазы.

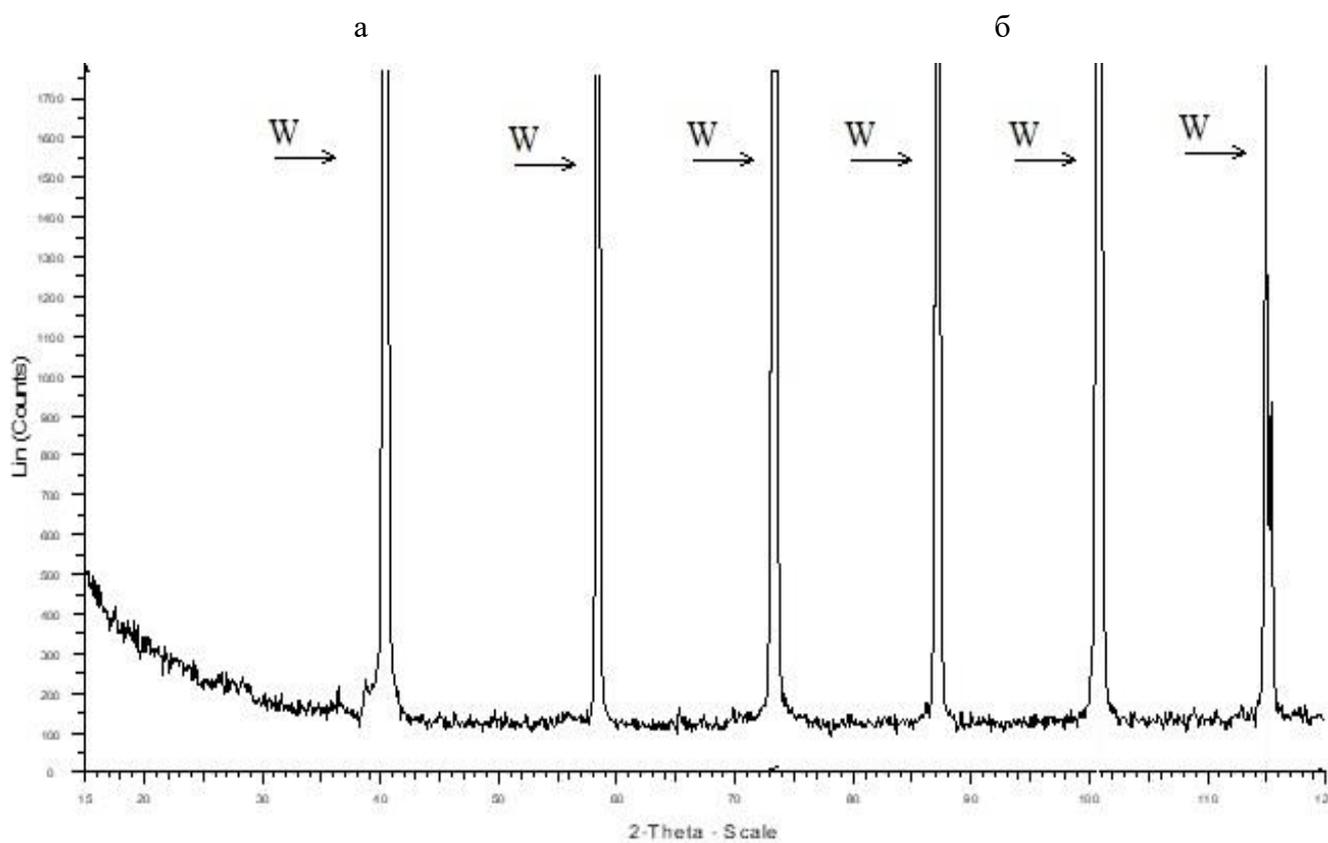
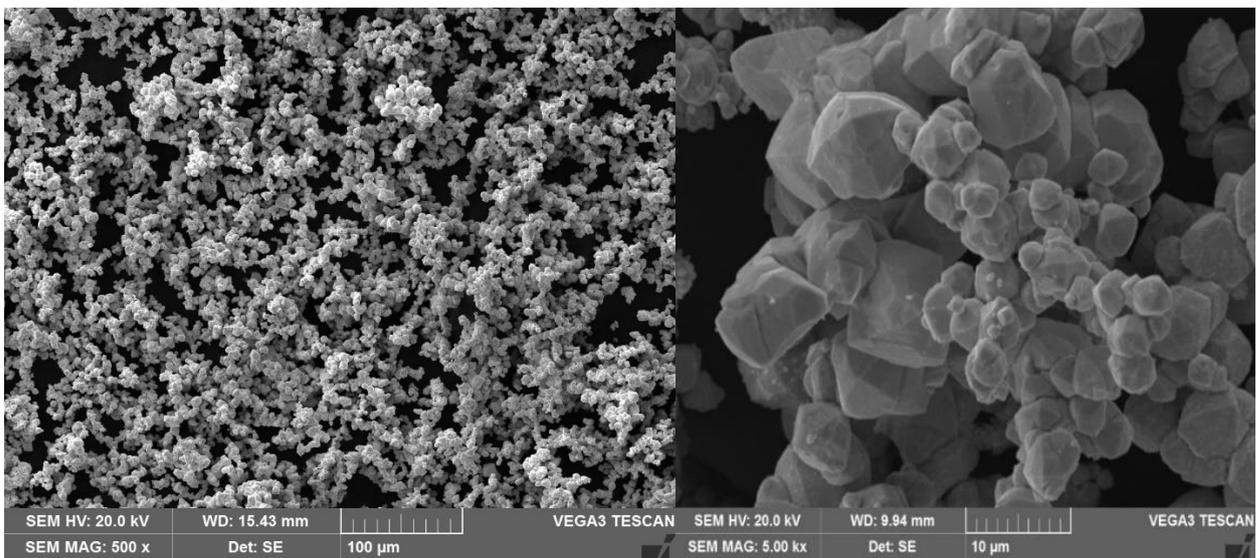
2.1 Материалы и их характеристики, используемые для получения композиционного материала системы Al-B₄C-WO₃ и Al-B₄C-W

В работе использовались промышленно производимые в РФ порошки карбида бора, зернистостью F 70 (ГОСТ Р 52381-2005) [120]; вольфрама дисперсностью 6-11 мкм, марки ПВН (ТУ 48-19-72-79); оксида вольфрама дисперсностью 50 мкм, полученный прямым окислением порошка вольфрама при температуре 600 °С на воздухе. В качестве матрицы композиционного материала выбран А99 в чушках (ТУ 6-09-02-529-92).

В работе проведены исследования структуры и рентгенофазового состава исходных порошков карбида бора, вольфрама и оксида вольфрама.

Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре D8 ADVANS (BRUKER, США) с использованием монохроматора на дифрагированном пучке характеристического излучения CuK α (длина волны равна 0,154178 нм) в шаговом режиме и при непрерывной записи в интервале углов (2θ от 20° до 160°) со скоростью вращения счетчика 2 об/мин. Структурные исследования образцов проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA LMH (TESCAN, Чехия) и системы рентгеновского энергодисперсионного микроанализа Oxford Instruments Advanced AZtecEnergy (Oxford Instruments, Великобритания) .

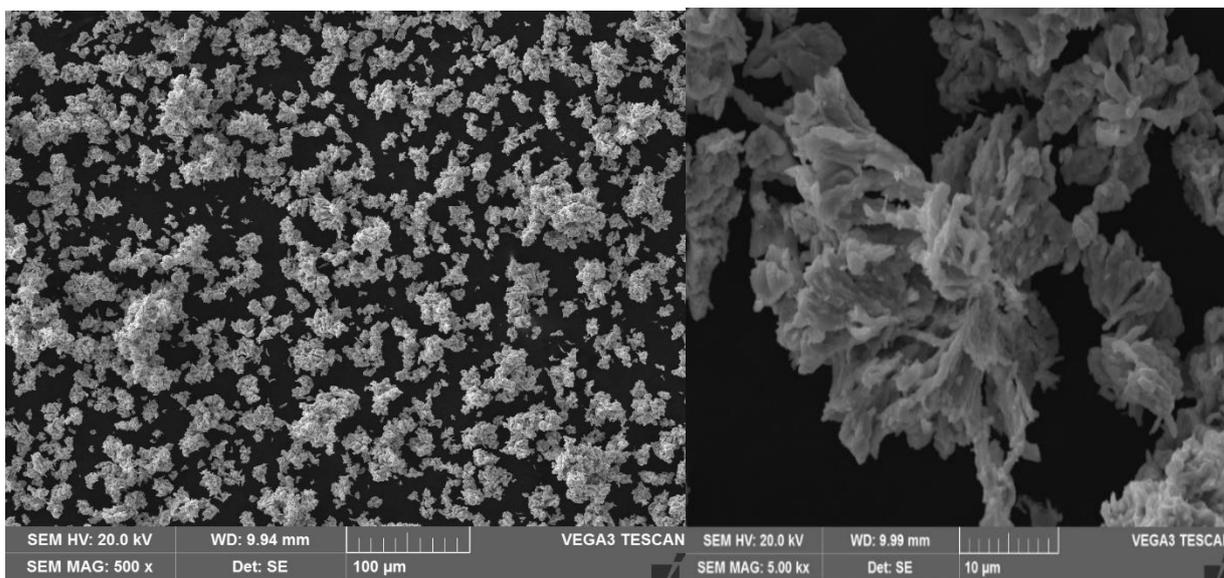
На рисунках 2.1-2.3 представлены фотографии и дифрактограммы исходных порошков W, WO₃, и B₄C.



В

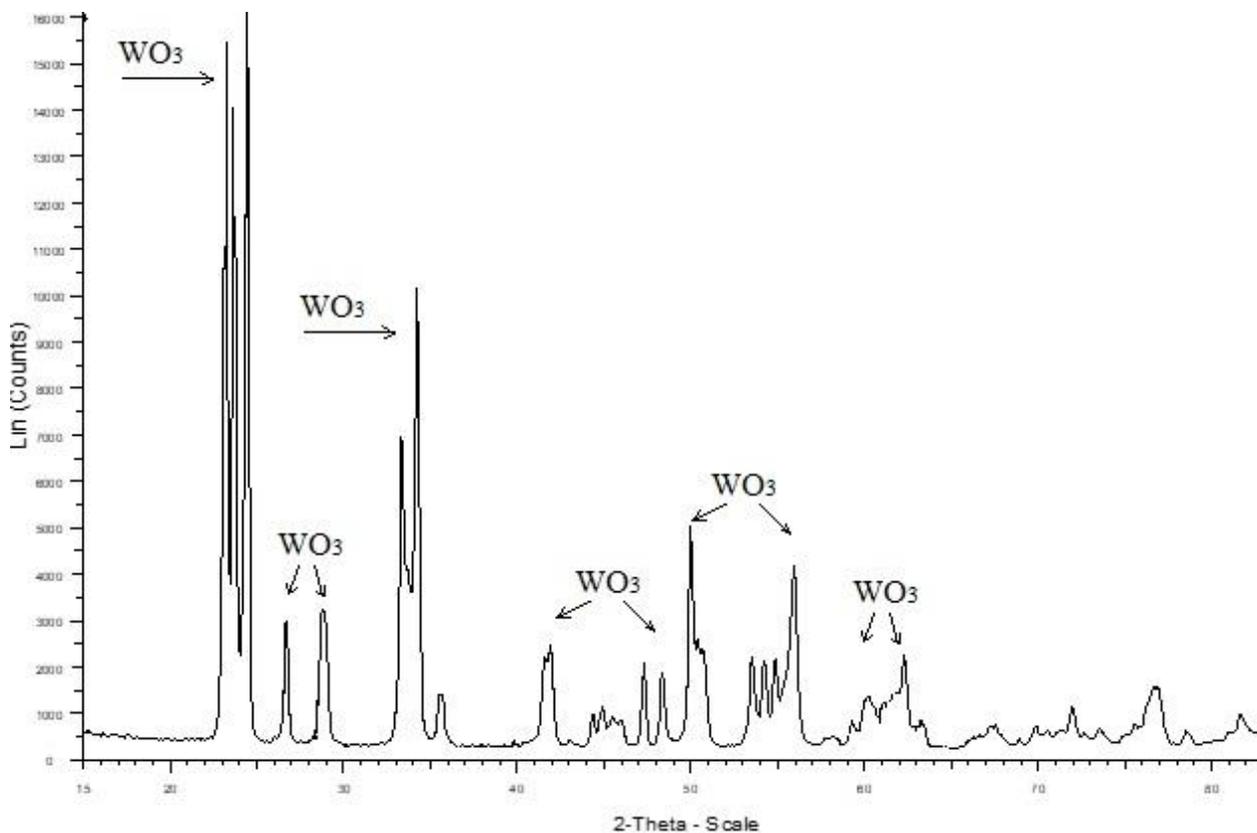
Рисунок 2.1 – Фотография (а,б) и дифрактограмма (в) порошка вольфрама

В исходном порошке вольфрама определена только устойчивая модификация вольфрама (α -вольфрама), пространственная группа $Im\bar{3}m$, кубической сингонии, объемно-центрированной решетки.



а

б



в

Рисунок 2.2 – Фотография (а,б) и дифрактограмма (в) порошка оксида вольфрама

Как видно из представленных рисунков, оксид вольфрама имеет более развитую форму частиц, чем чистый вольфрам. РФА показал наличие оксида вольфрама с моноклинной кристаллической структурой соединения, пространственная группа $P21/n$, примитивной решетки, и триклинной кристаллической структурой соединения, пространственная группа $P-1$, примитивной решетки.

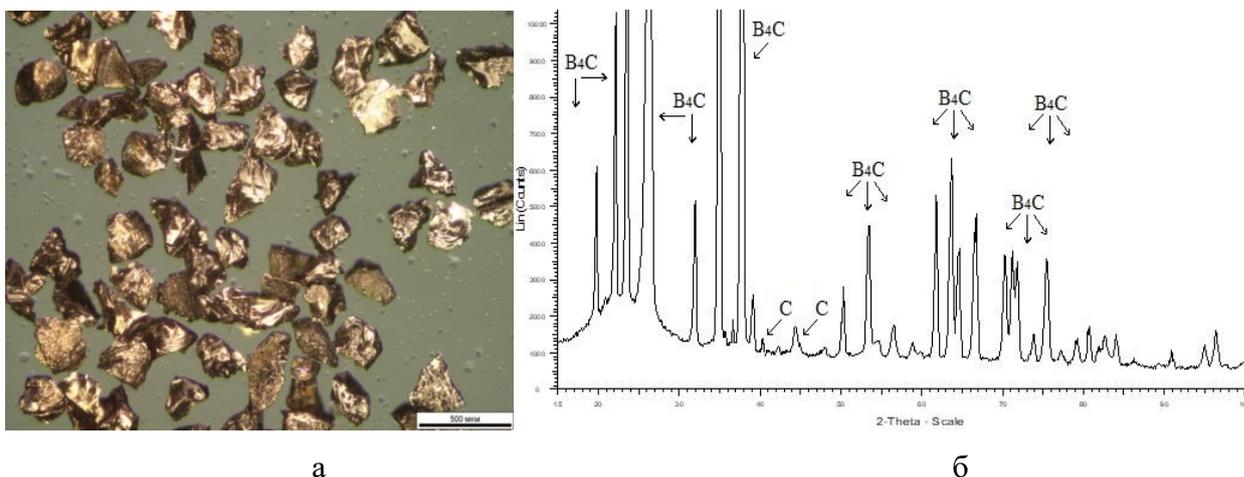


Рисунок 2.3 – Фотография (а) и дифрактограмма (б) порошка карбида бора

РФА карбида бора показал тригональную кристаллическую структуру соединения, пространственную группу $R\bar{3}m$ и ромбическую решетку, наличие углерода тригональной кристаллической структуры, пространственной группы $R\bar{3}m$ с ромбической решеткой и $R\bar{6}3/mmc$ с гексагональной решеткой.

Для расчета объемных долей компонентов в композиционном материале определена насыпная плотность по ГОСТ 19440-94 [121] и плотность утряски исходных порошков по ГОСТ 25279-93 (ИСО 3953-85) [122]. Результаты испытаний приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Значения плотностей насыпной и с утряской порошков B_4C , WO_3 и W

Порошок	масса, г	Объем, см ³		Плотность, г/см ³	
		насыпной	с утряской	насыпной	с утряской
B_4C	96,6	100,00	84,00	0,97±0,03	1,15±0,03
WO_3	106,84	100,00	66,00	1,07±0,03	1,62±0,03
W	481,52	100,00	86,00	4,82±0,05	5,60±0,05

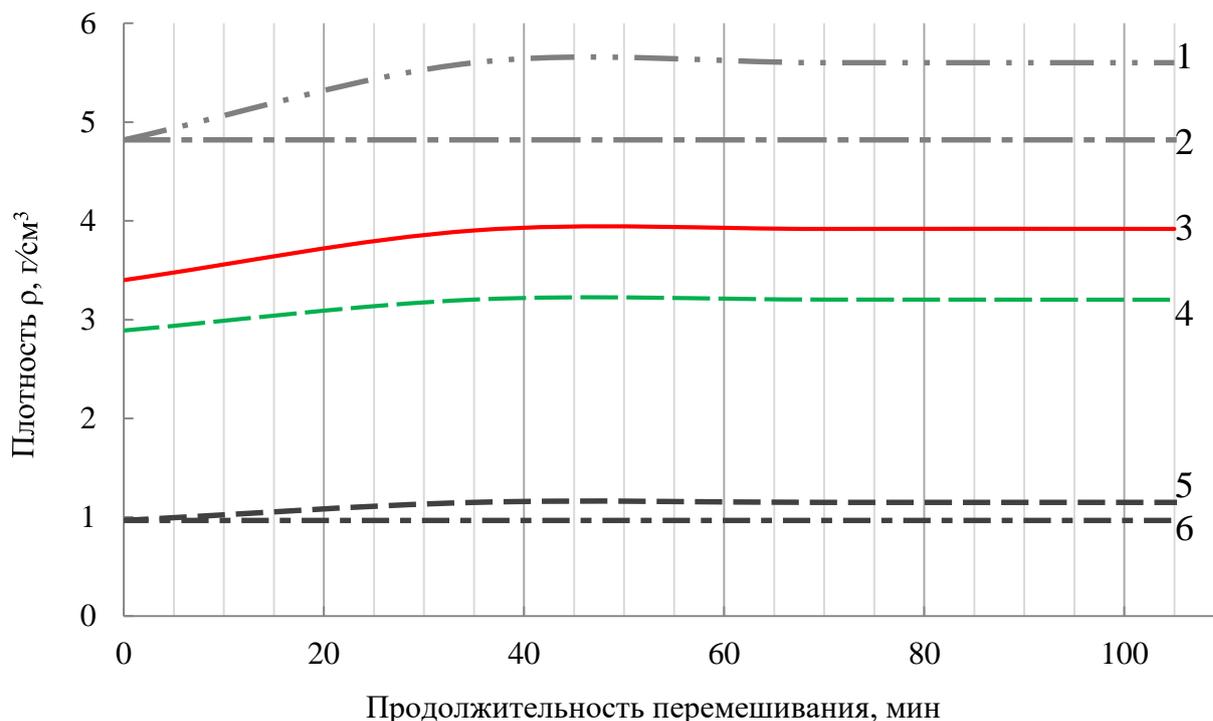
2.2 Предварительная подготовка смесей армирующих компонентов для получения композиционного материала системы Al- B_4C - WO_3 и Al- B_4C -W

Важным требованием к РЗ материалам является равномерное распределение компонентов по всему объему композиционного материала. Поэтому перед проведением инфильтрации под давлением необходимо провести предварительное смешение армирующих компонентов B_4C - WO_3 и B_4C -W и определить режимы процесса.

Смеси порошков B_4C и WO_3 , а также B_4C и W, объемом по 50 см³ помещали в смеситель СДВ-10 с частотой оборотов 38 об/мин и в течение 35-350 минут проводили их перемешивание

для получения равномерного объемного распределения порошков в смеси. После каждого перемешивания измеряли плотности порошков в свободной насыпке и после утряски и рассчитывали объемные доли компонентов в материале и плотности материалов. Результаты представлены в таблице 2.2.

Испытания проводили до тех пор, пока плотность утряски образцов не принимала постоянное значение. Полученные данные приведены на рисунке 2.4 и таблице 2.2.



- 1 – порошок W после утряски; 2 – порошок W без утряски;
 3 – смесь (W+B₄C) после утряски; 4 – смесь (W+B₄C) без утряски;
 5 – порошок B₄C после утряски; 6 – порошок B₄C без утряски.

Рисунок 2.4 – Зависимость насыпной плотности и плотности утряски от продолжительности перемешивания для B₄C, W и их смеси

Таблица 2.2 – Насыпная плотность и плотность утряски смеси порошков B₄C и W после механического перемешивания

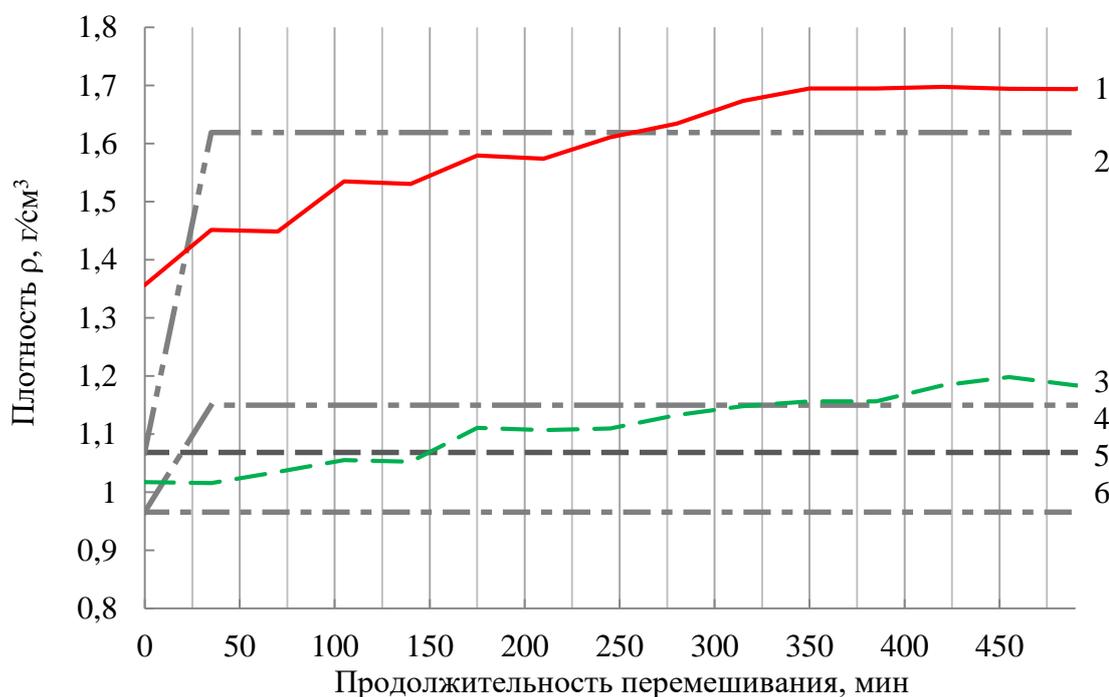
№	Масса, г	Объем насыпной, см ³	Объем с утряской, см ³	Плотность, г/см ³		Продолжительность перемешивания, мин
				Насыпная	С утряской	
1	249,06	100,00	85,00	2,89	3,40	0,00
2	288,45	90,00	74,00	3,20	3,90	35,00
3	288,20	90,00	74,00	3,20	3,90	70,00
4	288,06	90,00	74,00	3,20	3,89	105,00

Стабилизация значений плотностей при использовании в смеси чистого W свидетельствует о том, что никаких морфологических изменений с порошком не происходит, компоненты равномерно распределены по всему объему смеси. Проведение перемешивания в течение 35 минут достаточно для получения стабильного значения плотности смеси порошков.

Аналогичные эксперименты и расчеты проводились для смеси порошков W_4C-WO_3 . Для данной смеси порошков понадобилось более длительное предварительное перемешивание, чем для смеси порошков W_4C и W, что связано с морфологией частиц порошка WO_3 (рисунок 2.2).

Как видно из представленного выше рисунка 2.2, оксид вольфрама имеет более развитую форму поверхности, чем чистый вольфрам. Во время перемешивания самые длинные части WO_3 под действием деформации разрушаются и образуется псевдокомпактная частица, которая в дальнейшем не изменяется. Это подтверждается выходом графика на горизонтальную площадку. Горизонтальные площадки на графике означают установление равновесного распределения порошков W_4C и WO_3 в смеси.

На рисунке 2.5 и в таблице 2.3 представлены зависимости насыпной плотности и плотности утряски от продолжительности механического перемешивания для W_4C и WO_3 и данные проведенных экспериментов.



- 1 – смесь ($WO_3 + W_4C$) после утряски; 2 – порошок WO_3 после утряски;
 3 – смесь ($WO_3 + W_4C$) без утряски; 4 – порошок WO_3 без утряски;
 5 – порошок W_4C с утряской; 6 – порошок W_4C без утряски.

Рисунок 2.5 – Зависимость насыпной плотности и плотности утряски от продолжительности механического перемешивания для W_4C, WO_3 и их смеси

Таблица 2.3 – Насыпная плотность и плотность утряски смеси порошков В₄С и WO₃ после механического перемешивания

№	Масса, г	Объем насыпной, см ³	Объем с утряской, см ³	Плотность, г/см ³		Продолжительность перемешивания, мин
				Насыпная	С утряской	
0	101,72	100,00	75,00	1,02	1,36	0,00
1	101,59	100,00	70,00	1,02	1,45	35,00
2	101,40	99,00	70,00	1,03	1,45	70,00
3	101,30	96,00	66,00	1,06	1,53	105,00
4	102,02	96,00	66,00	1,05	1,53	140,00
5	101,07	91,00	64,00	1,11	1,58	175,00
6	100,71	91,00	64,00	1,11	1,57	210,00
7	100,44	91,00	62,00	1,11	1,61	245,00
8	99,87	90,00	62,00	1,13	1,63	280,00
9	99,69	88,00	61,00	1,15	1,67	315,00
10	98,52	86,00	58,00	1,16	1,69	350,00
11	98,29	85,00	58,00	1,16	1,69	385,00
12	98,45	83,00	58,00	1,19	1,70	420,00
13	98,25	82,00	58,00	1,20	1,69	455,00
14	98,24	83,00	58,00	1,18	1,69	490,00

Проведенные исследования показали, что для получения однородного пористого тела, смесь В₄С и WO₃ необходимо перемешивать не менее 350 минут, а для смеси В₄С и W - достаточно 35 минут. Значения насыпной плотности и плотности утряски для смеси порошков В₄С и W составили 3,20 г/см³ и 3,89 г/см³ соответственно, а для смеси В₄С и WO₃ - 1,18 г/см³ и 1,69 г/см³ соответственно.

2.3 Расчет объемной доли компонентов в пористой заготовке и плотности композиционных материалов системы Al-В₄С-WO₃ и Al-В₄С-W

Для определения плотности композиционных материалов и остаточной пористости проведен расчет объемной доли компонентов в пористой заготовке системы В₄С-WO₃ и В₄С-W. Расчет проведён, исходя из массы каждого компонента, истинной плотности компонентов и объема смеси в свободной засыпке и после утряски.

При свободной засыпке в пористом теле объемом 100 см³ порошки находятся в соотношении 1:1. Зная истинные плотности компонентов, можно рассчитать истинный объем V, занимаемый каждым отдельным порошком в заготовке:

$$V_{\text{В}_4\text{С}}^{\text{ист}} = 48,30/2,52 = 19,17 \text{ см}^3;$$

$$V_{\text{WO}_3}^{\text{ист}} = 240,78/19,30 = 12,47 \text{ см}^3.$$

Следовательно, общий истинный объем порошков в заготовке составляет:

$$V_{\text{смеси}}^{\text{ист}} = 19,17 + 12,47 = 31,64 \text{ см}^3$$

Зная истинный объем смеси и объем всего пористого тела при свободной насыпке без перемешивания, можно определить объемную долю $\gamma_{\text{об}}$ порошков в заготовке:

$$\gamma_{\text{об}} = (31,64/100) \cdot 100 \% = 31,64 \%$$

При утряске объем заготовки порошковой смеси уменьшается (таблица 2.2), тогда $\gamma_{\text{об}}$ порошков:

$$\gamma_{\text{об}} = (31,64/85) \cdot 100 \% = 37,22 \%$$

Аналогичные расчёты проведены для смеси порошков V_4C и WO_3 для всей серии экспериментов.

Расчетные результаты для двух смесей представлены в таблице 2.4.

Таблица 2.4 – Значение объемной доли смеси порошков в зависимости от продолжительности перемешивания

Номер испытания	Объемная доля, %		Продолжительность перемешивания, мин
	насыпная	с утряской	
Смесь V_4C и W			
0	31,64	37,23	0,00
1	35,16	42,76	35,00
2	35,16	42,76	70,00
3	35,16	42,76	105,00
Смесь V_4C и WO_3			
0	26,48	35,31	0,00
1	26,48	37,83	35,00
2	26,75	40,13	70,00
3	27,59	40,13	105,00
4	27,59	41,38	140,00
5	29,10	41,38	175,00
6	29,10	42,72	210,00
7	29,10	42,72	245,00
8	29,43	43,42	280,00
9	30,10	45,66	315,00
10	30,80	45,66	350,00
11	30,80	45,66	385,00
12	30,80	45,66	420,00
13	30,80	45,66	455,00
14	30,80	45,66	490,00

В результате расчетов получены объемные доли:

- смеси порошков B_4C и WO_3 в заготовке в свободной насыпке (γ_n) и с утряской ($\gamma_{утр}$) после перемешивания 350 минут составляет:

$$\gamma_n = 30,80 \%$$

$$\gamma_{утр} = 45,66 \%$$

- смеси порошков B_4C и W в заготовке в свободной насыпке и с утряской после перемешивания 35 минут составляет:

$$\gamma_n = 35,16 \%$$

$$\gamma_{утр} = 42,76 \%$$

По шихтовке 50/50 каждого компонента получена объемная доля смеси в пористом теле. Следовательно, объемная доля, занимаемая каждым порошком (на примере смеси B_4C и WO_3), составляет половину от объемной доли смеси, полученной при утряске при перемешивании 350 мин.

$$\gamma = 45,66/2 = 22,83 \%$$

Из полученного расчетного значения объемной доли B_4C и WO_3 рассчитана объемная доля бора и вольфрама. Для расчета составим пропорции:

$$B_4C: 1 \text{ моль} - 55,21 \text{ г/моль}$$

$$4B: x \text{ моль} - 43,20 \text{ г/моль}$$

$$WO_3: 1 \text{ моль} - 231,80 \text{ г/моль}$$

$$W: x \text{ моль} - 183,80 \text{ г/моль}$$

Значит, доля занимаемая $4B$ в B_4C равна:

$$4B/B_4C = 43,20/55,21 = 0,83$$

Доля занимаемая W в WO_3 равна:

$$W/WO_3 = 183,80/231,8 = 0,79$$

Отсюда следует, что доля, занимаемая бором в B_4C , при выбранном режиме перемешивания смеси составляет 18,95 %.

Доля, занимаемая вольфрамом в WO_3 , составляет 18,04 %.

Аналогичные расчеты проводим для смеси порошков B_4C и W , где занимаемая доля бора и вольфрама равна 17,74 % и 21,32% соответственно.

На данном этапе подготовки исходных материалов для получения КМ методом инфильтрации под давлением, определены следующие показатели:

- продолжительность перемешивания смеси B_4C и WO_3 не менее 350 минут;

- продолжительность перемешивания смеси B_4C и W - 35 минут;

- объемная доля смеси порошков B_4C и WO_3 в заготовке в свободной насыпке и с утряской после перемешивания 350 минут составляет:

$$\gamma_n = 30,80 \%$$

$$\gamma_{\text{утр}} = 45,66 \%$$

- объемная доля смеси порошков $\text{В}_4\text{С}$ и W в заготовке в свободной насыпке и с утряской после перемешивания 35 минут составляет:

$$\gamma_{\text{н}} = 35,16 \%$$

$$\gamma_{\text{утр}} = 42,76 \%$$

Проведенные расчеты необходимы для оценки и расчета теоретической плотности, остаточной пористости, объемного состава композиционных материалов.

Через истинные плотности порошков и массу определен истинный объем каждого компонента в смеси и истинная плотность смеси порошков.

Истинная плотность смеси $\text{В}_4\text{С}-\text{W}$ составляет: $9,14 \text{ г/см}^3$.

Истинная плотность смеси $\text{В}_4\text{С}-\text{WO}_3$ составляет: $3,72 \text{ г/см}^3$.

Зная объемные доли порошков в смеси для $\text{В}_4\text{С}-\text{WO}_3$ и $\text{В}_4\text{С}-\text{W}$, равные 0,46 и 0,43 соответственно, можем найти истинную плотность полученного КМ. Плотность алюминия равна $2,7 \text{ г/см}^3$.

Плотность КМ на основе $\text{Al}-\text{В}_4\text{С}-\text{W}$:

$$\rho_1 = 0,43 \cdot 9,14 + ((1-0,43) \cdot 2,7) = 5,46 \text{ г/см}^3$$

Плотность КМ на основе $\text{Al}-\text{В}_4\text{С}-\text{WO}_3$:

$$\rho_2 = 0,46 \cdot 3,72 + ((1-0,46) \cdot 2,7) = 3,17 \text{ г/см}^3$$

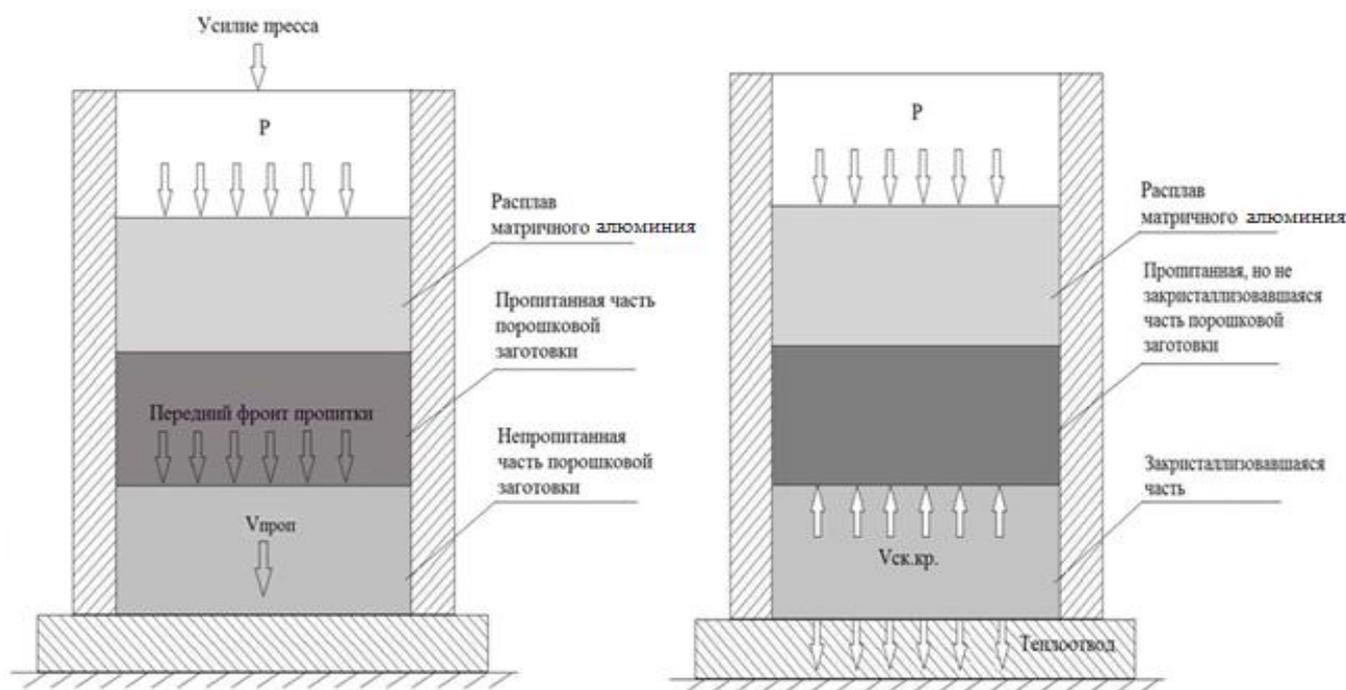
Расчетные значения плотности композиционного материала необходимы для оценки остаточной пористости в материалах, полученных методом инфильтрации под давлением.

2.4 Получение образцов композиционного материала инфильтрацией под давлением

Инфильтрация под давлением представляет собой технологию прямого внедрения матричного алюминиевого расплава в объём порошковой пористой заготовки (смесь порошков $\text{В}_4\text{С} + \text{WO}_3$ и $\text{В}_4\text{С} + \text{W}$) за счёт избыточного давления на зеркало расплава со стороны пуансона, на который, в свою очередь, воздействует перемещающаяся траверса гидравлического пресса. Схема процесса представлена на рисунке 2.6.

В начальный момент порошковая заготовка расположена в нижней части проходной пресс-формы. Пресс-форма помещена на нижнюю пластину. Нижняя пластина необходима для удержания порошка в нижней части пресс-формы, перемещения всей сборки без риска потери порошка, обеспечения необходимой температуры в области нижнего торца пресс-формы при инфильтрации. Подборку ее толщины осуществляют таким образом, чтобы при помещении всей сборки на нижнюю плиту пресса за время заливки расплава и инфильтрации, нижняя пластина остыла бы настолько, чтобы предотвратить вытекание расплава в щель между

порошковой заготовкой и нижней пластиной. Подборку толщины нижней пластины осуществляли экспериментально.



а – схема процесса принудительной инфильтрации, б – схема кристаллизации под давлением

Рисунок 2.6 – Схема процесса принудительной инфильтрации под давлением

Исходный объём расплава подбирали таким образом, чтобы его избыток обеспечил выход фронта кристаллизации за пределы пористой заготовки.

Холодный пуансон опускали в пресс-форму до контакта с зеркалом расплава. Ходовой зазор «пуансон - матрица» составляет 0,1 - 1,0 мм. Холодный нижний торец пуансона в момент контакта формирует под собой герметизирующий слой полужакристаллизовавшегося расплава. Дальнейшее перемещение пуансона вниз под воздействием траверсы прессы не приводит к выходу расплава в зазор, а способствует повышению давления в жидком расплаве. Протечь вниз через зазор между пористой порошковой заготовкой и внутренней поверхностью пресс-формы расплав также не может в силу формирования аналогичного герметизирующего слоя из полужакристаллизовавшегося расплава по всей внутренней поверхности пресс-формы.

Таким образом, обеспечивается герметизация по всем сторонам цилиндра под пуансоном с открытым торцом, примыкающим к порошковой пористой заготовке. Давление в этом замкнутом пространстве, заполненном расплавом, начинает расти.

При достижении критического давления инфильтрации (далее «давление инфильтрации»), расплав начинает проникать в порошковое пористое тело и формирует фронт инфильтрации.

В силу соотношений объёма пор пористой порошковой заготовки и объёма расплава над ней, скорость фронта инфильтрации всегда выше скорости перемещения пуансона (остановка давления на пуансон приводит к остановке фронта инфильтрации). Воздух из пор порошковой заготовки свободно уходит в атмосферу через нижний зазор между пресс-формой и остывшей нижней пластиной.

После прохождения фронта инфильтрации через всю пористую порошковую заготовку, расплав на фронте инфильтрации касается холодных участков пористой порошковой заготовки, захлаживается, теряет жидкотекучесть и останавливается, герметизируя весь нижний торец уже пропитанной пористой заготовки. С этого момента начинается кристаллизация расплава, пропитавшего пористую порошковую заготовку.

За счет теплоотвода, направленного вниз в сторону холодной нижней плиты прессы, в пропитанном объёме формируется фронт кристаллизации, перемещающийся снизу - вверх, навстречу движению пуансона.

В момент начала кристаллизации фронт инфильтрации исчезает и появляется встречное давление, растущее до определённого значения. Величину этого «давления кристаллизации» определяли экспериментально.

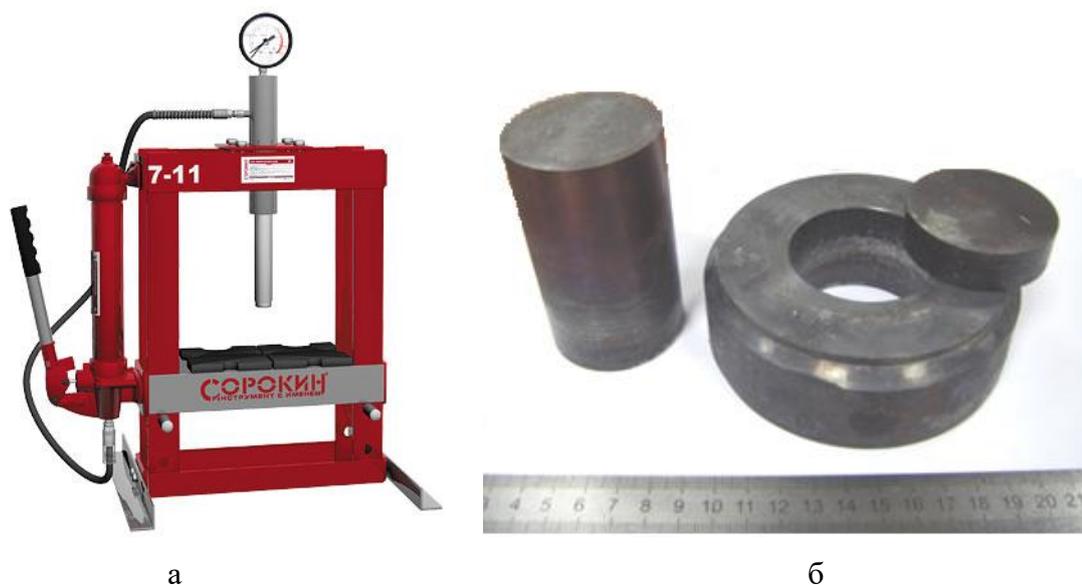
Необходимо прикладывать максимально возможное давление по принципу «чем больше, тем лучше», так как это напрямую уменьшает пористость, обусловленную усадочными процессами. Давление кристаллизации обеспечивает постоянный приток расплава к поверхности фронта кристаллизации (кристаллизация идёт с уменьшением объёма), препятствуя, таким образом, формированию нежелательных усадочных явлений (усадочные раковины, распределенная усадочная пористость).

После остывания образцов и оснастки проводится выпрессовка образцов из пресс-формы.

Для инфильтрации использовали ручной пресс усилием 10 тонн с диаметром поршня 50 мм. На рисунке 2.7 представлены поршень и технологическая оснастка для изготовления образцов инфильтрацией под давлением.

Режимы получения образцов композиционного материала:

- высота засыпки порошковой заготовки - 15 мм;
- объемное соотношение порошковой заготовки к матрице 1:2;
- температура нагрева пресс-формы $t_{пф} = 600$ °С;
- температура нагрева алюминия $t_{Al} = 1000$ °С;
- давление инфильтрации 8-10 МПа;
- продолжительность инфильтрации 3 минуты.



а – Ручной пресс усилием 10 тонн, б – Технологическая оснастка

Рисунок 2.7 – Оборудование для получения экспериментальных образцов методом принудительной инфильтрации

В результате были получены две заготовки диаметром 50 мм и высотой 30 мм (рисунок 2.8), расчетный состав, об. %: 54,4 Al - 33,0 В₄С - 12,6 WO₃ и 57,2 Al - 25,9 В₄С - 16,9 W, которые подвергались дальнейшей механической обработке. Состав материала определен исходя из полученных ранее значений объемных долей и истинных плотностей каждого компонента в смеси.



а – Пропитанная заготовка состава, об. %: 57,2 Al - 25,9 В₄С - 16,9 W

б – Пропитанная заготовка состава, об. %: 54,4 Al - 33,0 В₄С - 12,6 WO₃

Рисунок 2.8 – Заготовки полученных композиционных материалов

2.5 Исследование структуры, фазового состава и прочностных характеристик композиционных материалов

На электроэрозионном станке ДК-77 вырезаны образцы диаметром 5 мм и высотой 10 мм для испытаний на сжатие и образцы диаметром 12 мм и высотой 3 мм (рисунок 2.9) для рентгенофазового анализа. Шлифы изготовлены стандартным механическим методом.



а,б – для исследования механических характеристик;
в – для исследования РФА

Рисунок 2.9 – Образцы композиционных материалов

Для определения состава КМ, полученных методом инфильтрации, проведен рентгенофазовый анализ образцов диаметром 12 мм и высотой 3 мм. Дифрактограммы материалов представлены на рисунках 2.10, 2.11. Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре D8 ADVANS (BRUKER, США).

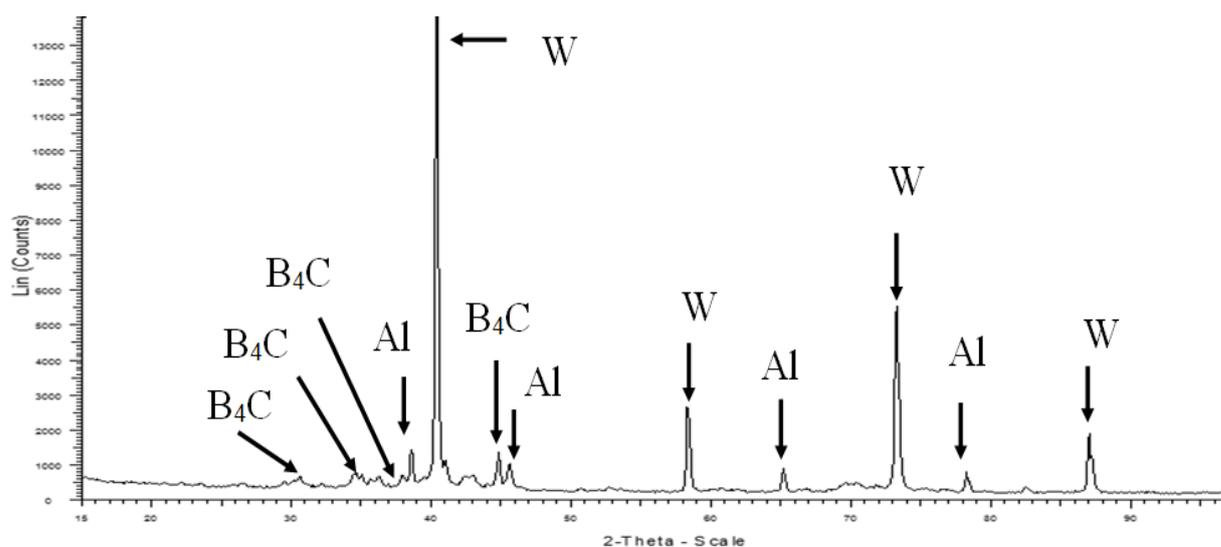


Рисунок 2.10 – Дифрактограмма композиционного материала системы Al-B₄C-W

Рентгенофазовый анализ образца, представленного на рисунке 2.14, показал соответствие компонентов полученного композиционного материала системы Al-B₄C-W исходному составу шихты и отсутствие новых фаз.

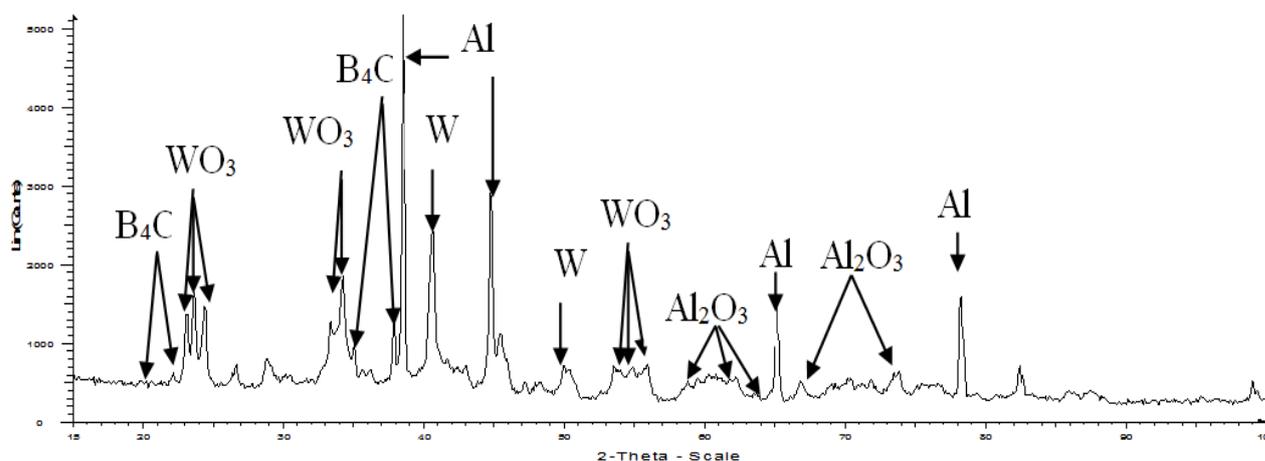


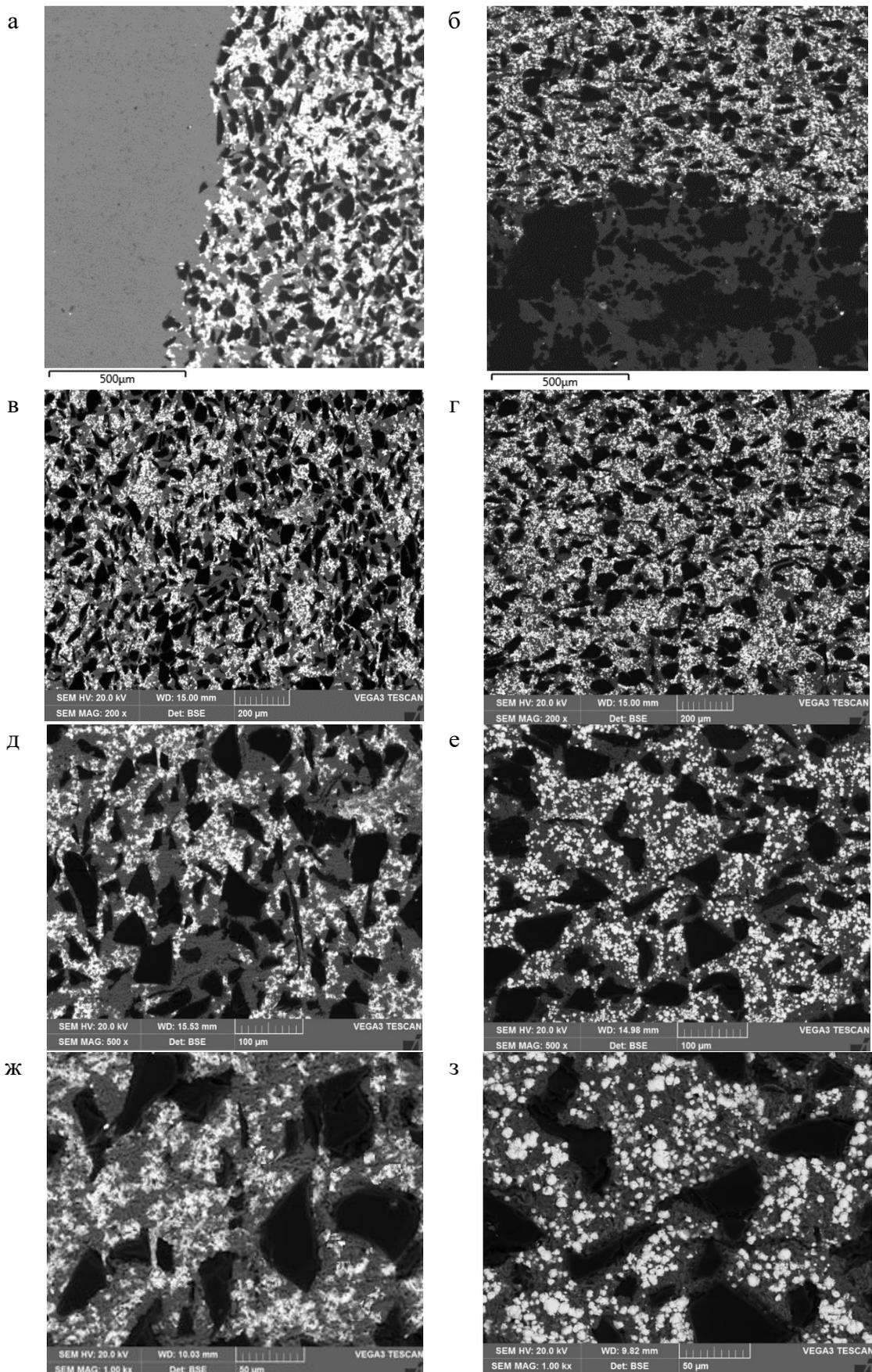
Рисунок 2.11 – Дифрактограмма композиционного материала системы Al-B₄C-WO₃

В системе Al-B₄C-WO₃ при инфильтрации пористого тела происходит частичное восстановление оксида вольфрама до вольфрама и образование фазы Al₂O₃. Образование новой фазы связано с тем, что сродство алюминия к кислороду больше, чем у вольфрама, поэтому в процессе инфильтрации при высоких температурах частицы оксида вольфрама восстанавливаются в результате алюминотермической реакции (2.1).



Структурные исследования образцов проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA LMH (TESCAN, Чехия) и системы рентгеновского энергодисперсионного микроанализа Oxford Instruments Advanced AZtecEnergy (Oxford Instruments, Великобритания). Образцы диаметром 10 и высотой 10 мм запрессовывали в полистироловый полимер и шлифовали на шлифовально-полировочном станке Struers Laborol-5 (Struers, Дания) на шлифовальных кругах разной зернистости (220, 320, 800, 1200, 2400, 4000), затем полировали на водно-спиртовой суспензии SiO₂.

Микроструктура полученных композиционных материалов представлена на рисунке 2.12. Микроструктура полученных образцов и в том, и в другом случае показала равномерное распределение компонентов смеси внутри композиционного материала и равномерное распределение частиц относительно друг друга. В образцах отсутствуют ярко выраженные крупные дефекты и в том, и в другом случае. Видимых следов взаимодействия по границе раздела «матрица - армирующая частица» не наблюдается.



а, в, д, ж – КМ на основе B_4C и WO_3 ; б, г, е, з – КМ на основе B_4C и W

Рисунок 2.12 - Микроструктура композиционного материала при разных увеличениях

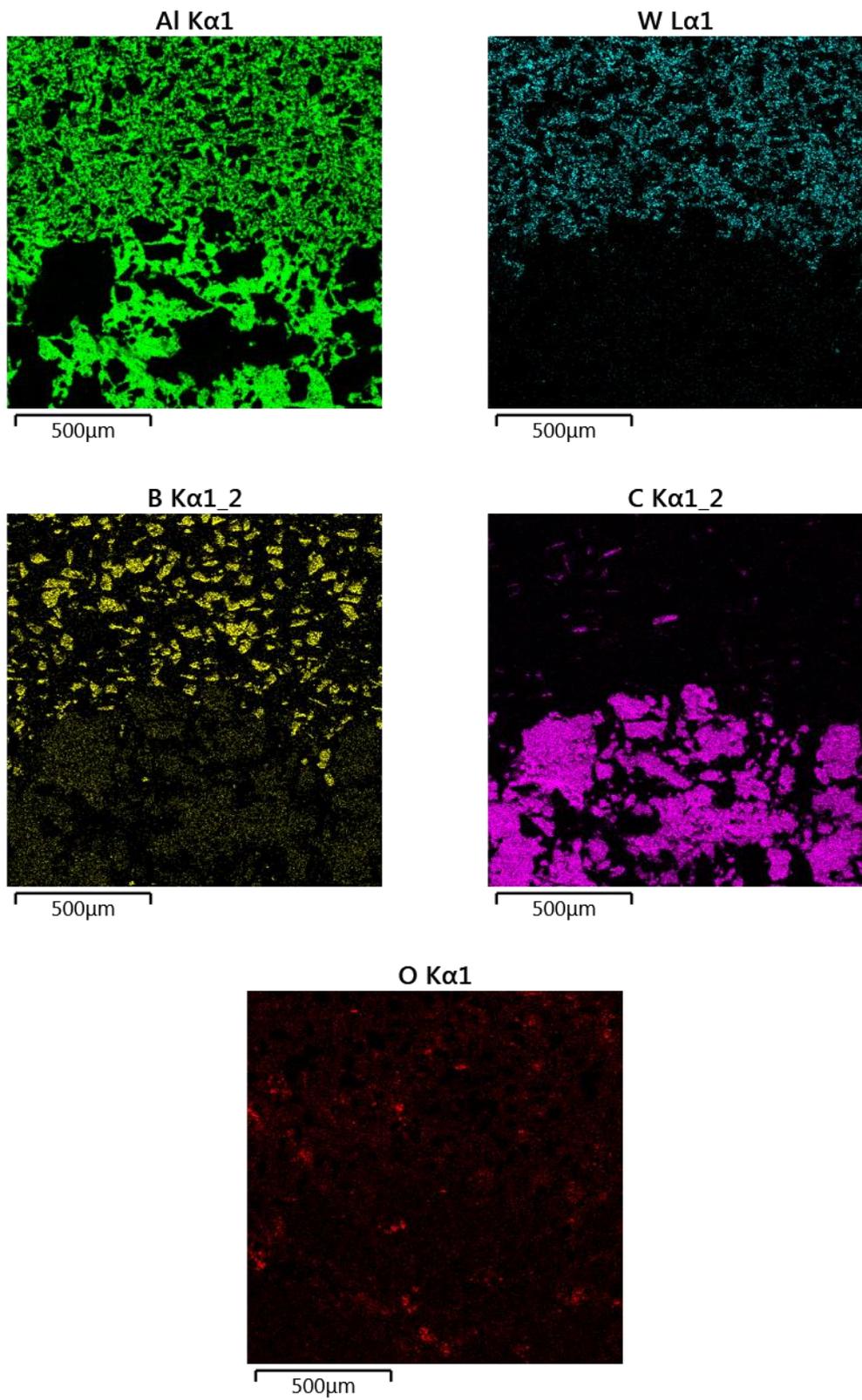


Рисунок 2.13 – Распределение элементов в композиционном материале на основе B_4C и W

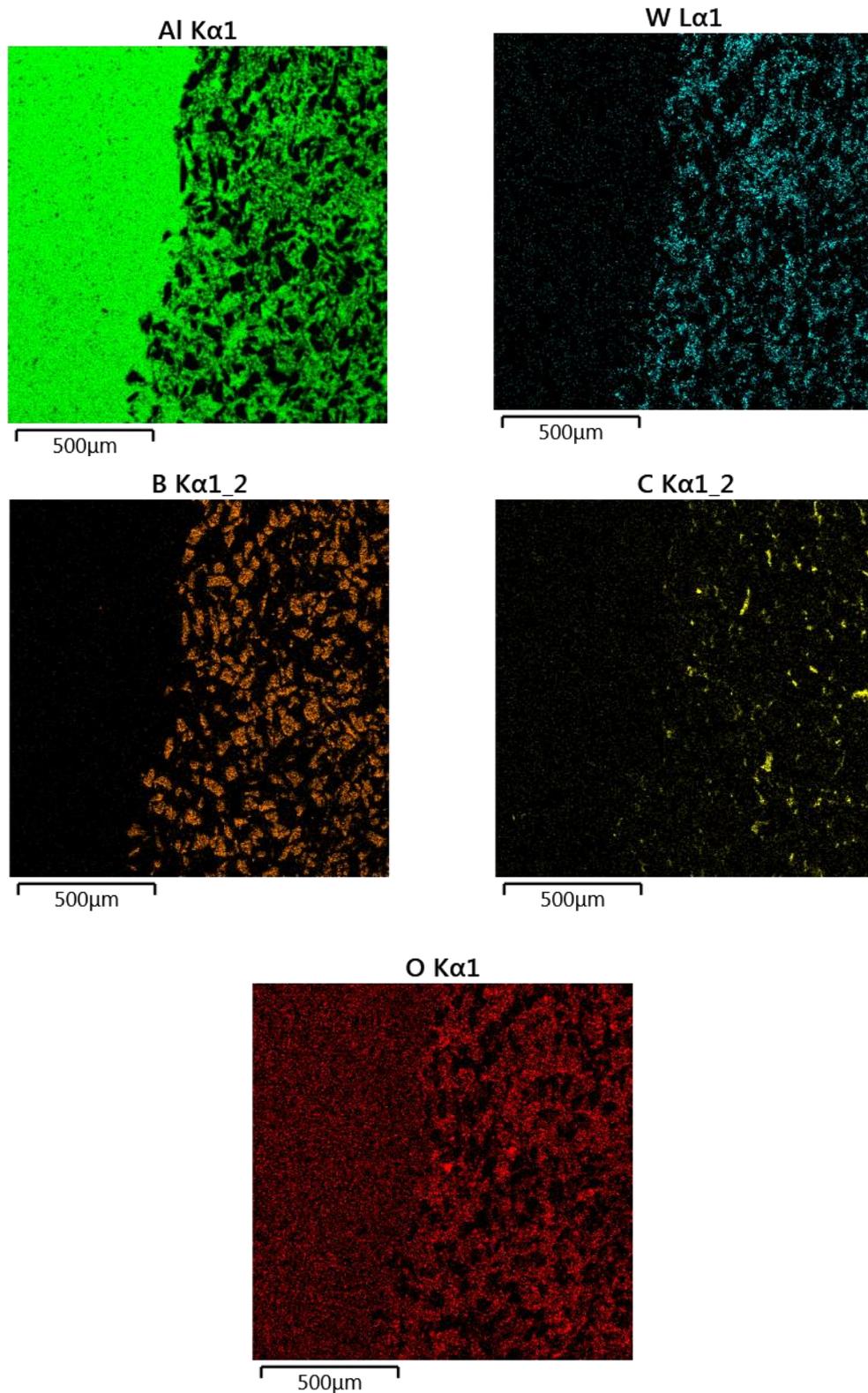


Рисунок 2.14 – Распределение элементов в композиционном материале на основе B_4C и WO_3

На рисунках 2.13 и 2.14 представлено распределение элементов по сечению композиционного материала. В том и другом случае, армирующие компоненты равномерно

распределены в материале. Наличие кислорода объясняется частичным окислением алюминия в процессе инфильтрации под давлением.

Плотность полученных образцов определяли методом гидростатического взвешивания в соответствии с ГОСТ 15139-69 (СТ СЭВ 891-78) [123].

Значение плотности композиционного материала системы Al-B₄C-W:

$$\rho_1 = (5,4 \pm 0,02) \text{ г/см}^3$$

Значение плотности композиционного материала системы Al-B₄C-WO₃:

$$\rho_2 = (2,9 \pm 0,17) \text{ г/см}^3$$

Разница между теоретически рассчитанной и практической плотностью есть объёмная доля пор в композиционном материале.

Объёмная доля пор в Al-B₄C-W равна:

$$\delta_1 = (5,45 - 5,43)/5,45 = 0,48 \%$$

Объёмная доля пор в Al-B₄C-WO₃ равна:

$$\delta_2 = (3,17 - 2,95)/3,17 = 7,06 \%$$

Из приведенных расчетов следует, что КМ системы Al-B₄C-WO₃ обладает большей пористостью, чем КМ на основе Al-B₄C-W вследствие развитой структуры используемого оксида вольфрама.

Испытание на твердость по Бринеллю проводили на универсальном твердомере Wilson Hardness UN250 по ГОСТ 9012-59 [124]. Значения твердости матрицы и КМ представлены в таблице 2.5. Испытания на твердость проводили для сравнительного анализа механических свойства образцов.

Таблица 2.5 – Результаты измерений на твердость полученных материалов

Материал	Твердость НВ
Алюминий	16,8 ± 0,14
КМ на основе В ₄ С и W	51,3 ± 0,12
КМ на основе В ₄ С и WO ₃	70,2 ± 0,66

Для измерения твердости по Бринеллю использовали стальной шарик диаметром 5 мм и минимальную нагрузку 2500 Н для композитов и 1250 Н для матрицы. Испытания на твердость проводили по 9 отпечаткам. Установлено, что твердость матрицы в 3-4 раза меньше твердости полученных композиционных материалов.

Испытание на сжатие проводили на универсальной испытательной машине по ГОСТ 25.503-97 [125]. Исследование на сжатие проводилось по трём образцам для каждого

материала. Получены значения модуля упругости, предела текучести, предела прочности и относительного укорочения для каждого КМ и матрицы. Результаты исследований по определению прочностных характеристик представлены в таблице 2.6.

Из представленных данных видно, что КМ на основе Al-B₄C-WO₃ имеет более высокие прочностные характеристики и относительное укорочение, чем КМ на основе Al-B₄C-W.

Таблица 2.6 – Результаты исследований по определению прочностных характеристик

Материал	Модуль упругости, ГПа	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное укорочение, %
Алюминиевая матрица	1,00 ± 0,12	30,70 ± 1,56	301,00 ± 3,56	36,00 ± 0,53
Al-B ₄ C-W	3,70 ± 0,31	87,30 ± 2,68	116,70 ± 2,84	2,90 ± 0,14
Al-B ₄ C-WO ₃	5,00 ± 0,43	120,70 ± 4,41	162,70 ± 2,49	4,20 ± 0,20

2.6 Выводы по главе 2

1 В работе представлена подробная характеристика исходных материалов, используемых для получения КРЗМ системы Al-B₄C-WO₃ и Al-B₄C-W.

2 Установлена продолжительность перемешивания смесей перед получением пористого тела инфильтрацией:

- для порошков B₄C-W - 35 минут;
- для порошков B₄C-WO₃ - 350 минут.

Значения насыпной плотности и плотности утряски для смеси порошков B₄C и W составили 3,20 г/см³ и 3,89 г/см³ соответственно, а для смеси B₄C и WO₃ - 1,18 г/см³ и 1,69 г/см³ соответственно.

3 Для определения плотности композиционных материалов и остаточной пористости проведен расчет объемной доли компонентов в пористой заготовке системы B₄C-WO₃ и B₄C-W.

Объемные доли порошков в смеси для B₄C-WO₃ и B₄C-W равны 0,46 и 0,43 соответственно. Исходя из этих данных и плотности алюминия 2,7 г/см³, проведен расчет плотности КМ на основе Al-B₄C-W ρ₁, равной 5,46 г/см³ и расчет плотности КМ на основе Al-B₄C-WO₃ ρ₂, равной 3,17 г/см³.

4 Отработан способ получения образцов КРЗМ состава, об., %: 57,2Al - 25,9B₄C - 16,9W и 54,4Al - 33,0B₄C - 12,6WO₃ методом инфильтрации под давлением. Режимы получения образцов композиционного материала:

- высота засыпки порошковой заготовки - 15 мм;
- объемное соотношение порошковой заготовки к матрице 1:2;

- температура нагрева пресс-формы $t_{\text{пф}} = 600 \text{ }^\circ\text{C}$;
- температура нагрева алюминия $t_{\text{Al}} = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$;
- давление инфильтрации 8-10 МПа;
- продолжительность инфильтрации 3 минуты.

5 Микроструктура полученных образцов показала равномерное распределение армирующих частиц в композиционном материале, отсутствие ярко выраженных крупных дефектов и видимых следов взаимодействия по границе раздела «матрица - армирующая частица». РФА показал образование новых фаз в случае использования в КМ смеси $\text{W}_4\text{C}-\text{WO}_3$: частичное восстановление WO_3 до W и частичное окисление Al до Al_2O_3 .

5 Определена плотность КМ на основе $\text{Al}-\text{W}_4\text{C}-\text{W}$, равная $(5,40 \pm 0,02) \text{ г/см}^3$, и плотность КМ на основе $\text{Al}-\text{W}_4\text{C}-\text{WO}_3$, равная $(2,90 \pm 0,17) \text{ г/см}^3$.

6 Получены данные по механическим свойствам композиционных материалов:

КМ на основе $\text{Al}-\text{W}_4\text{C}-\text{W}$:

- твердость: $(51,30 \pm 0,12) \text{ НВ}$;
- модуль упругости $(3,70 \pm 0,30)$, МПа;
- предел текучести $(87,30 \pm 2,68)$, МПа;
- предел прочности $(116,70 \pm 2,84)$, МПа;
- относительное укорочение $(2,90 \pm 0,14)$, %.

КМ на основе $\text{Al}-\text{W}_4\text{C}-\text{WO}_3$:

- твердость: $(70,20 \pm 0,66)$, НВ;
- модуль упругости $(5,0 \pm 0,4)$, МПа;
- предел текучести $(120,70 \pm 4,41)$, МПа;
- предел прочности $(162,70 \pm 2,49)$, МПа;
- относительное укорочение $(4,20 \pm 0,20)$, %.

7 Исследования показали, что полученные значения плотности и механических характеристик КМ позволяют использовать их в качестве конструкционного радиационно-защитного материала для комплексной защиты персонала и оборудования.

Глава 3 Исследование тепловых эффектов, протекающих в механически активированных порошках W, В и смесей систем W-B, Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr

Дальнейшие исследования были направлены на интенсификацию процесса получения КМ с целью снижения энергозатрат за счет использования предварительной МА исходных порошков. Из анализа научных работ известно, что в результате МА порошков и порошковых смесей получают материалы, обладающие ультравысокой дефектностью кристаллической структуры и высоким потенциалом к экзотермическим реакциям. Механическая активация приводит к переходу металлов в термодинамически неустойчивое наклепанное состояние с чрезвычайно высокой степенью пластической деформации, значительным структурным изменениям на макро- и микроуровне и накоплению дополнительной внутренней энергии [126-131]. Исследования по механоактивации проводились на порошках W, В и смесей систем W-B, Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr. Углерод и цирконий вводились в качестве реакционных добавок для образования B_4C , WC, ZrC.

3.1 Исследование влияния механической активации на перегрев элементарных порошков и их смесей

3.1.1 Материалы и объекты исследования

Для проведения исследований использовались следующие материалы:

- алюминиевый порошок высокой чистоты, крупностью 10-50 мкм, марки АСД-1 (ТУ 1791-007-49421776-2011) ;
- аморфный бор, дисперсность 50 мкм, марка Б-99А (ТУ 1-92-154-90);
- вольфрам, дисперсность 6-11 мкм, марка ПВН (ТУ 48-19-72-79);
- цирконий, марка ПЦрК-1 (ТУ 48-4-234-84);
- углерод, дисперсность 90 мкм, марка ОСЧ (ГОСТ 23463-79) [132].

В таблице 3.1 приведены термодинамические показатели образования соединений, возможных в результате механической активации и последующем нагреве или деформационной обработке исходных материалов [133-135].

Таблица 3.1 – Термодинамические показатели образования соединений, возможных при механической активации и последующей обработке исходных материалов

Компонент	$T_{пл.}, K$	$T_{кип.}, K$	$\Delta H_{298}, kДж/кг$
B_4C	2623,0	3773,0	-1119,64
WC	2993,0	6273,0	-42,86
W_2B_5	2643,0	-	-82,74
WB	3073,0	-	-87,18
W_2B	3031,0	-	-63,32
WO_3	1470,0	2123,0	-3633,19
Al_2O_3	2317,0	3253,0	-16428,43
ZrC	3530,0	5100,0	-1909,22

Тепловой эффект от образования карбидов вольфрама и бора существенно ниже, чем оксидов. Механическая активация исходных порошков и их смеси позволит повысить эффективность последующей деформационной обработки.

3.1.2 Проведение механической активации исходных порошков вольфрама, бора и их смесей системы W-B, Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr

Механическая активация исходных порошков бора, вольфрама и их смесей с алюминием, цирконием, углеродом проводилась в планетарной шаровой мельнице Retsch PM 400 (Retsch GmbH, Германия) с четырьмя размольными станциями для размольных стаканов объемом 250 мл. Внешний вид активатора и размольного стакана с шарами представлен на рисунке 3.1.

После предварительных исследований был выбран следующий режим обработки:

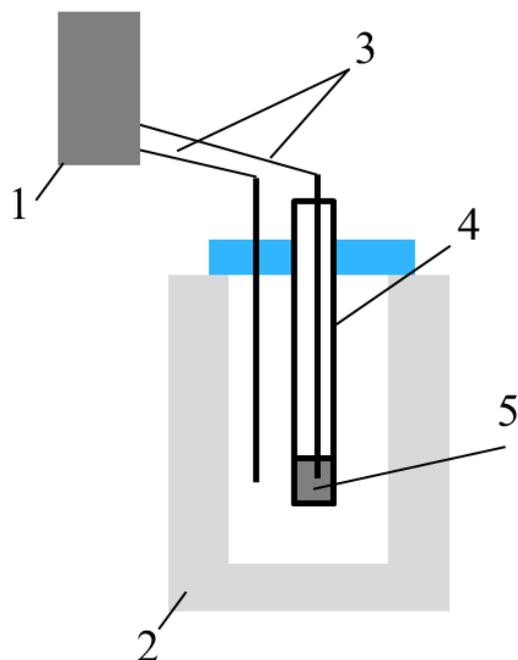
- в 1 размольном стакане масса образца 20 г;
- объем стакана 250 мл;
- мелющие тела (стальные шары) Ø 10 мм, массой 10 г, в количестве 20 шт;
- скорость вращения планетарного диска - 300 об/мин;
- заполнение не более 20 % от объема размольного стакана;
- соотношение «мелющие тела: активируемый материал» = 20:1;
- среда: аргон;
- продолжительность обработки: 10-180 минут, с интервалом 10 минут.

стаканы и стальные шары протирали спиртом. Новую партию образцов помещали в чистый барабан с очистившимися рабочими телами.

3.1.3 Методика изучения температурных эффектов в порошках вольфрама, бора и их смесей системы W-B, Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr

После механической активации порошков и порошковых смесей получаем материалы, обладающие ультравысокой дефектностью кристаллической структуры компонентов. В процессе отжига/нагрева происходит релаксация дефектов и остаточных напряжений. Предложен метод предварительной оценки оптимальной продолжительности механической активации, основанный на разности температуры порошка после механической активации и температуры порошка в отожжённом состоянии.

Нагрев механически активированных порошков вольфрама, бора и их смесей системы W-B, Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr проводили на лабораторной установке прямого термического анализа. Схема экспериментальной установки представлена на рисунке 3.2.



1 – 2-х каналный термометр, 2 – печь, 3 – термопары,

4 – кварцевая колба, 5 – засыпка порошка

Рисунок 3.2 – Схема экспериментальной установки прямого термического анализа для исследования влияния продолжительности механической активации на температуру перегрева

Нагрев образцов в кварцевой колбе проводили в плавильной печи РУТА (Graficarbo, Италия). Кварцевая колба обеспечивала равномерный нагрев порошковой засыпки. Температуру нагревателя и образцов измеряли двухканальным термометром «Center 306 data» с термопарами точностью 0,2 °С. Термопары устанавливались таким образом, что одна термопара располагалась внутри порошкового образца, а вторая снаружи в камере печи возле кварцевой колбы. Такое расположение позволяет одновременно фиксировать температуру порошковой навески и фактическую температуру в печи с интервалом в 2 секунды. Масса образца порошка и смеси порошков составляла 2-10 г.

В качестве критерия влияния продолжительности МА на изменение температуры при нагреве механоактивированных порошков и их смесей, принята разница между температурой порошка после механической активации и порошка без механической активации.

Температурой перегрева порошка ($\Delta t_{\text{п}}$) является разница между температурой нагрева порошка в отожжённом состоянии и температурой нагрева порошка после проведения механической активации (формула 3.1).

$$\Delta t_{\text{п}} = t_2 - t_1 \quad 3.1$$

где:

t_1 – температура порошка без механической активации,

t_2 – температура порошка после механической активации.

Для изучения влияния механической активации на температуру перегрева исходные порошки вольфрама и бора подвергали обработке в планетарной мельнице в течение 10 ÷ 180 минут, смеси порошков систем W-B, Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr в течение 10 ÷ 80 минут, и нагревали на экспериментальной установке прямого термического анализа в среде аргона до температур 450 °С и 1100 °С.

Температура нагрева механически активированных порошков подбиралась опытным путем, исходя из первичных нагревов и наблюдаемых изменений температуры. При нагреве механически активированных порошковых смесей до максимально возможной температуры 1100 °С, со скоростью нагрева 46 °С/мин и 330 °С/мин отмечено резкое возрастание температуры, связанное с началом реакции, в интервале температур 350-450 °С. В дальнейших исследованиях, при необходимости, проводился дополнительный нагрев порошков до температуры 450 °С со скоростью нагрева 35 °С/мин.

3.2 Исследование влияния продолжительности механической активации на перегрев механически активированного порошка вольфрама

Для исследования способности к перегреву механически активированного порошка вольфрама и определения оптимальной продолжительности обработки, была проведена серия экспериментов по механической активации и последующего нагрева порошка в среде технического аргона.

Первоначально провели 5 последовательных нагревов одного и того же образца порошка вольфрама без механической активации с целью получения температурной кривой - эталона для дальнейшего сравнения с температурными кривыми механически активированного порошка вольфрама. Навеску порошка W массой 10 грамм помещали в кварцевую колбу и нагревали на экспериментальной установке прямого термического анализа до 1100 °С в среде аргона. Кривые пяти последовательных нагревов одного образца не отличаются друг от друга. На рисунке 3.3 представлена температурная кривая пятого нагрева вольфрама без механической активации, которая в дальнейшем будет использована для сравнения.

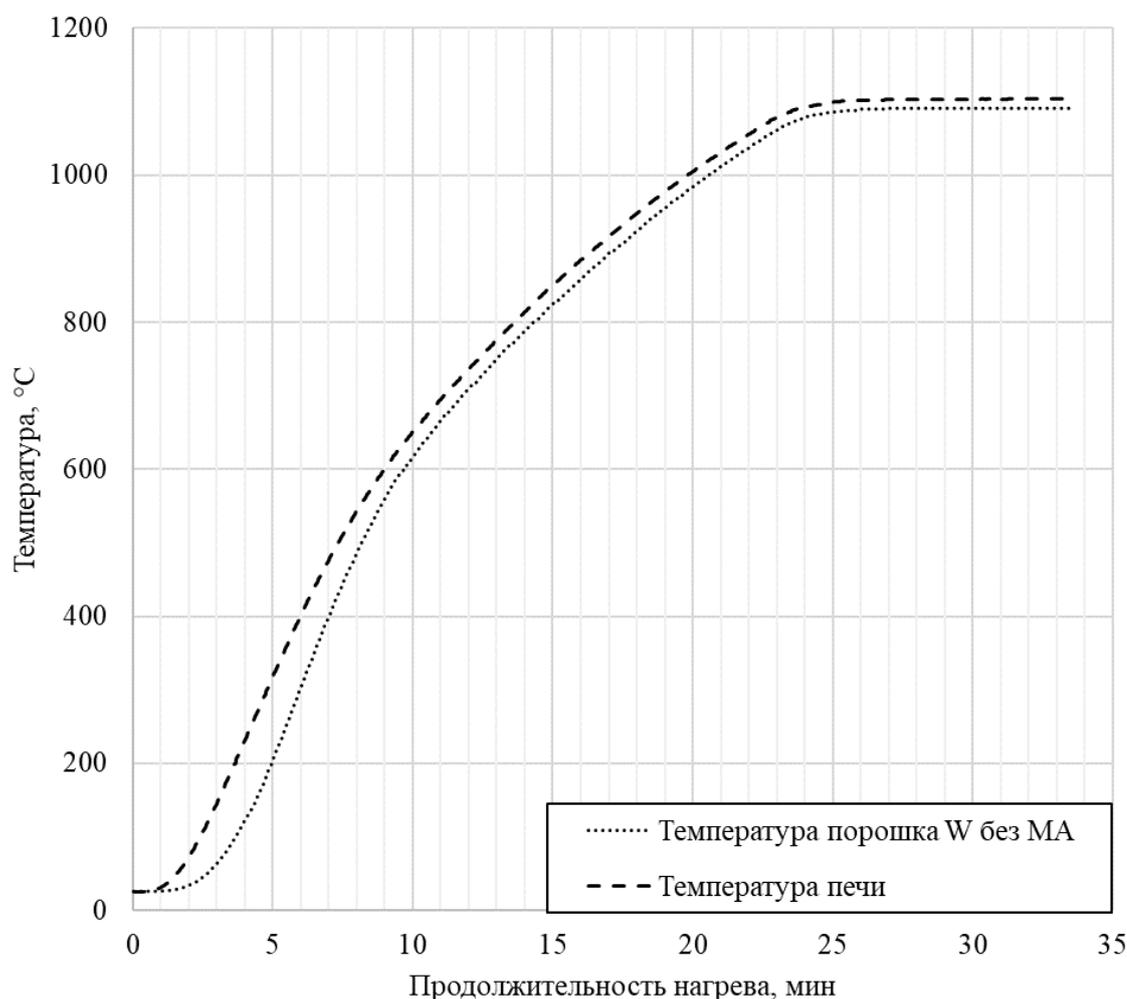


Рисунок 3.3 – Кривая нагрева порошка вольфрама без механической активации

На рисунке 3.3 видно, что кривая нагрева порошка вольфрама без механической активации не выходит за температурную кривую печи, а разница температуры порошка, относительно температуры нагревателя составляет $-22\text{ }^{\circ}\text{C}$. Предположительно, порошок вольфрама находится в отожжённом состоянии и не содержит в себе внутренних дефектов и напряжений, которые могут приводить к повышению температуры.

Проведённый РФА исходного порошка (рисунок 2.1) показывает отсутствие явного окисления в исходном порошке вольфрама. В образце вольфрама определен только вольфрам. Вольфрам на воздухе и в атмосфере кислорода при $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ устойчив. Заметное окисление начинается в интервале температур $400 - 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ и особенно интенсивное — при нагревании свыше $600\text{ }^{\circ}\text{C}$. Окисление вольфрама до оксида вольфрама сопровождается изменением цвета (оксид имеет желтый цвет) и уменьшением насыпной плотности почти в 2 раза [136, 137].

Полученная дифрактограмма порошка вольфрама после нагрева до температуры $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (рисунок 3.4) в среде аргона так же показывает отсутствие процесса окисления вольфрама.

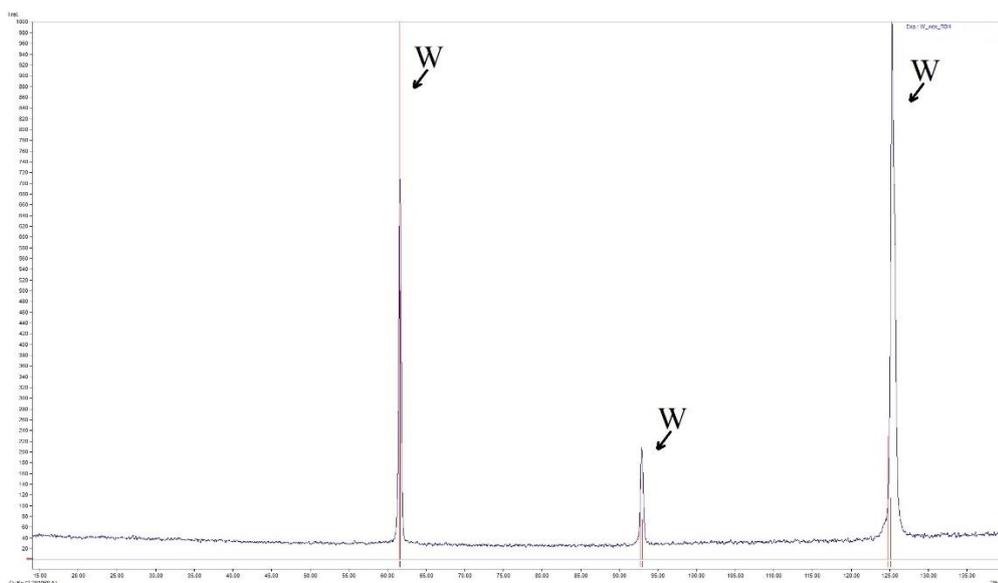


Рисунок 3.4 – Дифрактограмма не механоактивированного вольфрама после нагрева

Рентгенофазовый анализ проведен на дифрактометре D8 ADVANS (BRUKER, США). На дифрактограммах присутствует гало, которое может образовываться вследствие шумов аппаратуры, в первую очередь - детектора, и рентгеновской флюоресценции атомов образца.

Исходя из полученных данных, температурная кривая нагрева порошка вольфрама без механической активации принята как эталон для сравнения последующих нагревов механически активированных порошков вольфрама.

Для исследования влияния механической активации на температуру перегрева и определения оптимального времени обработки, порошок вольфрама подвергали обработке в

планетарной мельнице в течение $10 \div 180$ минут, с интервалом 10 минут и нагревали в печи в среде аргона до температуры $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Результаты проведенных нагревов МА образцов порошка вольфрама представлены на рисунке 3.5-3.13.

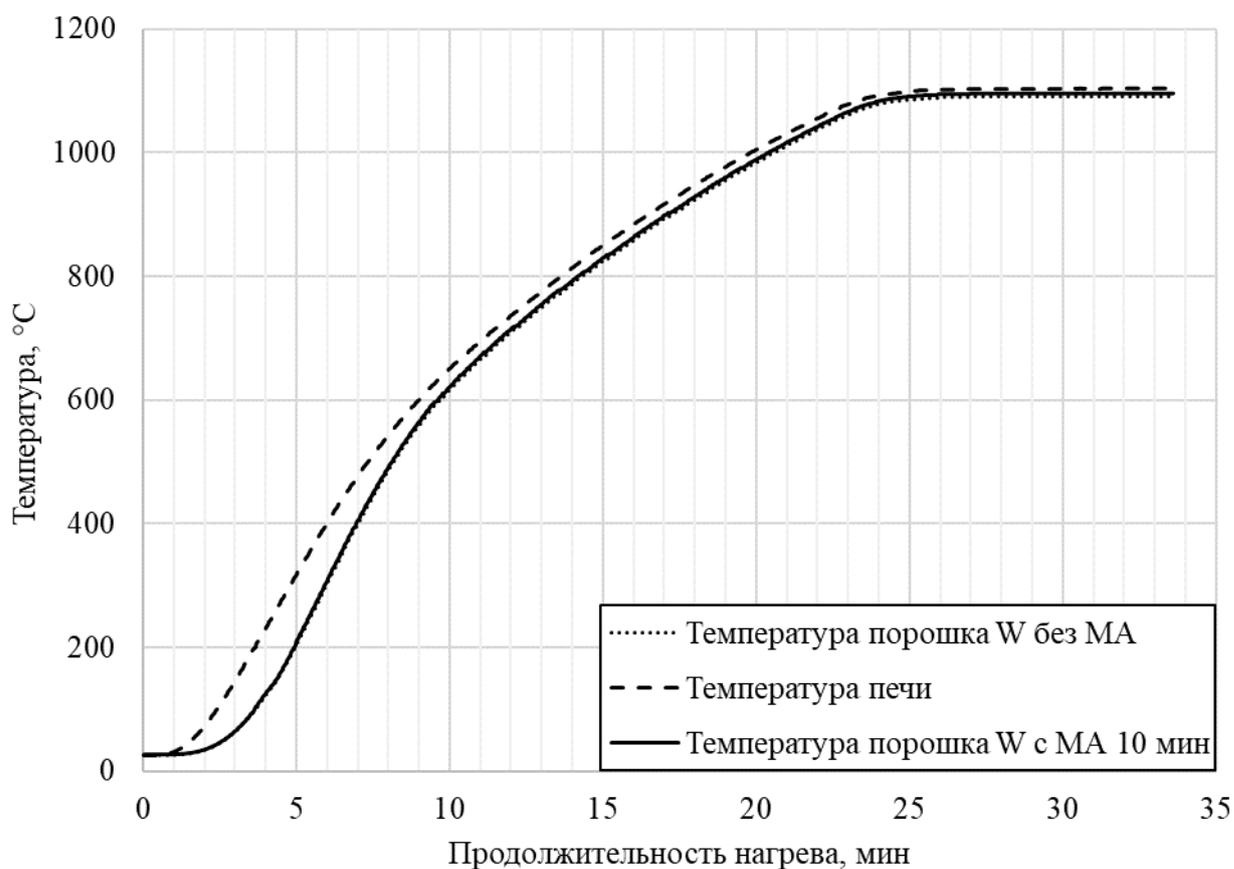


Рисунок 3.5 – Кривые нагрева порошка вольфрама с МА 10 минут

При нагреве порошка, механически активированного в течение 10 минут, до температуры $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ перегрев порошка вольфрама (рисунок 3.5) составил $2\text{ }^{\circ}\text{C}$. По полученным данным можно сделать вывод, что механической активации в течение 10 минут недостаточно для накопления внутренних напряжений в порошке вольфрама, которые привели бы к перегреву. С увеличением продолжительности механической активации температура перегрева повышается. При проведении механической активации в течение 20 и 30 минут максимальная температура перегрева составила $6\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $11\text{ }^{\circ}\text{C}$ соответственно. Результаты нагрева представлены на рисунке 3.6 и 3.7.

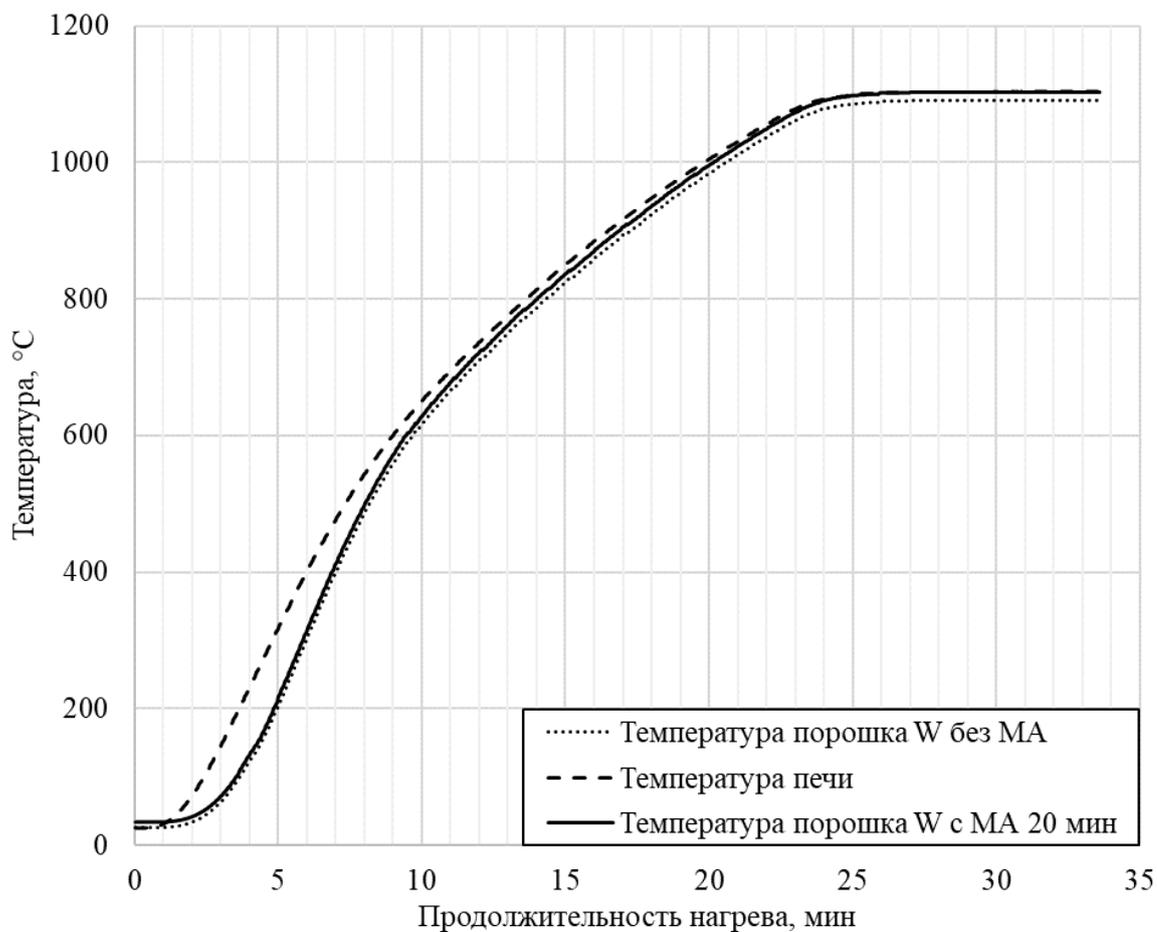


Рисунок 3.6 – Кривые нагрева порошка вольфрама с МА 20 минут

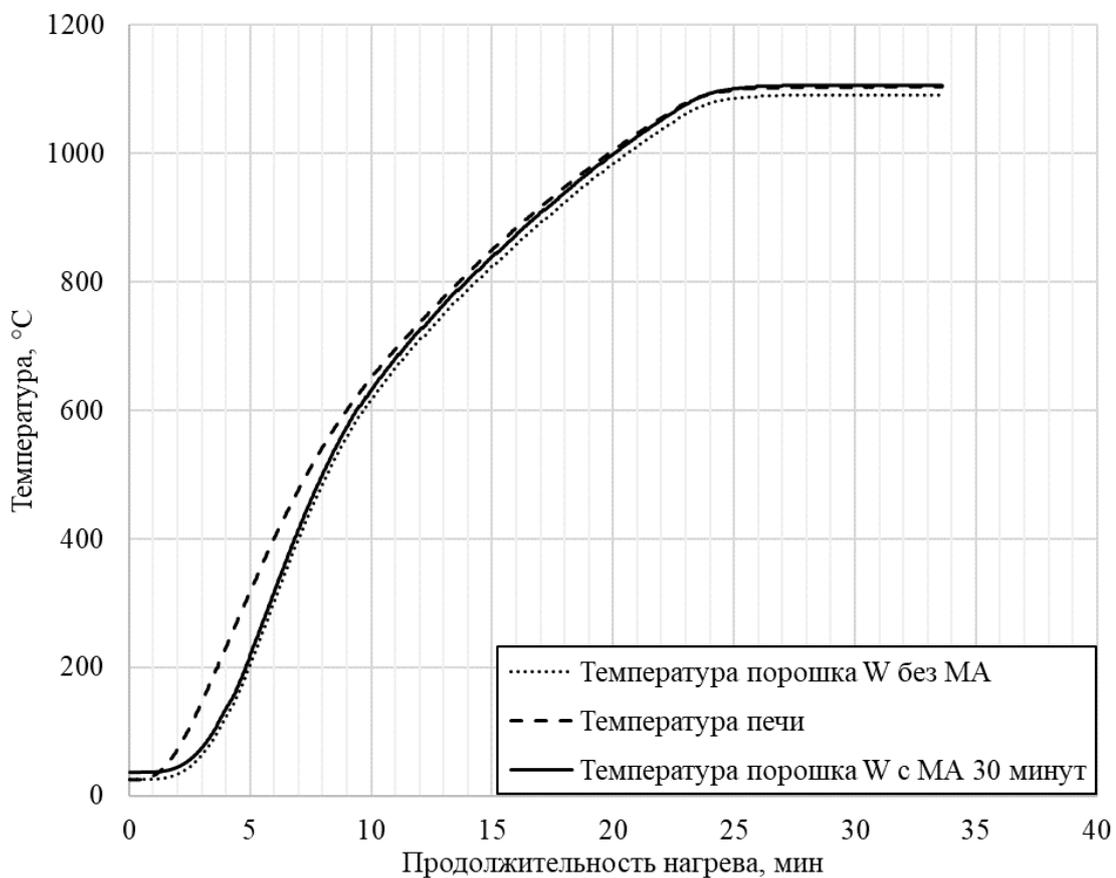


Рисунок 3.7 – Кривые нагрева порошка вольфрама с МА 30 минут

На рисунке 3.8 а,б представлены кривые нагрева порошка W механически активированного в течение 40 и 60 минут. Максимальная температура перегрева при нагреве до 1100 °С составила 16 и 25 °С соответственно.

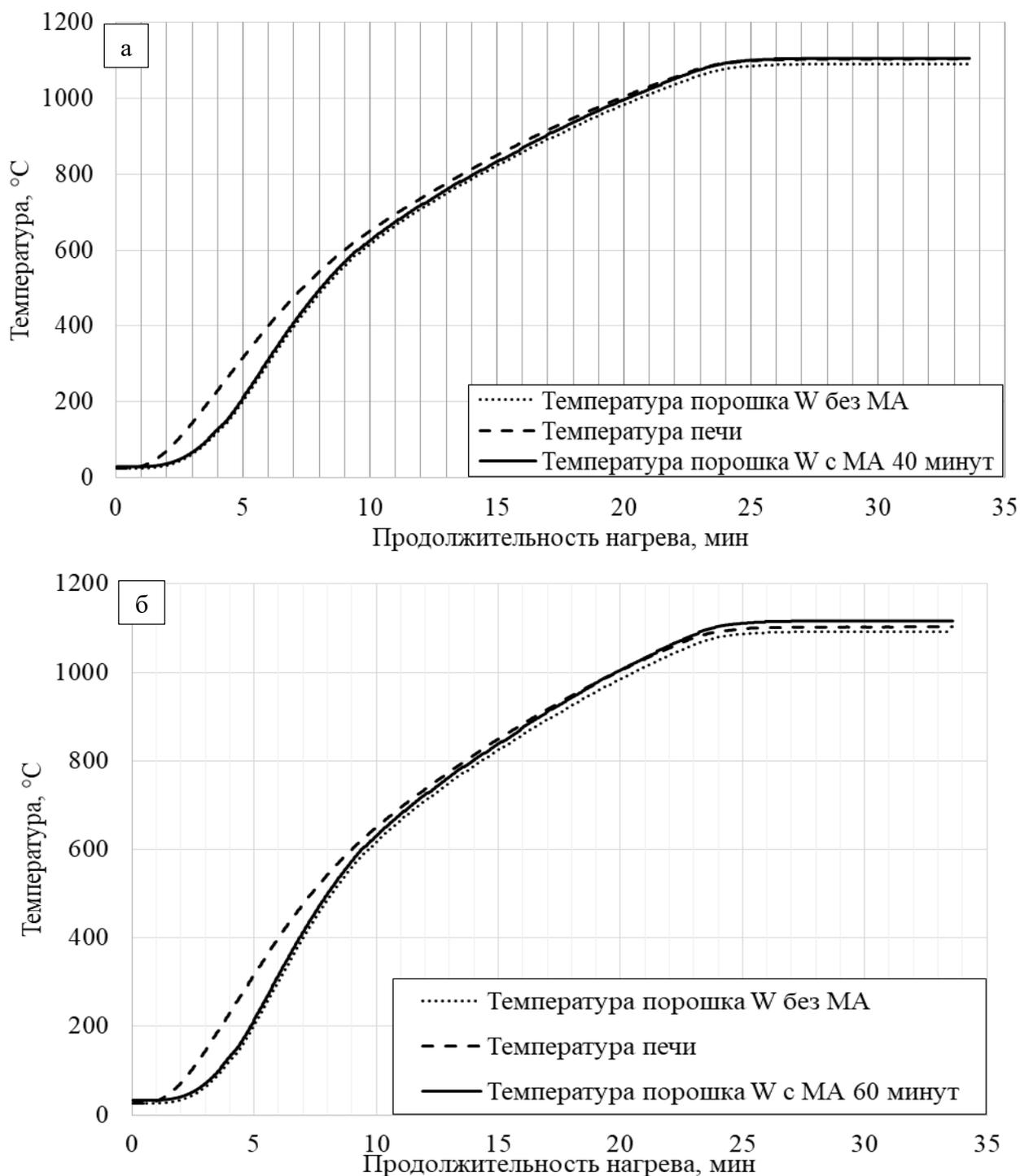


Рисунок 3.8 – Кривая нагрева порошка вольфрама с МА 40 минут (а) и 60 минут (б)

При проведении механической активации в течение 80 минут достигается максимальная температура перегрева - 31 °С. Результаты нагрева представлена на рисунке 3.9.

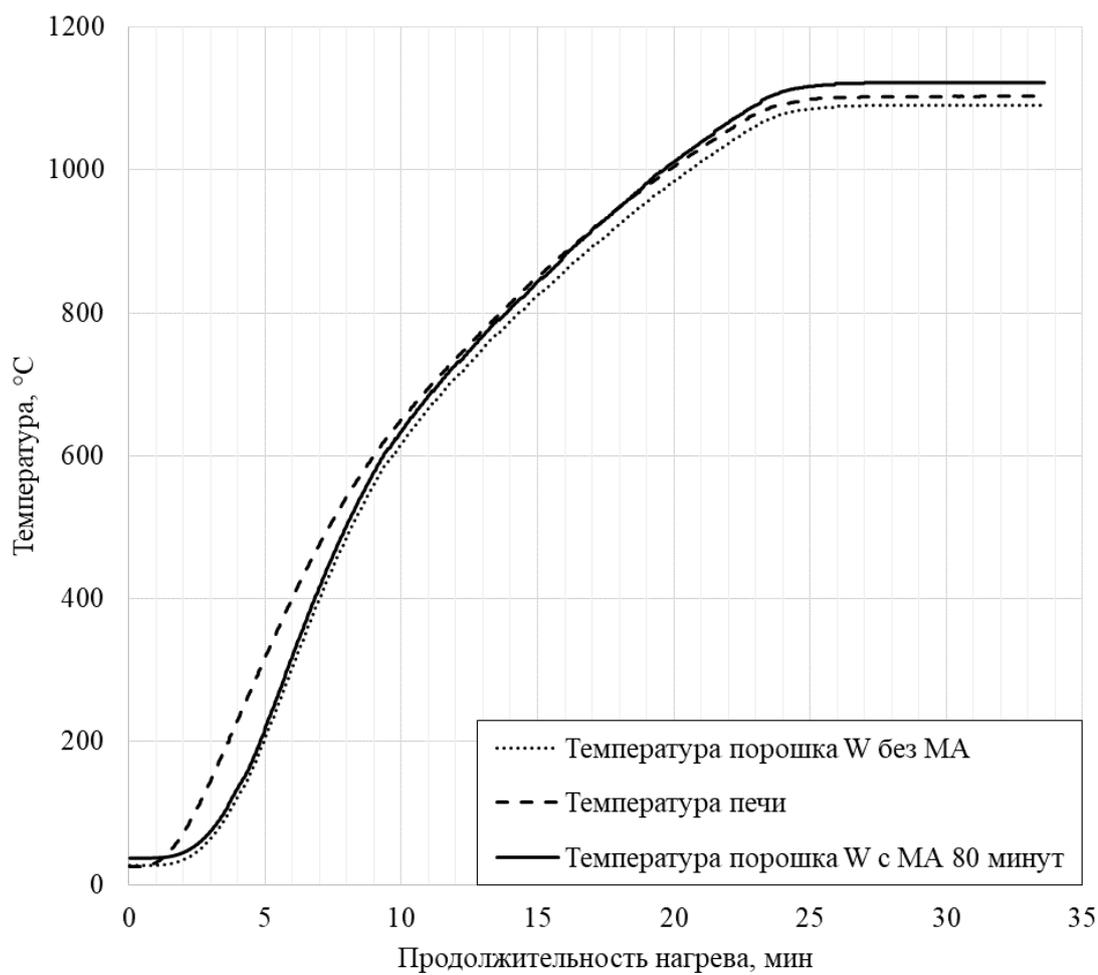


Рисунок 3.9 – Кривая нагрева порошка вольфрама с МА 80 минут

Для сравнения дифракционной картины после механической активации и после отжига (нагрев до 1100 °С) исследованы образцы полученных порошков. В сравнении с дифрактограммой порошка в исходном состоянии (рисунок 2.1), после проведенной механической активации при 80 минутах наблюдается изменение дифракционной картины (рисунок 3.10).

Обнаруженные пики железа, связаны с накоплением продуктов истирания мелющих тел мельницы. Полученные результаты показывают изменение положения и ширины рефлексов, микроискажение решеток, повышение интенсивности фона, что свидетельствует о накоплении внутренних дефектов, возникновении микродеформаций и микронапряжений в структуре материала.

После проведенного нагрева механоактивированных порошков W (рисунок 3.11), на дифрактограмме заметно уменьшилась интенсивность фона, что связано с релаксацией внутренних напряжений.

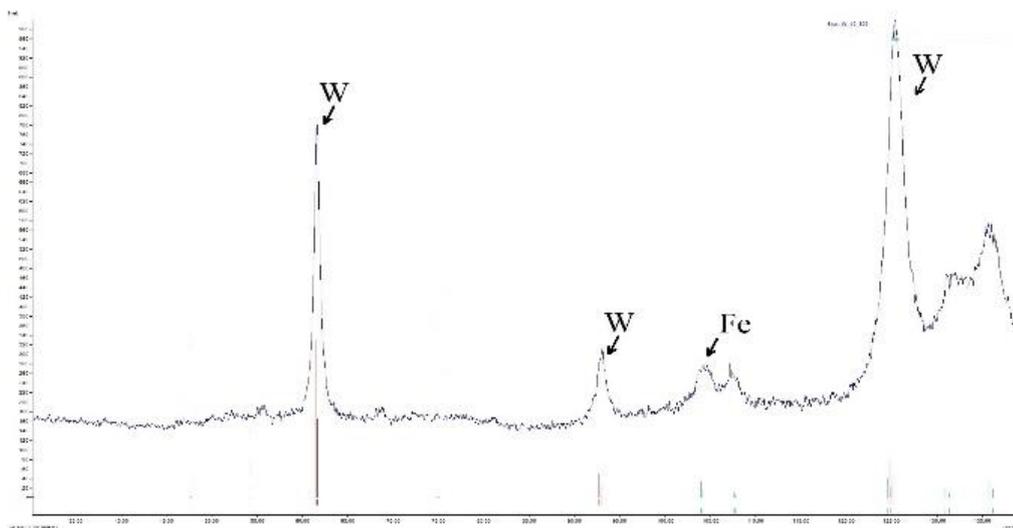


Рисунок 3.10 – Дифрактограммы вольфрама после МА в течение 80 минут

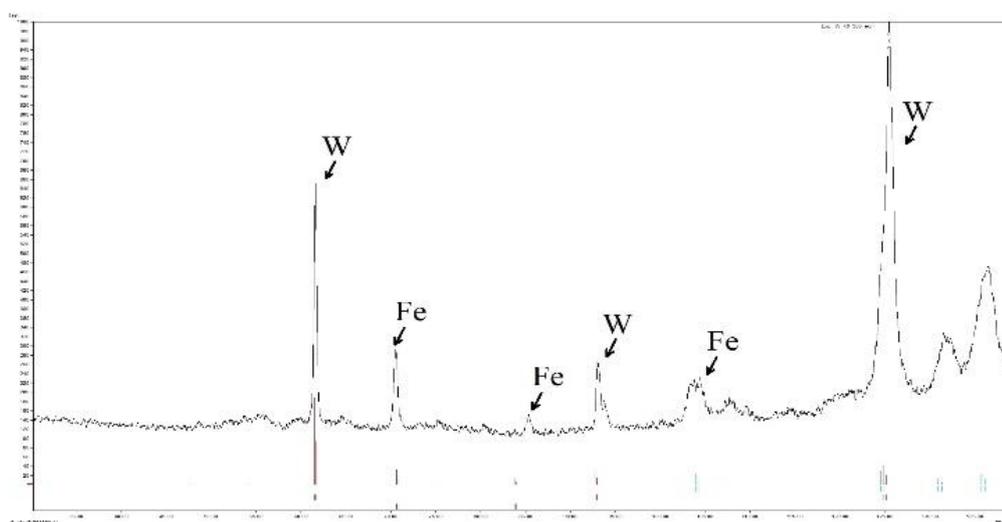


Рисунок 3.11 – Дифрактограмма порошка вольфрама МА 80 минут после нагрева до температуры 1100 °С

Следует отметить, что по результатам проведённого рентгенофазового анализа, не выявлено явное окисление исследуемых порошков в процессе механической активации и последующего нагрева в среде аргона.

При продолжительности механической активации от 90 минут и более, максимальная температура перегрева существенно снижается (рисунок 3.12) до -12 °С.

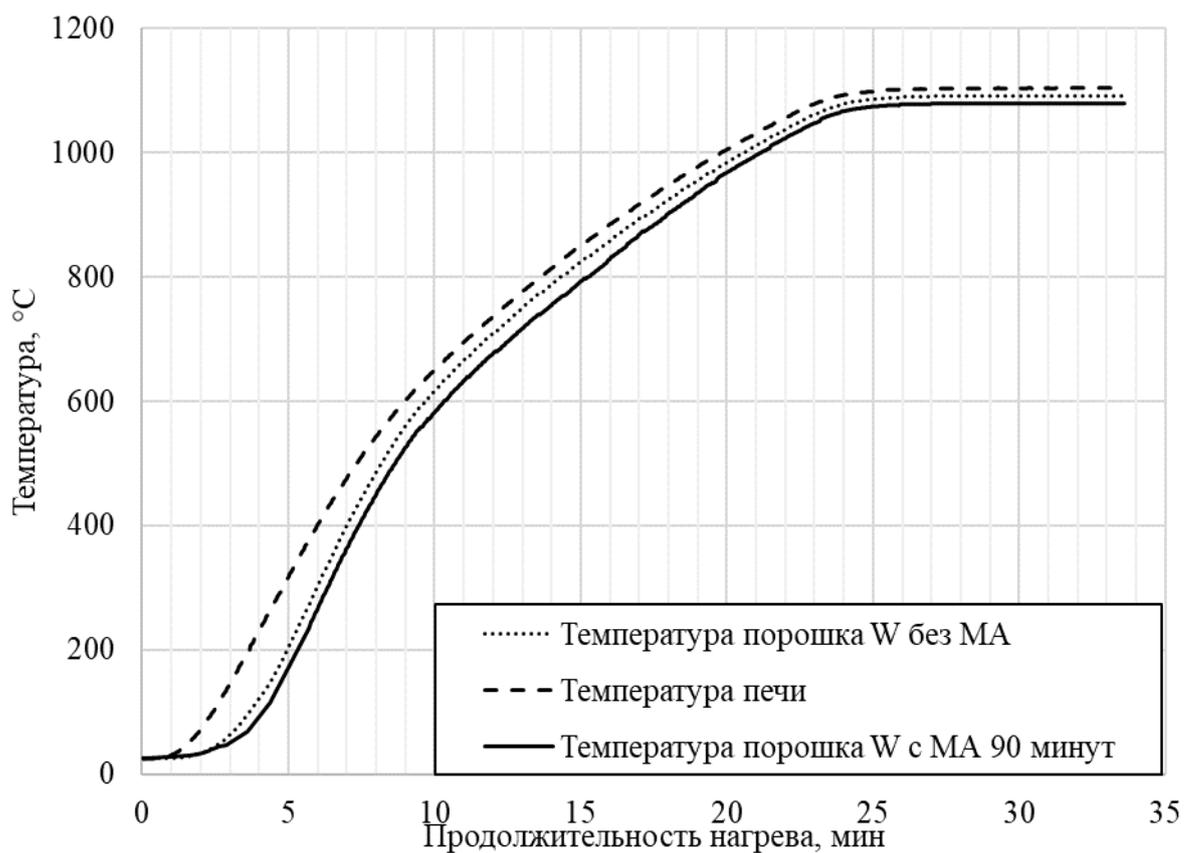


Рисунок 3.12 – Кривая нагрева порошка вольфрама с МА 90 минут

После механической активации в течение 100-180 минут перегрева порошка вольфрама не происходит. Результаты нагревов порошка вольфрама после механической активации в течение 100, 120, 150 и 180 минут представлены на рисунках 3.13-3.14.

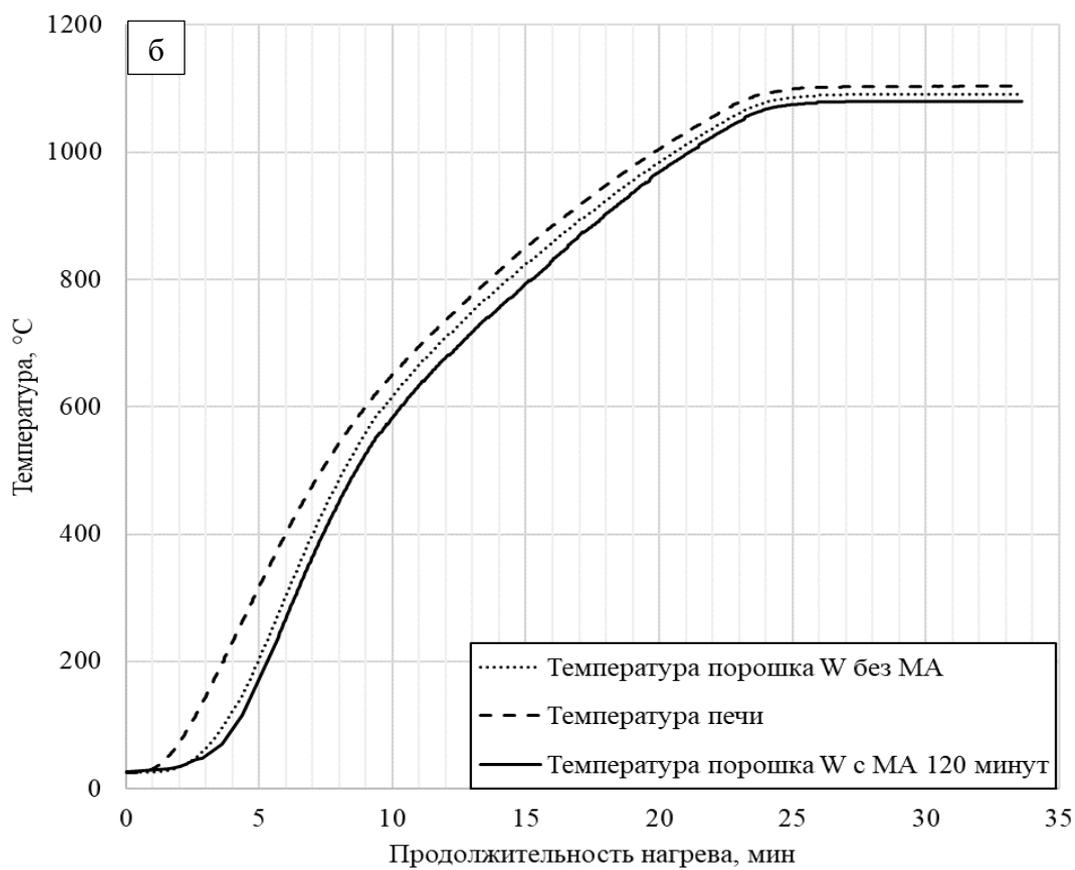
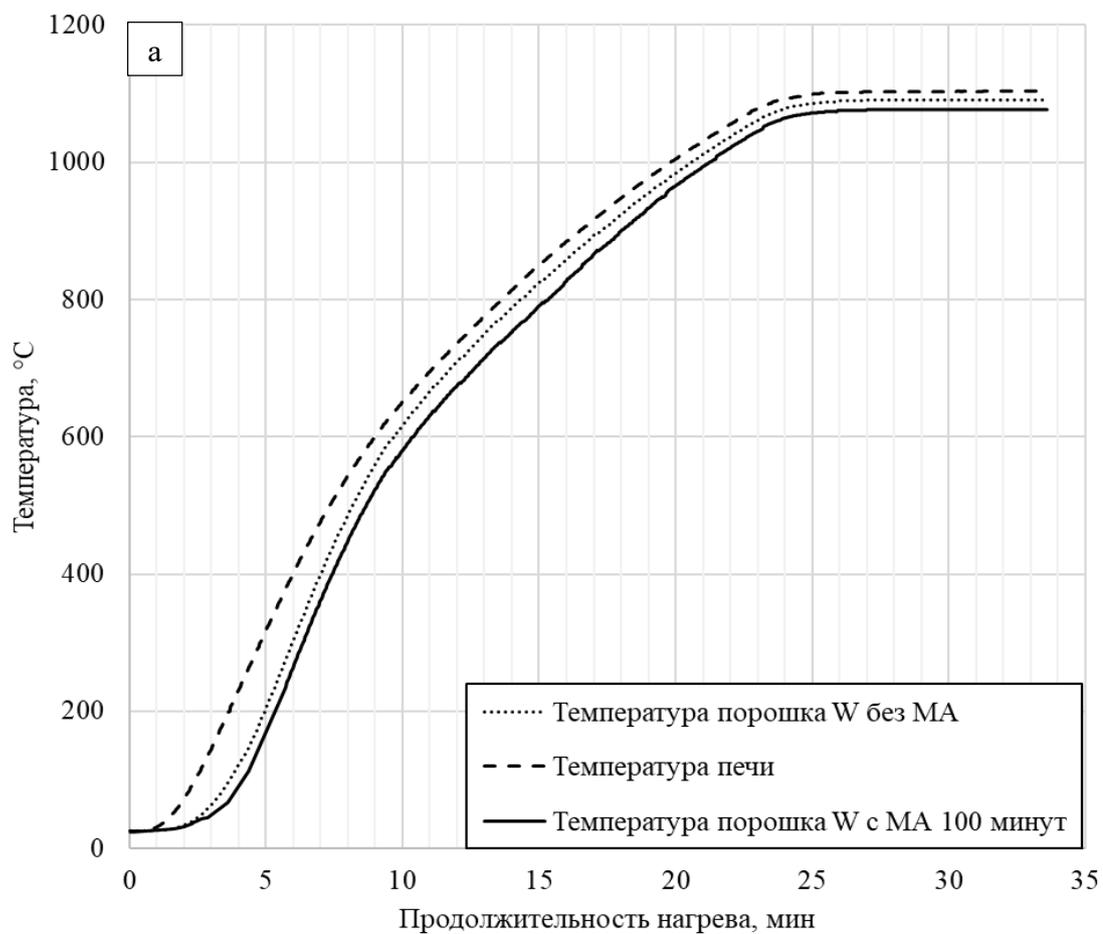


Рисунок 3.13 – Кривая нагрева порошка вольфрама с МА 100 минут (а) и 120 минут (б)

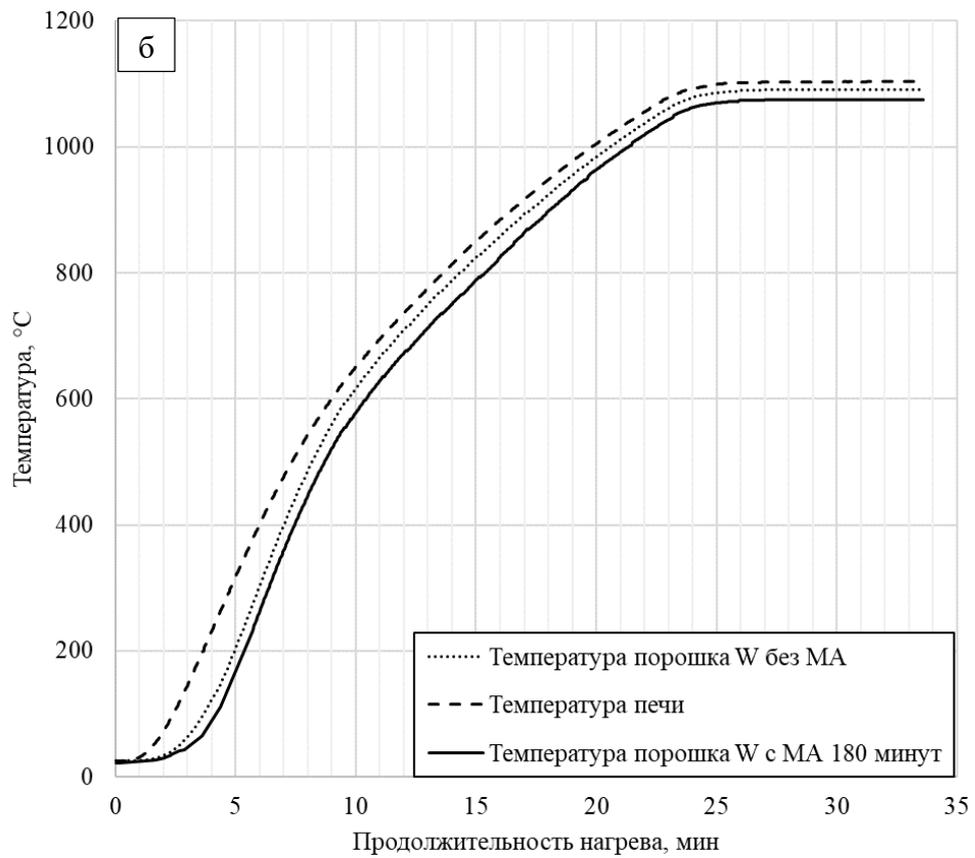
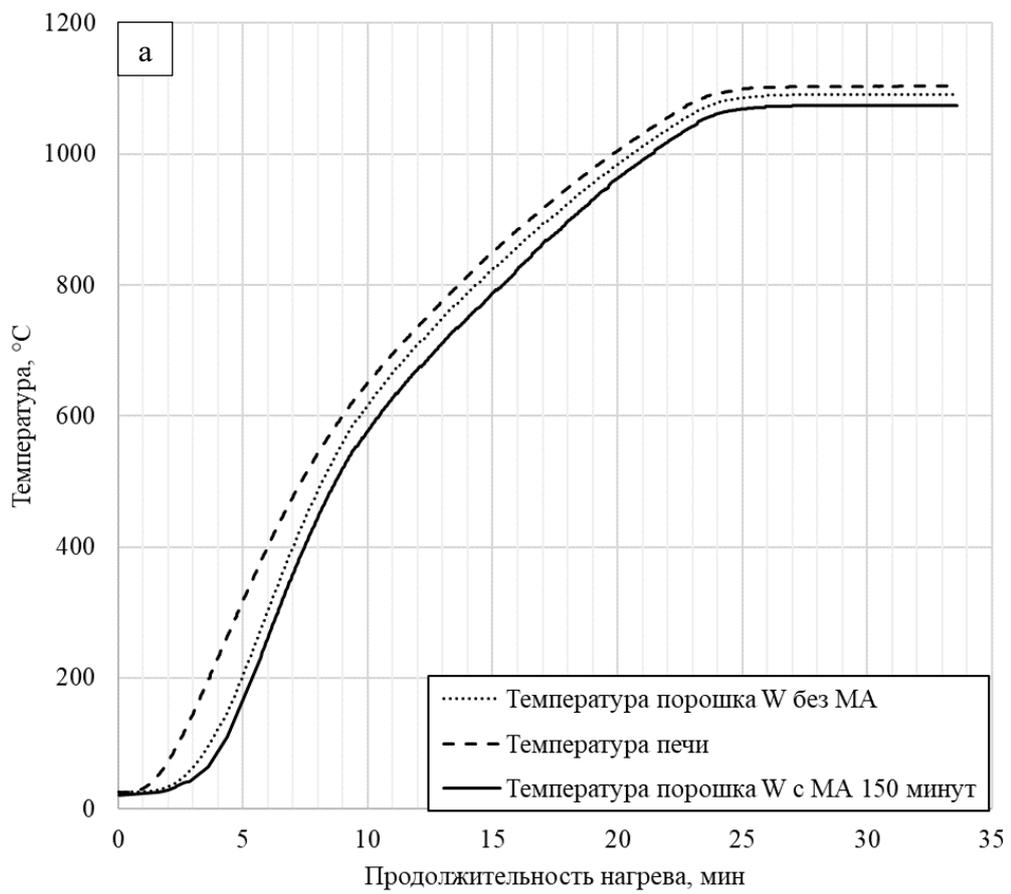


Рисунок 3.14 – Кривые нагрева порошка вольфрама с МА 150 минут (а) и 180 (б) минут

На рисунке 3.15 приведены обобщенные данные по нагреву порошка вольфрама. Показана зависимость температуры перегрева ($\Delta t_{п}$) порошка W от продолжительности механической активации, при нагреве образцов до температуры 1100 °С.

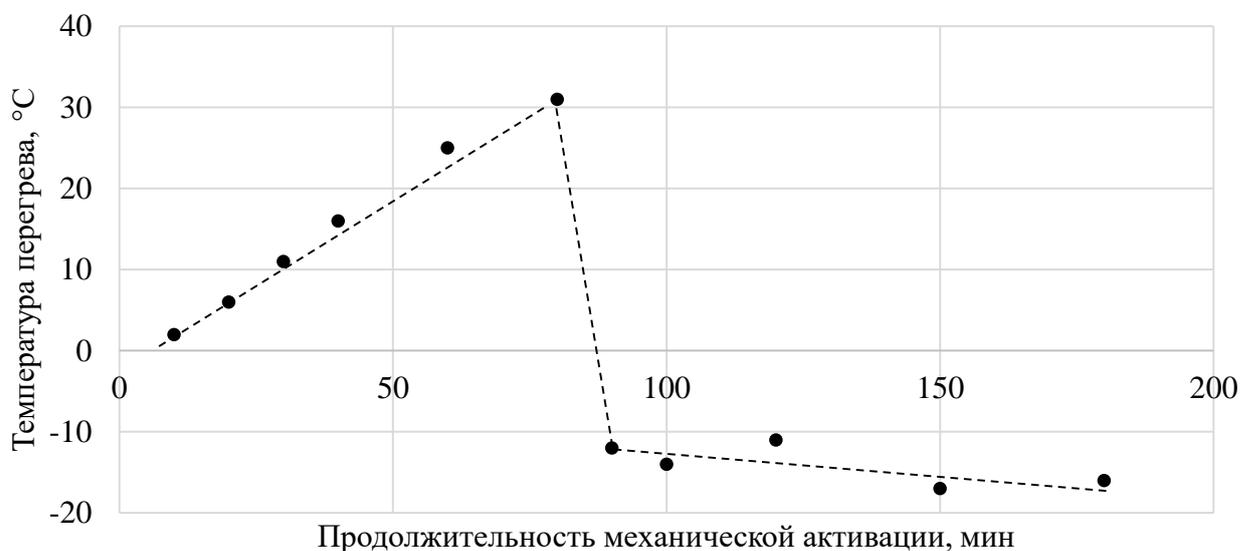


Рисунок 3.15 – График зависимости максимальной температуры перегрева вольфрама от продолжительности механической активации.
(Температура нагрева порошка вольфрама 1100 °С)

Проведенная серия нагревов порошка вольфрама показывает, что с увеличением продолжительности механоактивации, увеличивается эффект перегрева порошка вольфрама в интервале от 10 до 80 минут.

Линейный характер зависимости температуры перегрева от продолжительности механоактивации предположительно связан с тем, что сначала идёт интенсивный размол порошка с разрушением частиц, в результате чего происходит релаксация накопленных внутренних дефектов структуры. При достижении состояния, когда подводимая внешняя энергия, зависящая от режима обработки, измельчает все исходные частицы до единого среднего размера, в данный момент размол частиц практически останавливается. На данном этапе подводимая извне энергия идёт на формирование различных по своей природе дефектов структуры обрабатываемого материала, при этом увеличивается плотность дефектов. Процесс достигает своего насыщения, что связано с ограничением подводимой внешней энергии соответствующим режимом обработки [128].

Полученные результаты исследований показали тенденцию к снижению температуры перегрева при проведении обработки более 90 минут. Можно предположить, что с увеличением времени обработки порошок вольфрама набирает критическое количество дефектов, перегревается и, в определенный момент, наступает переактивация и происходит диссипация избыточной энергии.

В результате проведенных исследований можно сделать вывод, что наиболее предпочтительная продолжительность механической активации порошка составляет 60 - 80 минут. При нагреве вольфрамового порошка зафиксирован перегрев до температур, превышающих температуру исходного порошка вольфрама на 31 °С. В дальнейшем работе, при получении КРЗМ холодной прокаткой, в качестве заготовки будет использован порошок вольфрама, механически активированный в течение 80 минут.

3.3 Исследование влияния механической активации на перегрев механически активированного порошка аморфного бора

Исследования по влиянию продолжительности механической активации на температуру перегрева для порошка бора проведены аналогично исследованиям с порошком вольфрама.

Для определения температуры перегрева порошка бора на начальном этапе провели нагрев порошка без механической активации. Навеску порошка бора массой 10 грамм помещали в кварцевую колбу и нагревали в печи до 1100 °С в среде аргона. Проводили 5 последовательных нагревов одного образца. Кривая нагрева аморфного бора представлена на рисунке 3.16. Кривая нагрева не механоактивированного бора не выходит за кривую нагрева печи, разница температур составляет -11 °С. Полученная кривая принята за эталон для сравнения температурных кривых порошка бора после механической активации.

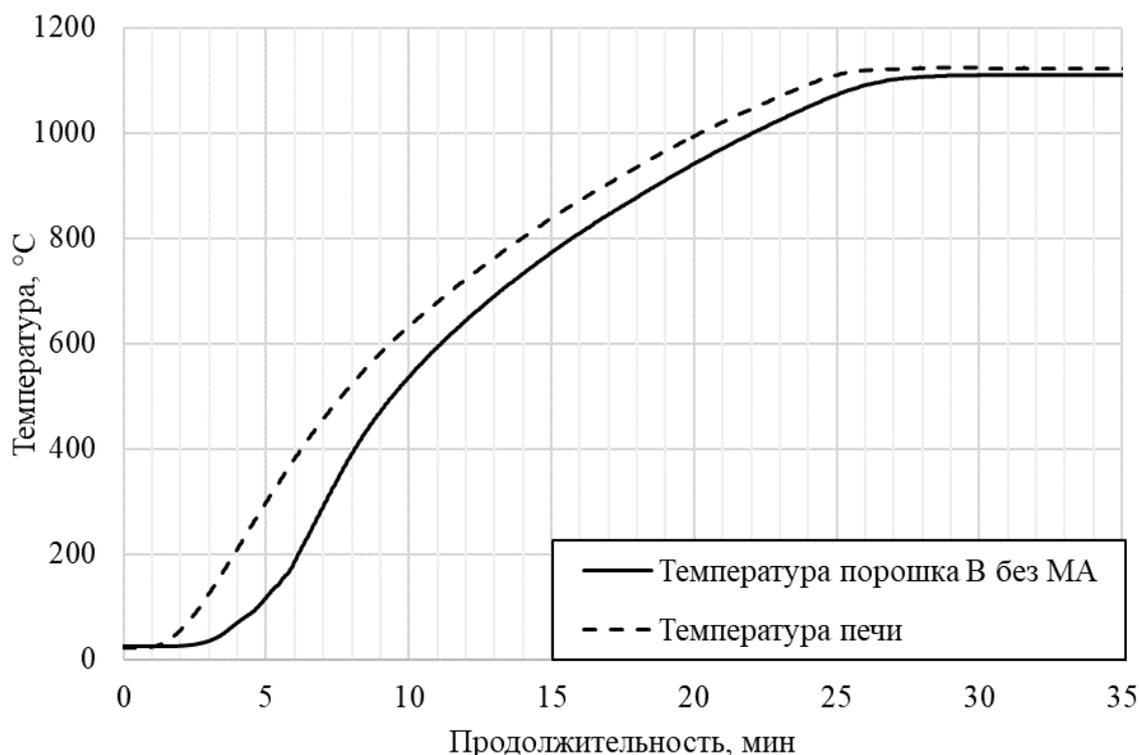


Рисунок 3.16 – Кривая нагрева не механоактивированного порошка бора

Для изучения влияния МА на температуру перегрева, порошок бора подвергали обработке в планетарной мельнице в течение $10 \div 80$ минут, с интервалом 10 минут. Механоактивацию осуществляли в течение 10, 20, 30, 40 минут с дальнейшим нагревом порошка до температуры 1100 °С. Перегрев порошка бора составил 5 °С, 10 °С, 10 °С и 13 °С соответственно (рисунок 3.17 а,б; 3.18 а,б).

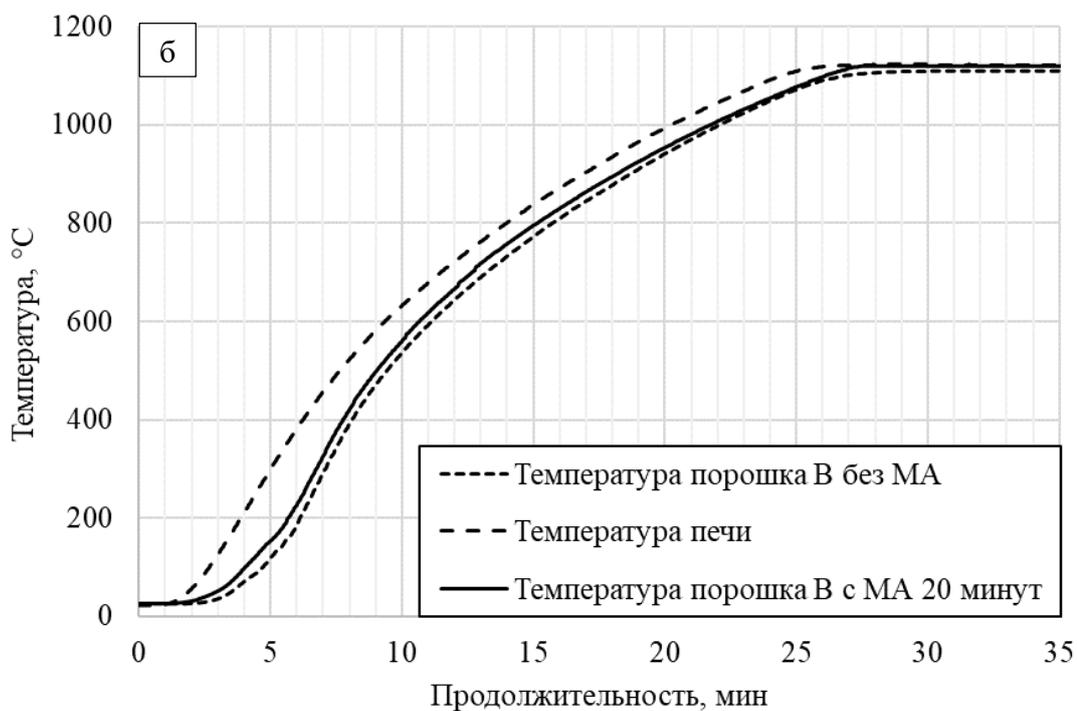
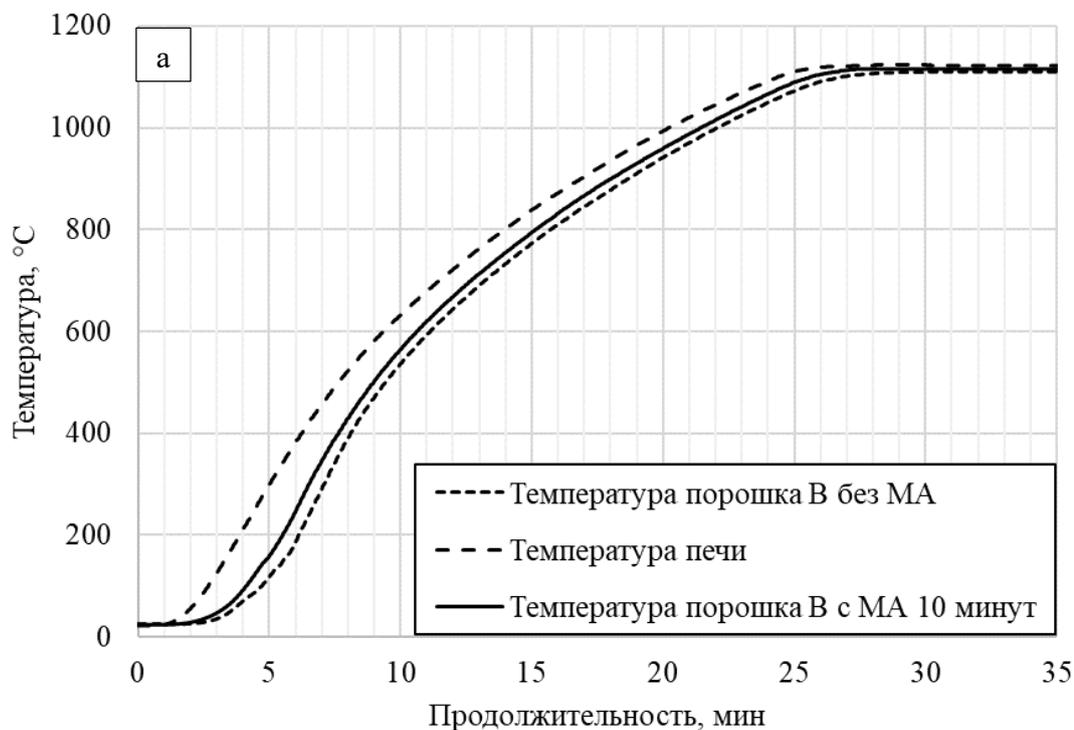


Рисунок 3.17 – Кривые нагрева порошка бора с МА 10 минут (а) и 20 минут (б)

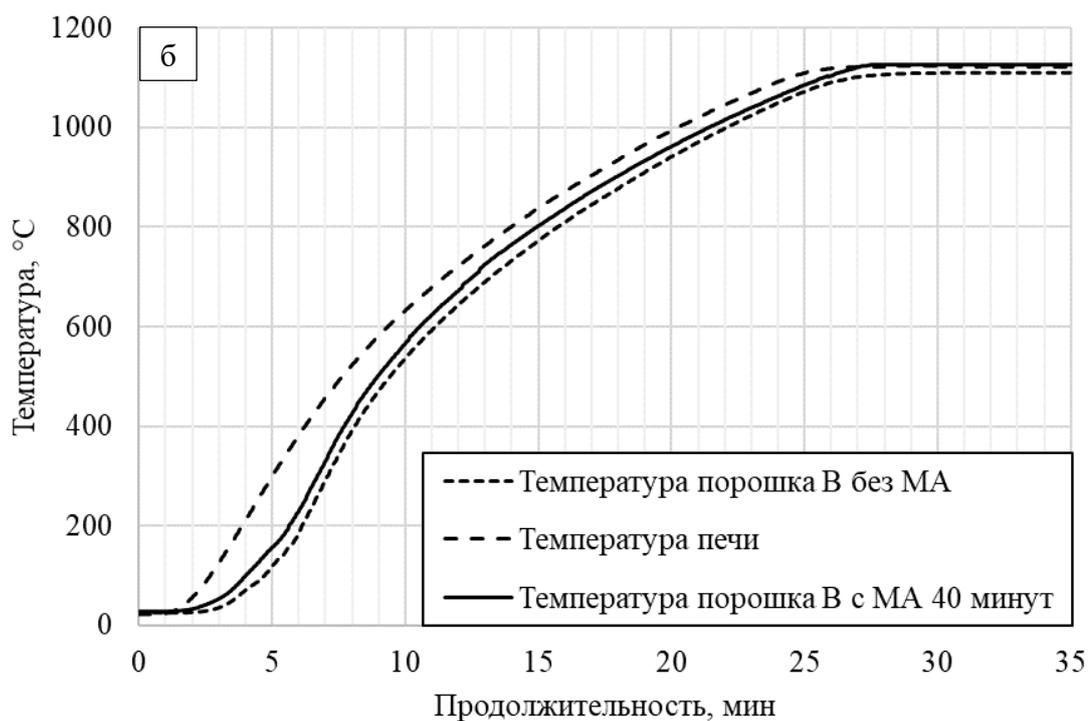
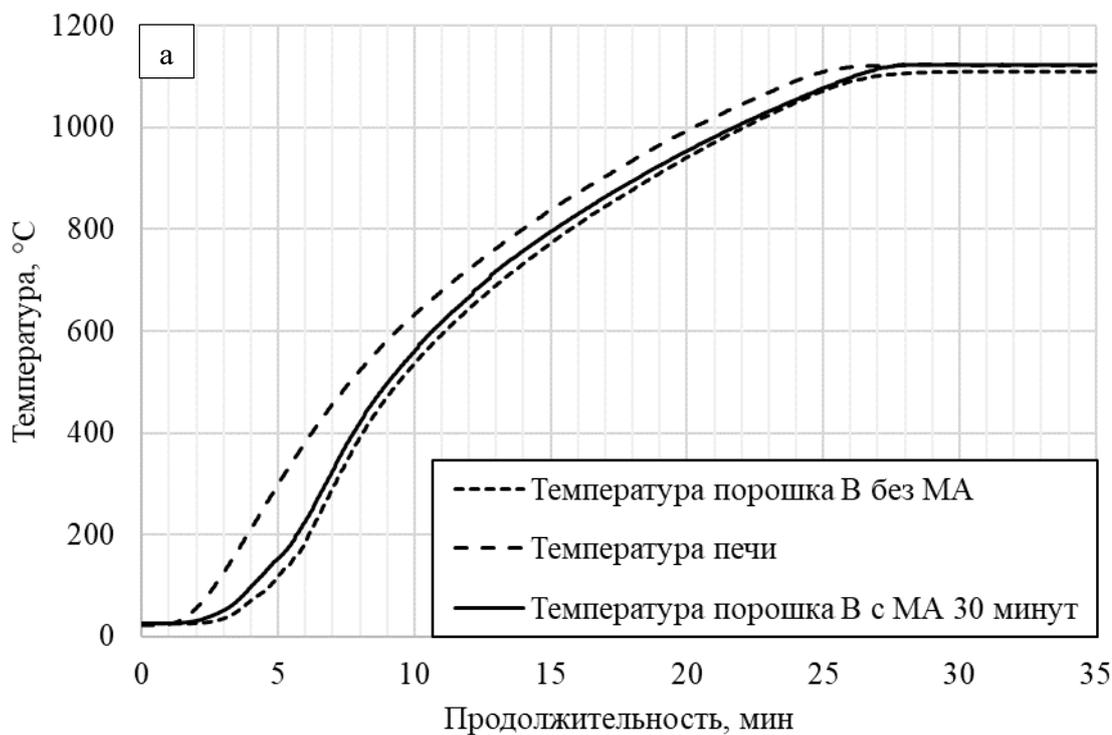


Рисунок 3.18 – Кривые нагрева порошка бора с МА 30 (а) и 40 (б) минут

В дальнейшем механоактивацию осуществляли в течение 50, 60, 70, 80 минут с последующим нагревом порошка до температуры 1100 °С. Перегрев порошка бора составил 16 °С, 20 °С, 27 °С и 33 °С соответственно (рисунок 3.19 а,б; 3.20 а,б).

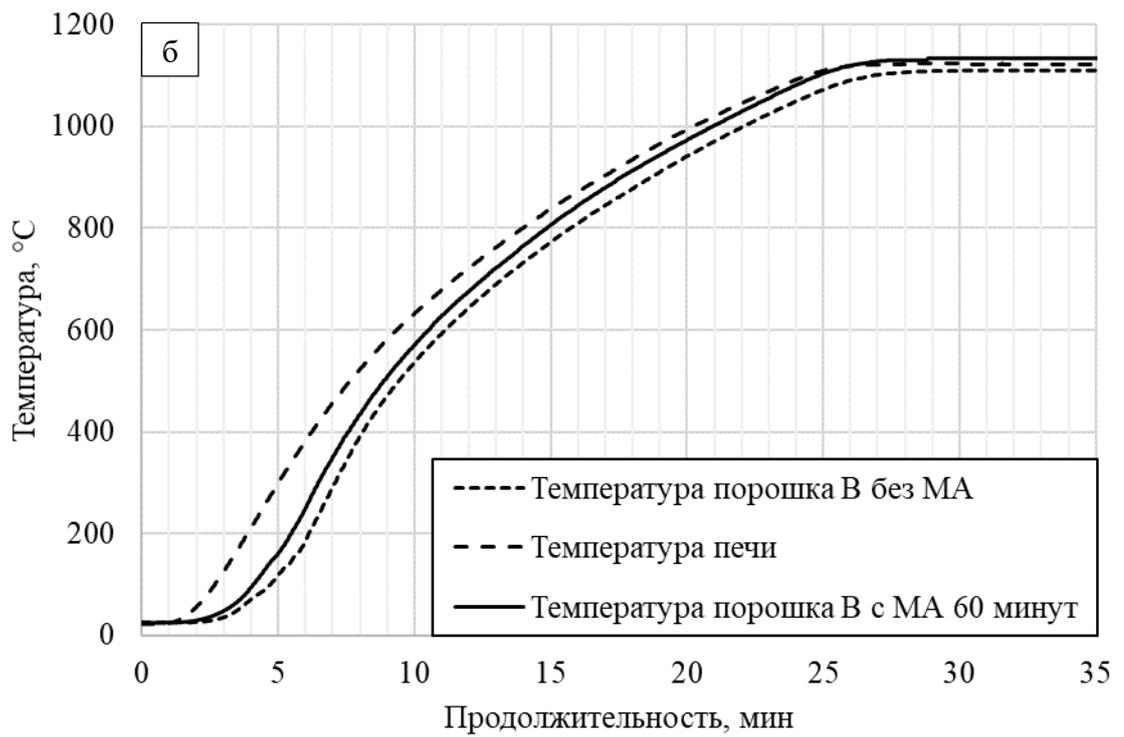
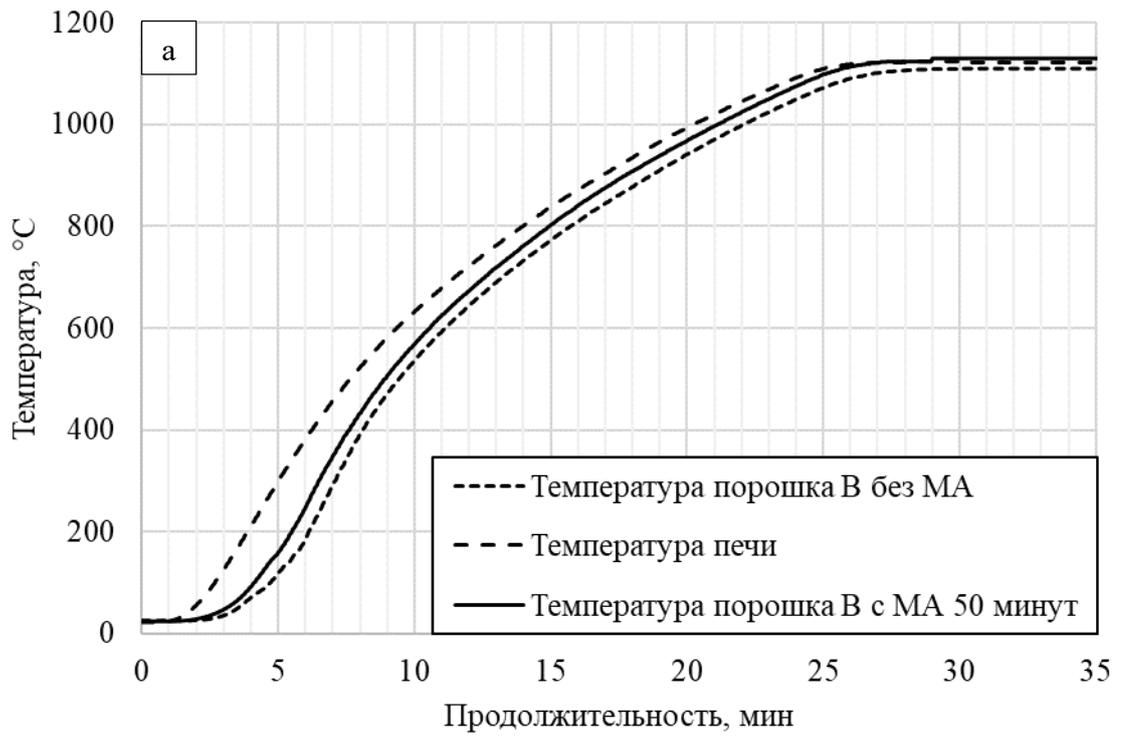


Рисунок 3.19 – Кривые нагрева порошка бора с МА 50 минут (а) и 60 минут (б)

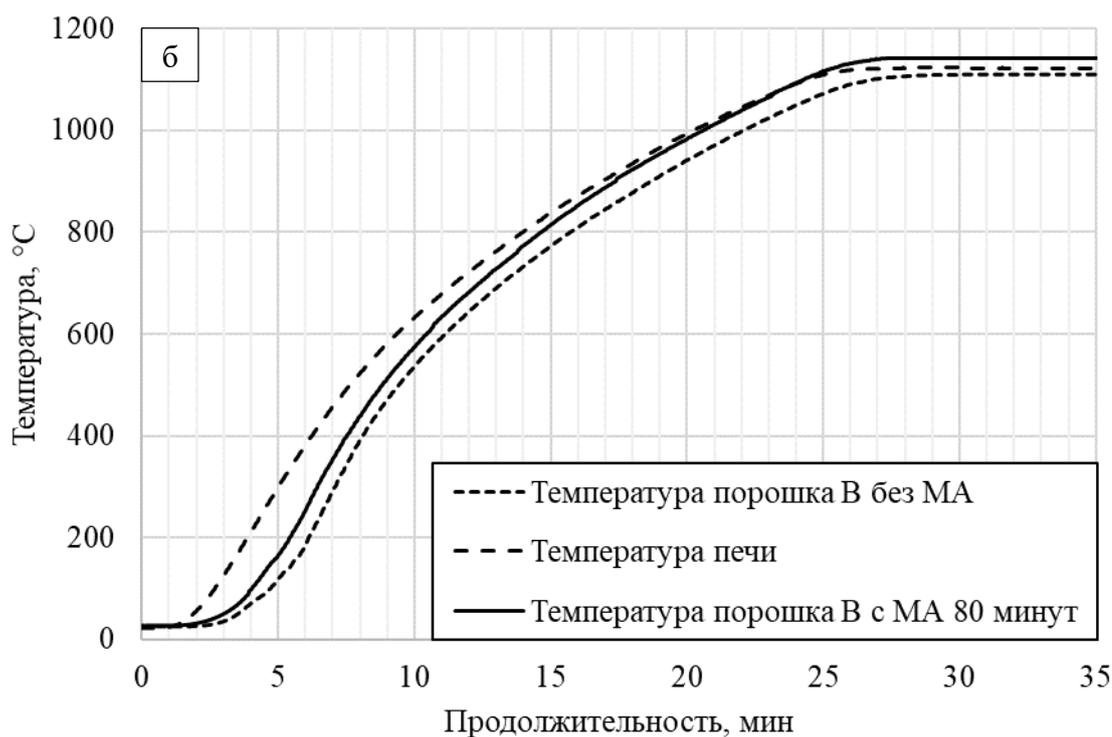
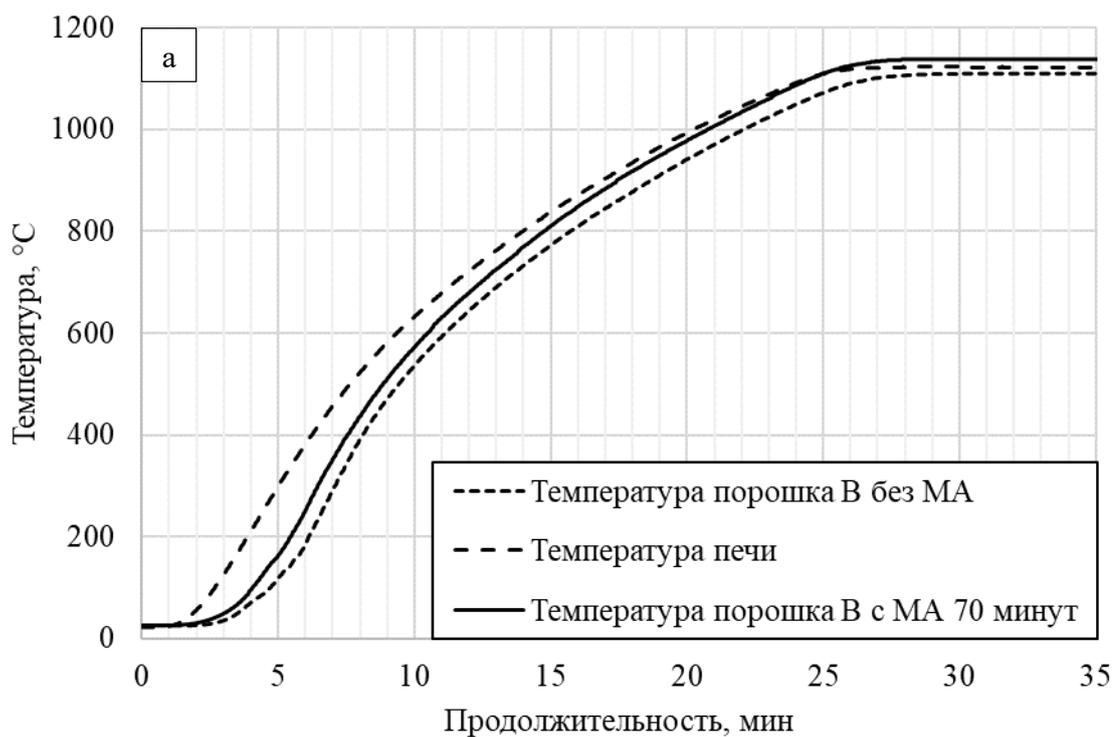


Рисунок 3.20 – Кривые нагрева порошка бора с МА 70 (а) и 80 (б) минут

Проведен РФА исходного порошка бора и после механической активации в течение 80 минут, а также после нагрева до 1100 °С. Бор - аморфное вещество, в котором наблюдается отсутствие кристаллических областей (областей со структурой дальнего порядка) и, в силу этого, обладает изотропными свойствами. В отличие от кристаллов, дифракционная картина

рассеяния от аморфных тел представляет собой совокупность узких максимумов различной интенсивности и имеет вид широких диффузных гало. Результаты РФА представлены на рисунках 3.21 - 3.23.

РФА исходного порошка бора (рисунок 3.20) показывает его соответствие химическому составу. Бор в чистом виде в природе не встречается. Получить его можно в процессе восстановления натрием из оксида бора, поэтому на дифрактограмме присутствуют пики, соответствующие оксиду бора B_2O_3 .

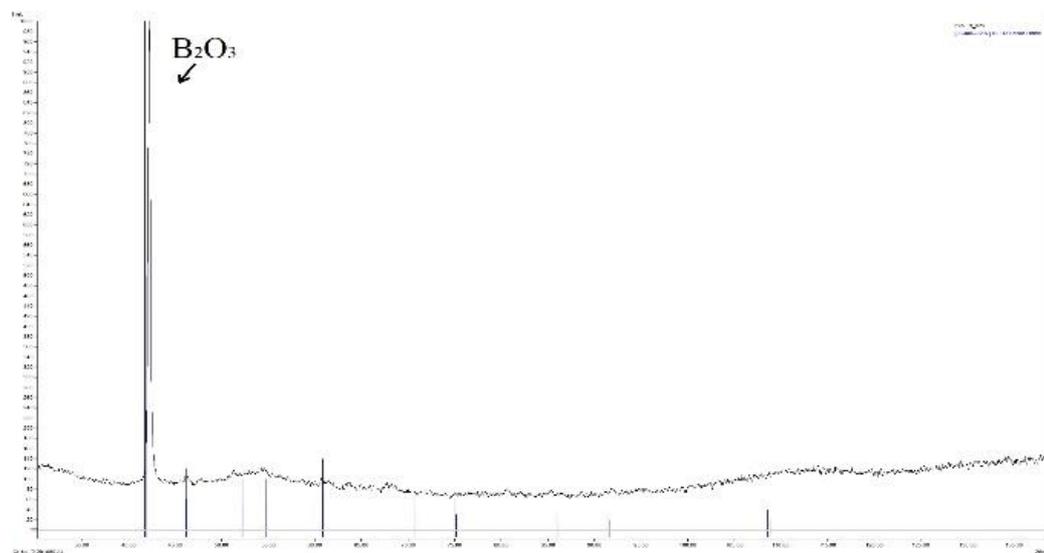


Рисунок 3.21 – Дифрактограмма исходного порошка бора

После проведенной МА (рисунок 3.21), наблюдается существенное изменение дифракционной картины для порошка бора.

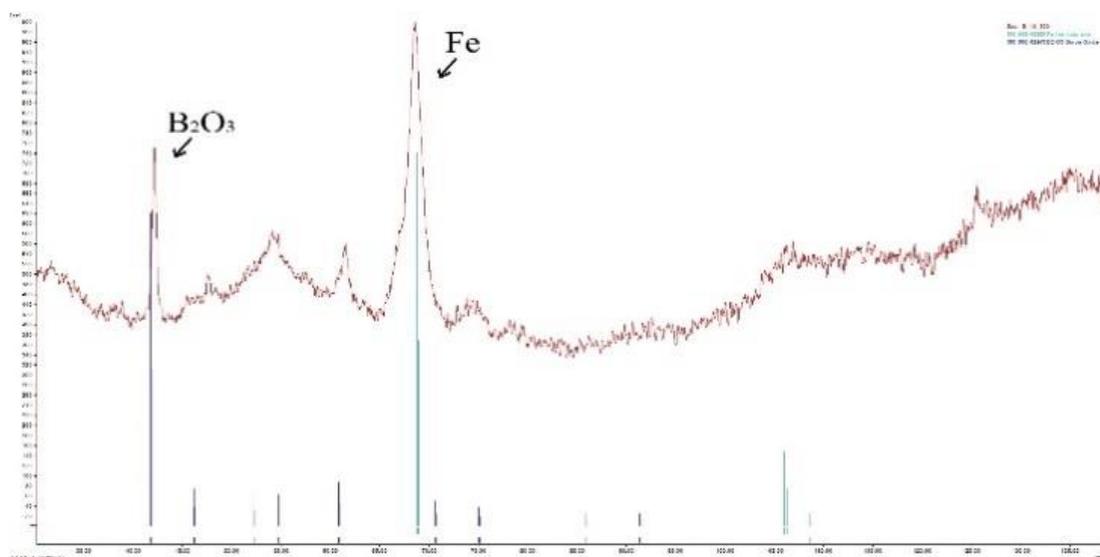


Рисунок 3.22 – Дифрактограмма бора после МА 80 минут

Обнаруженные пики железа связаны с накоплением продуктов истирания мелющих тел при проведении механической активации. Полученные результаты показывают изменение положения и ширины рефлексов, микроискажение решеток, повышение интенсивности фона, что свидетельствует о накоплении внутренних дефектов, возникновении микродеформаций и микронапряжений в структуре материала.

После проведенного нагрева механоактивированного порошка на дифрактограмме (рисунок 3.22) заметно уменьшилась интенсивность фона. Проведение механической активации в защитной среде не приводит к явному окислению исследуемых порошков.

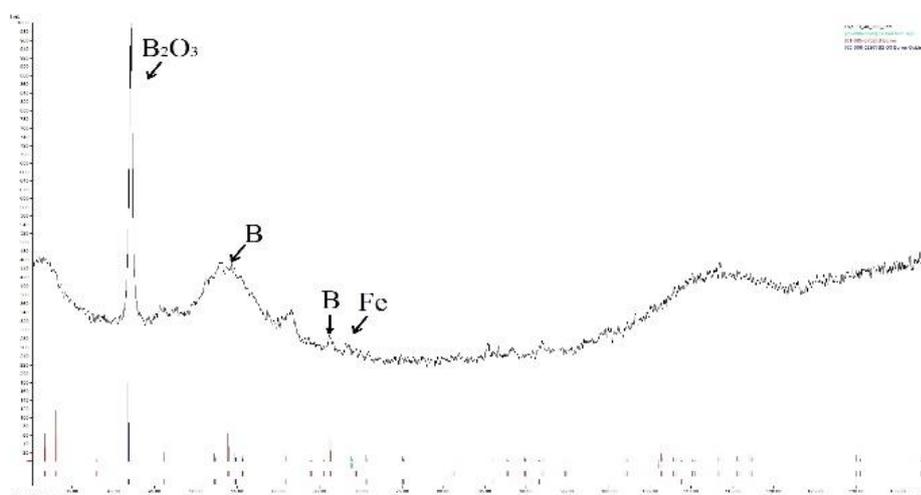


Рисунок 3.23 – Дифрактограмма бора с МА 80 минут после нагрева

С увеличением продолжительности механоактивации до 100 и более минут, снижается температура перегрева порошка В, которая предположительно, связана с перемеханоактивацией бора.

Построены графики зависимости максимального перегрева порошков от продолжительности механической активации. Результаты представлены на рисунке 3.24.

В результате проведенных исследований можно сделать вывод, что оптимальный режим обработки чистого порошка бора для получения наибольшего эффекта перегрева составляет 60-80 минут. При нагреве порошка бора зафиксирован перегрев до температур, превышающих температуру эталонного образца на 33 °С.

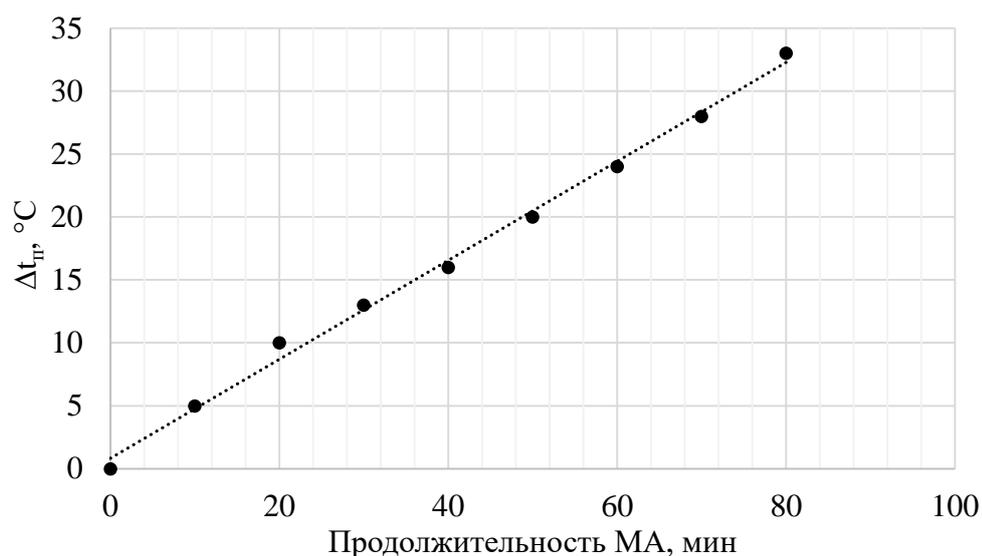


Рисунок 3.24 – График зависимости максимальной температуры перегрева бора от продолжительности механической активации.

В дальнейшем работе, при получении КРЗМ холодной прокаткой, в качестве заготовки будет использован порошок бора, механически активированный в течение 80 минут.

3.4 Исследование влияния механической активации на перегрев смеси системы W-B

Проведенные исследования выявили перегрев порошка вольфрама и бора при увеличении продолжительности механической активации относительно температуры в отожжённом состоянии. В дальнейших исследованиях для получения максимальной температуры перегрева проведена совместная механическая активация порошков W и B, зашхтованных на получение основных боридов вольфрама WB, W₂B, W₂B₅ [140]. В таблице 3.2 представлены массовые и объемные соотношения смесей.

Для исследования способности к перегреву механически активированной смеси порошков W-B была проведена серия экспериментов по механической активации и последующему нагреву в среде технического аргона.

Представленные в таблице смеси подвергали механоактивации в течение 40, 60, 80 минут. Режим обработки в планетарной шаровой мельнице Retsch PM 400 (Retsch GmbH, Германия) аналогичен режиму обработки вольфрама и бора в чистом виде. Продолжительность механической активации выбрана исходя из полученных результатов для порошков вольфрама и бора. Механически активированные смеси нагревали на экспериментальной установке

прямого термического анализа в среде аргона. Нагревы проводились по двум режимам: скорости нагрева 46 °С/мин и 330 °С/мин до температуры 1100 °С.

Таблица 3.2 – Расчетное массовое и объемное содержание компонентов смесей системы W-B

№	Смесь системы W-B, зашихтованная на соединение	Состав			
		Масс, %		Об.%	
		W	B	W	B
1	WB	94,4	5,6	67,3	32,7
2	W ₂ B	97,1	2,9	80,3	19,7
3	W ₂ B ₅	87,0	13,0	55,1	44,9

По результатам проведенных предварительных исследований по механической активации в течение 40 минут, смесей порошков, зашихтованных на соединения WB, W₂B, W₂B₅, максимальная температура перегрева составила 3-4 °С. При увеличении продолжительности механической активации до 60 минут, температура перегрева для смесей WB, W₂B составила - 9 - 12 °С, а для смеси W₂B₅ составила - 19-23 °С.

Результаты нагревов смесей порошков с МА в течение 80 минут представлены на рисунке 3.25 (а, б), 3.26 (а, б), 3.27 (а, б).

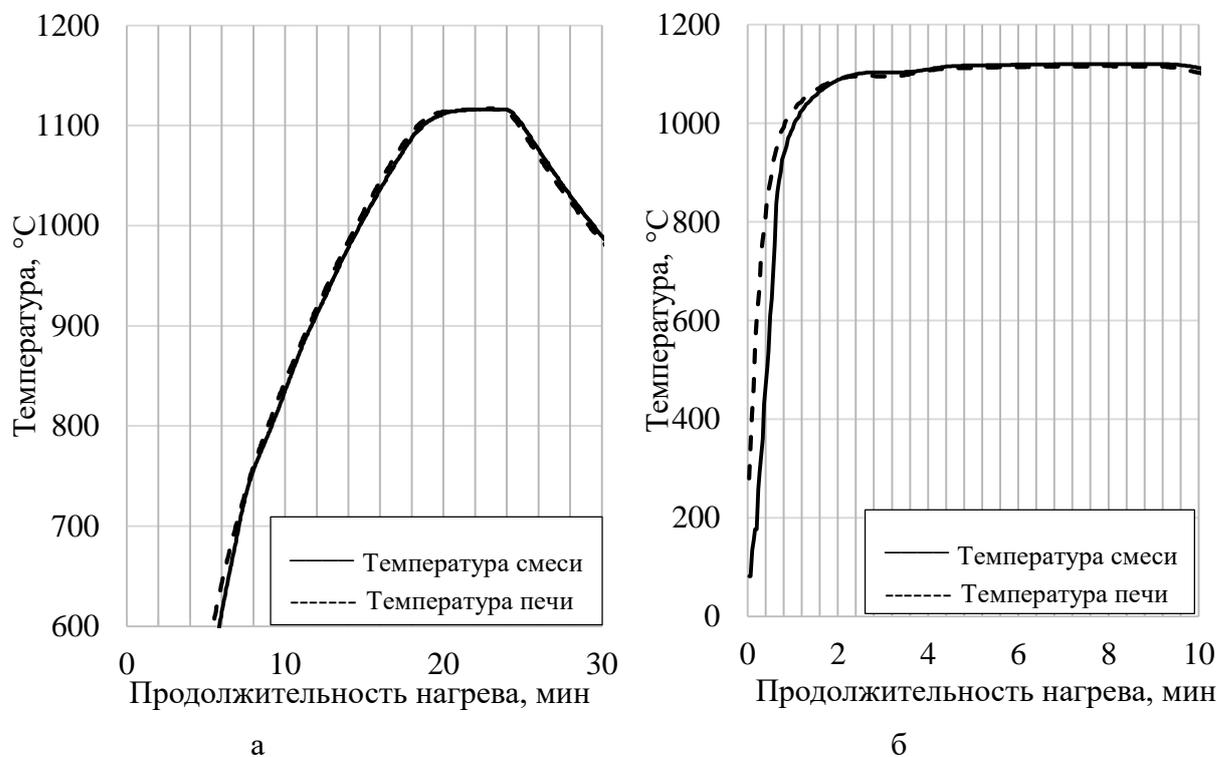
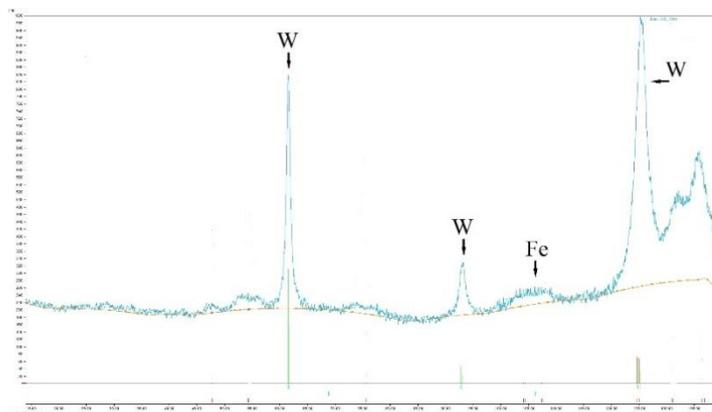
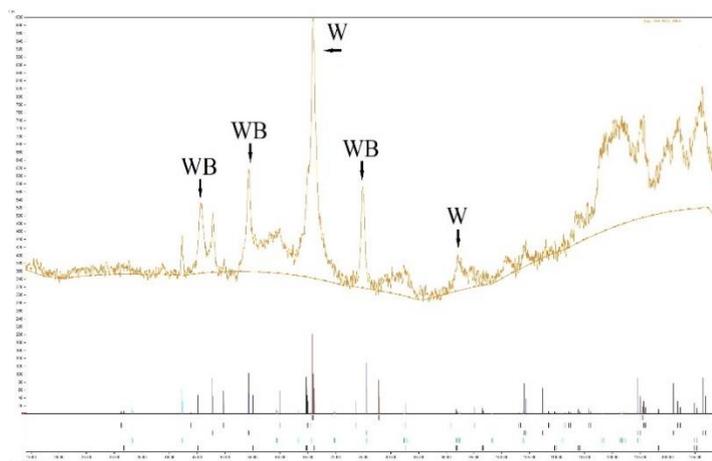


Рисунок 3.25 – Кривые нагрева смеси порошков системы W-B, зашихтованной на соединение WB с продолжительностью МА 80 минут

Максимальная температура перегрева смеси зашихтованной на соединение WB при скорости нагрева 46 °С/мин составила 23 °С, при скорости нагрева 330 °С/мин - 25 °С. Перегрев обусловлен релаксацией накопленных дефектов в результате проведения механической активации и частичным образованием WB. Это установлено в результате рентгенофазового анализа смеси, полученной после механической активации в течение 80 минут и нагрева со скоростью 46 °С/мин. Дифрактограммы представлены на рисунке 3.26.



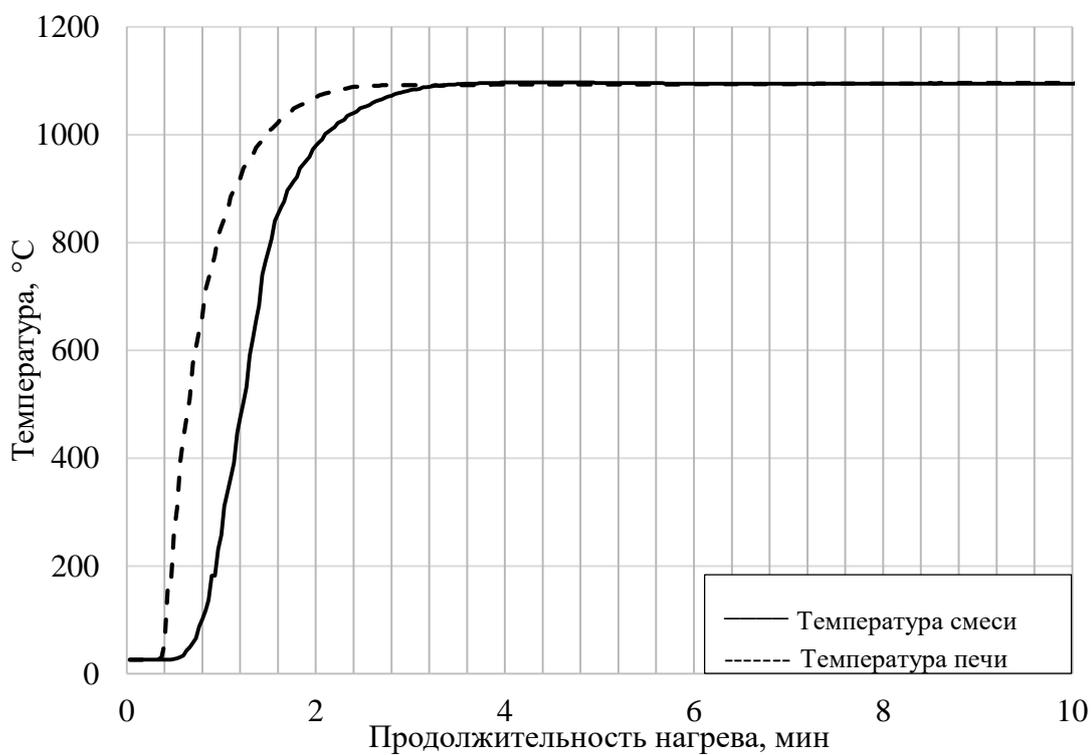
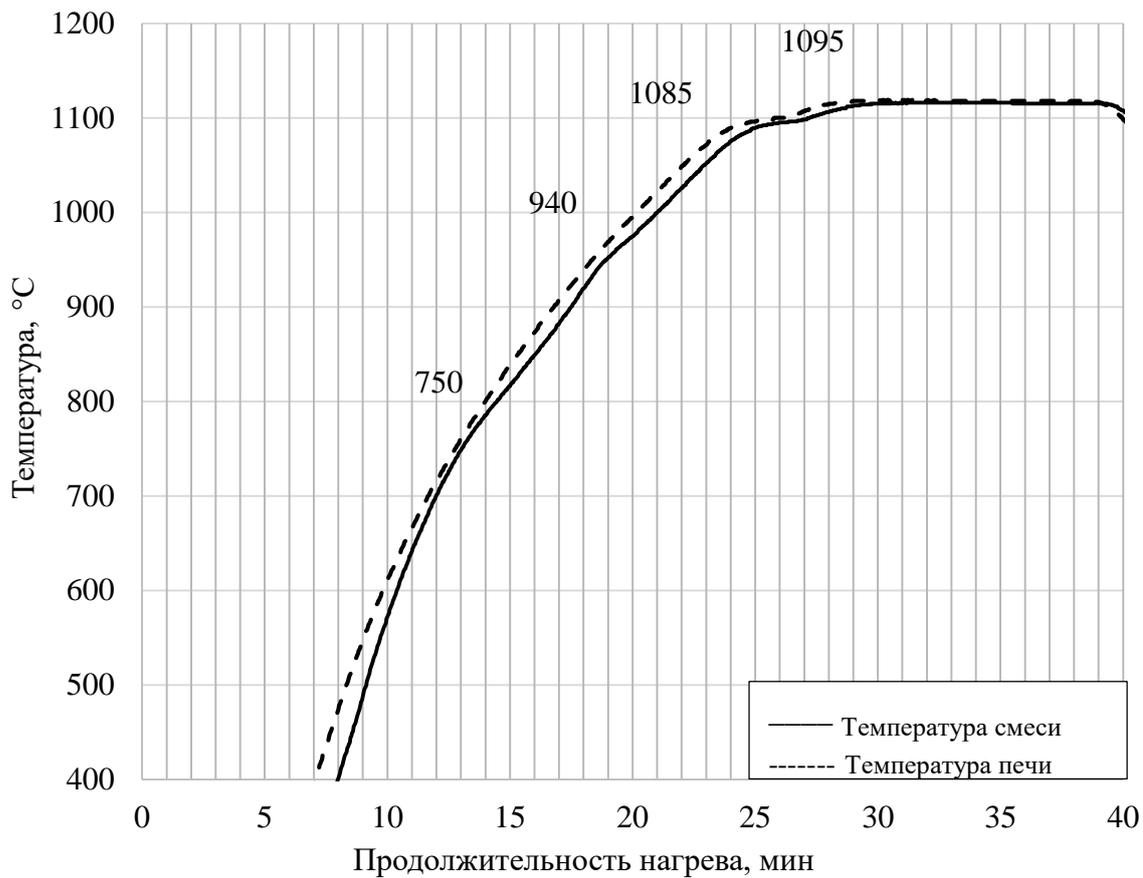
а



б

Рисунок 3.26 – Дифрактограмма смеси порошков системы W-B, зашихтованной на получение WB при продолжительности МА 80 минут до (а) и после (б) нагрева.

РФА показывает, что после механической активации в течение 80 минут не происходит фазовых превращений, либо их содержание меньше определяемых прибором значений. Обнаружена фаза чистого вольфрама. Аморфный бор не определяется. В результате нагрева данной смеси до 1100 °С происходит частичное образование соединения WB.



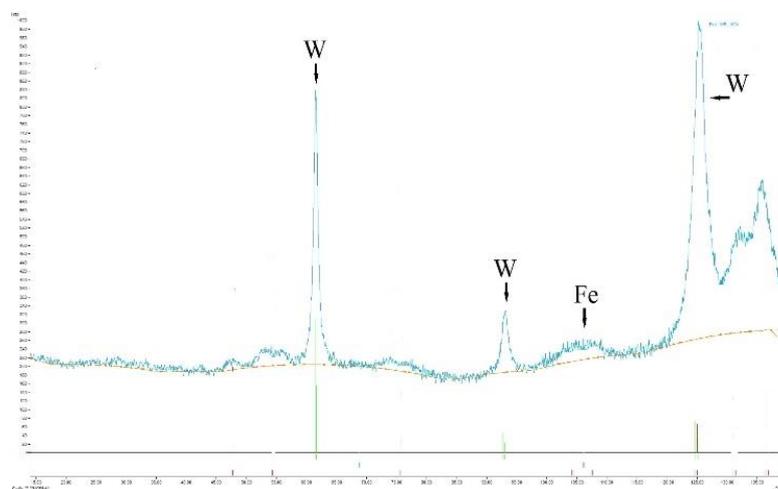
а – нагрев со скоростью 46 °C/мин

б – нагрев со скоростью 330 °C/мин

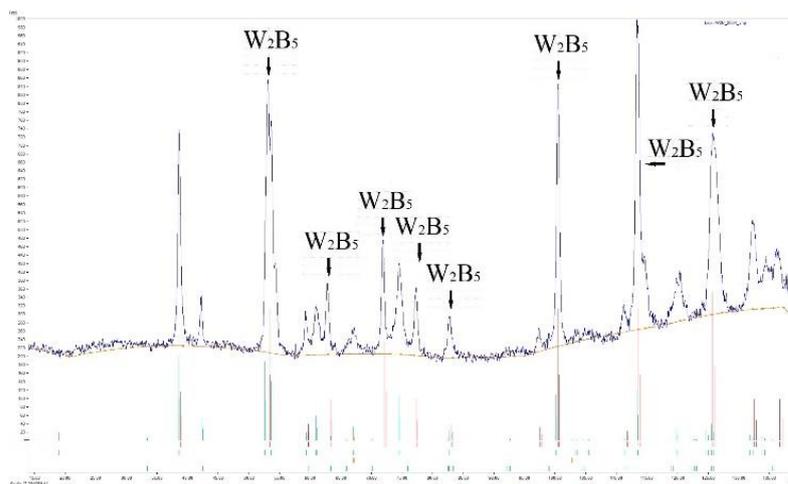
Рисунок 3.27 – Кривые нагрева смеси порошков системы W-B, зашихтованной на соединение W₂B с продолжительностью МА 80 минут

Аналогичные исследования проведены для смеси системы W-B, зашихтованной на получение W_2B , и после механической активации в 80 минут. При нагреве смеси выявлены 4 температурных скачка (рисунок 3.20 а) при значениях 750, 940, 1085, 1095 °С, связанных с образованием боридов вольфрама. Максимальная температура перегрева при скорости нагрева 46 °С/мин составила 26 °С, при скорости нагрева 330 °С/мин составила 24 °С. Для подтверждения образования боридов вольфрама проведен рентгенофазовый анализ полученных образцов.

РФА показывает (рисунок 3.28), что после механической активации в течение 80 минут не происходит фазовых превращений, либо их содержание меньше определяемых прибором значений. Обнаружена фаза чистого вольфрама. Аморфный бор не определяется.



а)

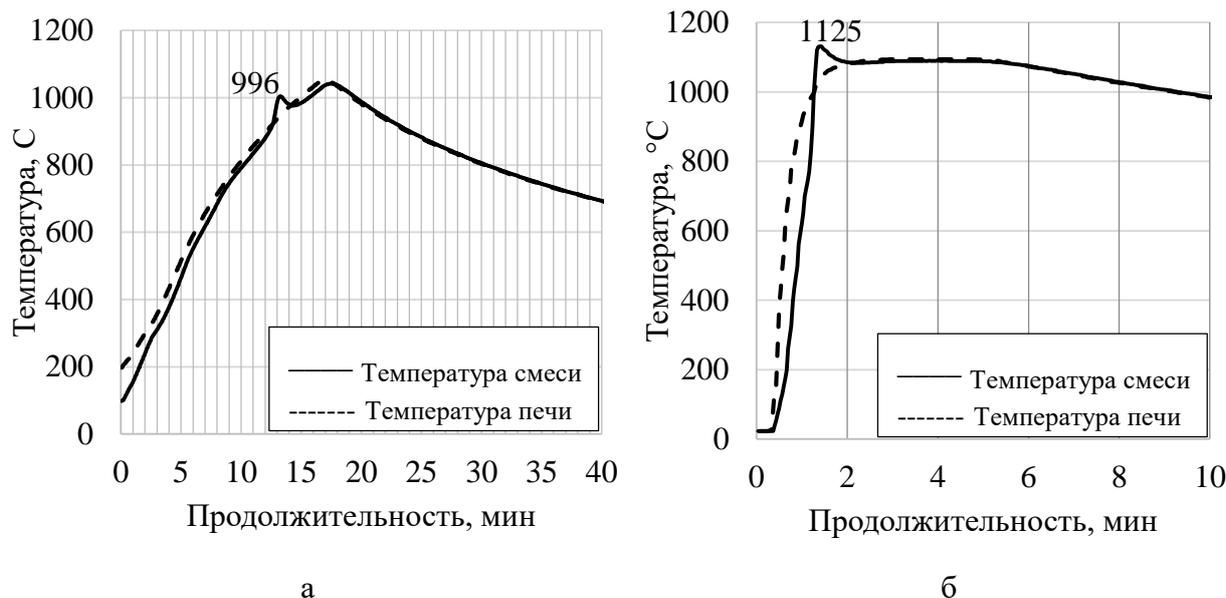


б)

Рисунок 3.28 – Дифрактограмма смеси порошков системы W-B, зашихтованной на получение W_2B при продолжительности МА 80 минут до (а) и после (б) нагрева.

При нагреве смеси до 1100 °С происходит образование соединения W_2B_5 , а образование соединения W_2B не установлено. Таким образом, можно сделать заключение, что появление резких локальных перегревов связано с постепенным образованием соединения W_2B_5 .

При нагреве порошковой смеси (рисунок 3.29), зашихтованной на соединение W_2B_5 , выявлен резкий перегрев на 56 °С в интервале 926 - 977 °С, который, предположительно, связан с образованием W_2B_5 при скорости нагрева 46 °С/мин. Максимальная температура перегрева при скорости нагрева 330 °С/мин составила 133 °С в интервале 992 – 1083 °С.



а

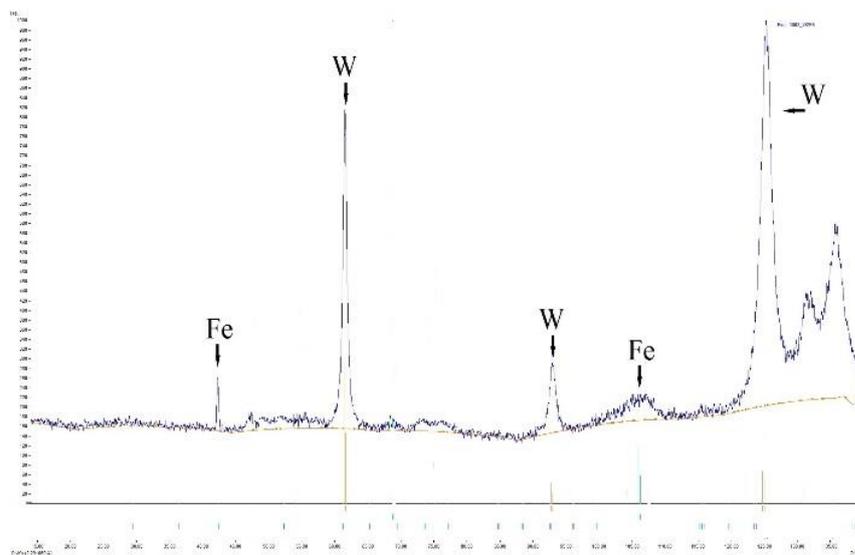
б

а – нагрев со скоростью 46 °С/мин

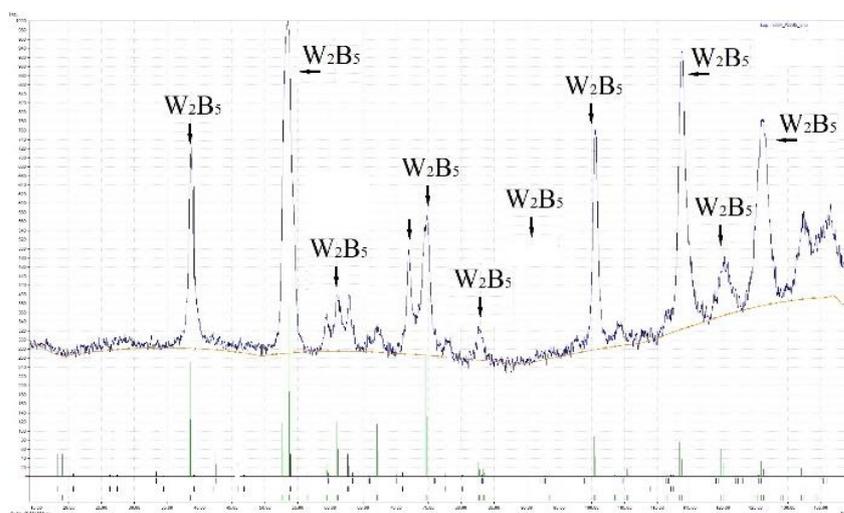
б – нагрев со скоростью 330 °С/мин

Рисунок 3.29 – Кривые нагрева смеси порошков системы W-B, зашихтованной на соединение W_2B_5 с продолжительностью МА 80 минут

РФА показывает (рисунок 3.30), что после механической активации в течение 80 минут фазовых превращений не происходит, либо их содержание меньше определяемых прибором значений. При нагреве данной смеси до 1100 °С происходит образование соединения W_2B_5 .



a)



б)

Рисунок 3.30 – Дифрактограмма смеси порошков системы W-B, зашихтованной на получение W_2B_5 при продолжительности МА 80 минут до (а) и после (б) нагрева.

По результатам нагрева смесей, зашихтованной на WB, W_2B , W_2B_5 , механически активированным в течение 40, 60 и 80 минут, можно сделать вывод, что максимальная температура перегрева достигается в смеси, зашихтованной на соединение W_2B_5 и составляет 133 °С. В дальнейшей работе данная смесь, механически активированная в течение 80 минут, будет использована для получения композиционного материала методом холодной прокатки.

3.5 Исследование влияния механической активации на перегрев смеси систем Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr

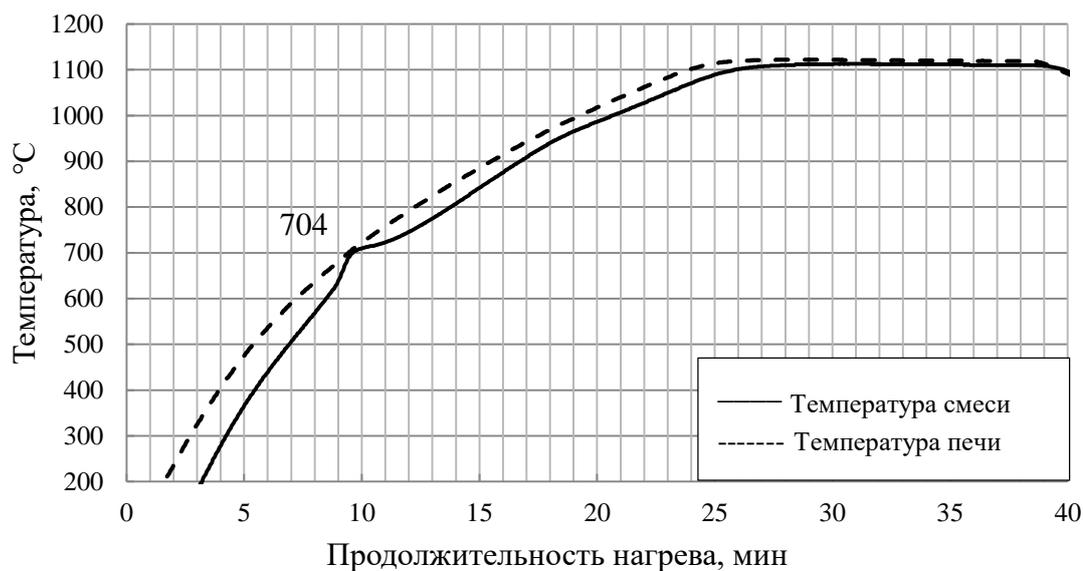
С целью повышения максимальной температуры перегрева и возможности корректировки химического состава материала были проведены исследования со смесями порошков систем Al-B-C, Al-W-B-C, Al-W-B-C-Zr с различным содержанием порошков В, W, С, Zr. Углерод и цирконий вводились в качестве реакционных добавок для образования В₄С, WС, ZrС. Механическая активация смесей проводилась в течение 60-80 минут. Режим обработки в планетарной шаровой мельнице Retsch РМ 400 (Retsch GmbH, Германия) аналогичен режиму обработки вольфрама и бора в чистом виде. Механически активированные смеси нагревали на экспериментальной установке прямого термического анализа в среде аргона. Нагревы проводились по двум режимам - при скорости нагрева 46 °С/мин и 330 °С/мин.

Первично рассмотрена система Al-B-C, смеси которой зашихтованы на получение карбида бора в пределах от 20 до 50 об.%. В таблице 3.3 представлены массовые и объемные соотношения смесей.

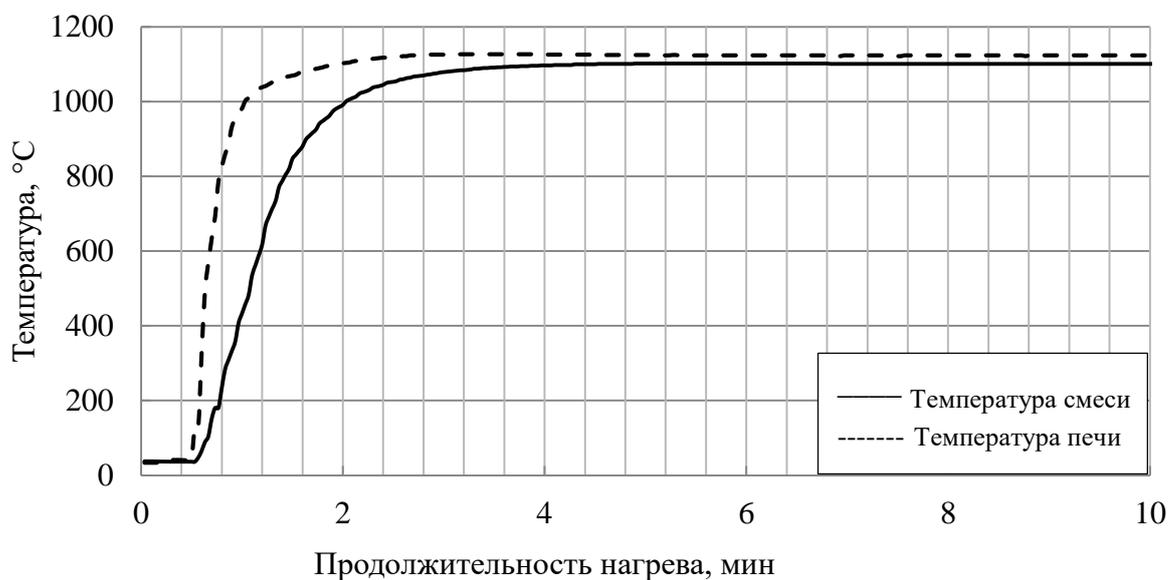
Таблица 3.3 – Расчетное массовое и объемное содержание компонентов смесей системы Al-B-C

№	Состав					
	Масс, %			Об.%		
	Al	B	C	Al	B	C
1	82,3	13,9	3,8	80,0	15,6	4,4
2	73,1	21,2	5,7	70,0	23,4	6,6
3	63,6	28,7	7,8	60,0	31,2	8,8
4	53,8	36,4	9,9	50,0	39,0	11,0

Результаты нагревов представлены на рисунках (3.31 - 3.36, 3.38). При нагреве смеси с составом №1 на получение карбида бора 20 об.% при скорости нагрева 46 °С/мин отмечен резкий перегрев (рисунок 3.31 а), который, предположительно, связан с частичным образованием карбида бора. Максимальная температура перегрева фиксируется в точке 704 °С, однако график нагрева смеси не выходит за кривую нагрева печи. При нагреве смеси со скоростью нагрева 330 °С/мин явления перегрева и температурных скачков не обнаружено (рисунок 3.31 б).



а



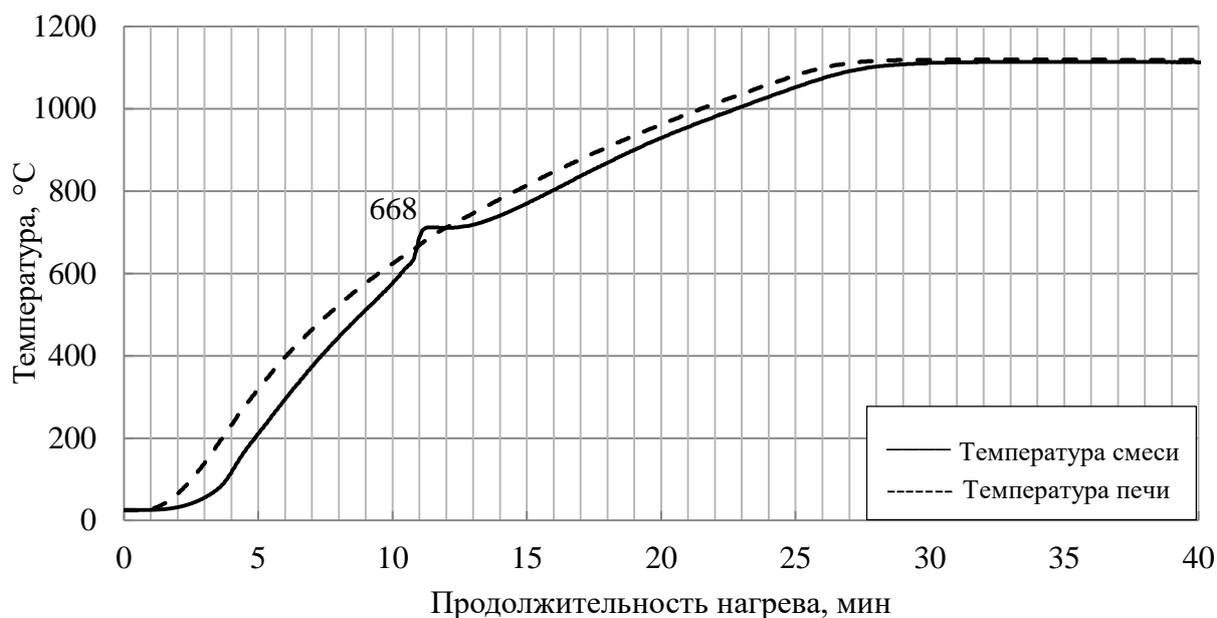
б

а – нагрев со скоростью 46 °C/мин

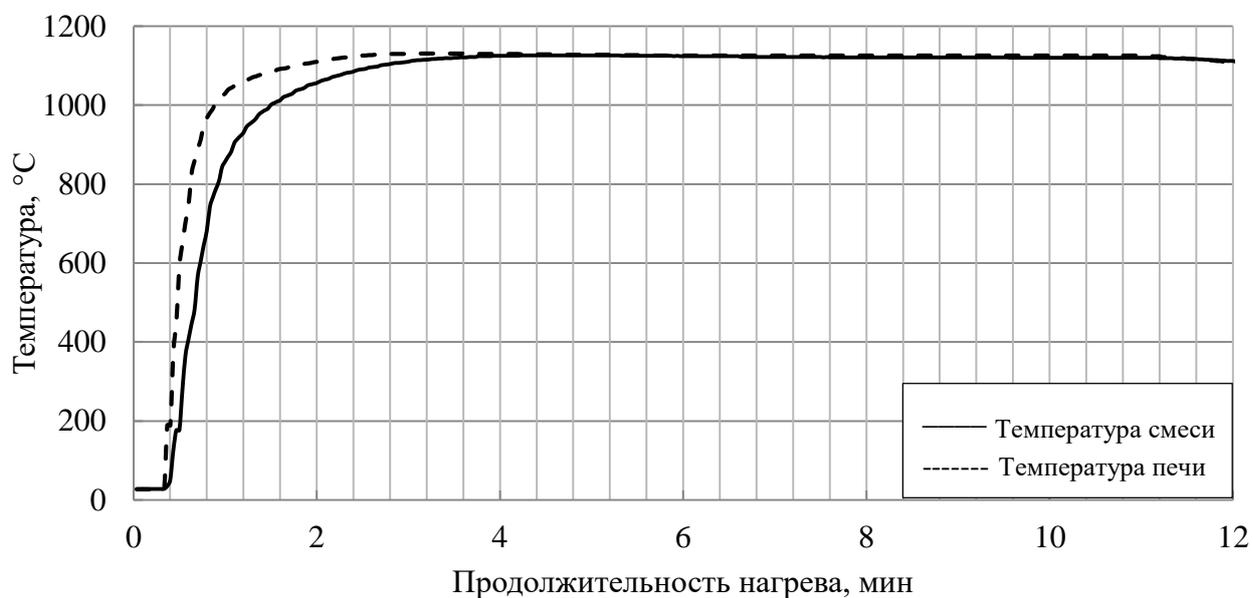
б - нагрев со скоростью 330 °C/мин

Рисунок 3.31 – Кривые нагрева смеси порошков системы Al-B-C для получения B_4C содержанием 20 об.%

С повышением объемной доли компонентов для получения карбида бора до 30 об.% (состав №2), происходит температурный скачок, что показано на графике (рисунок 3.32 а). Максимальная температура перегрева смеси составляет 668 °C и перегрев относительно печи равен 31 °C. При скорости нагрева смеси 330 °C/мин перегрева не выявлено (рисунок 3.32 б).



а



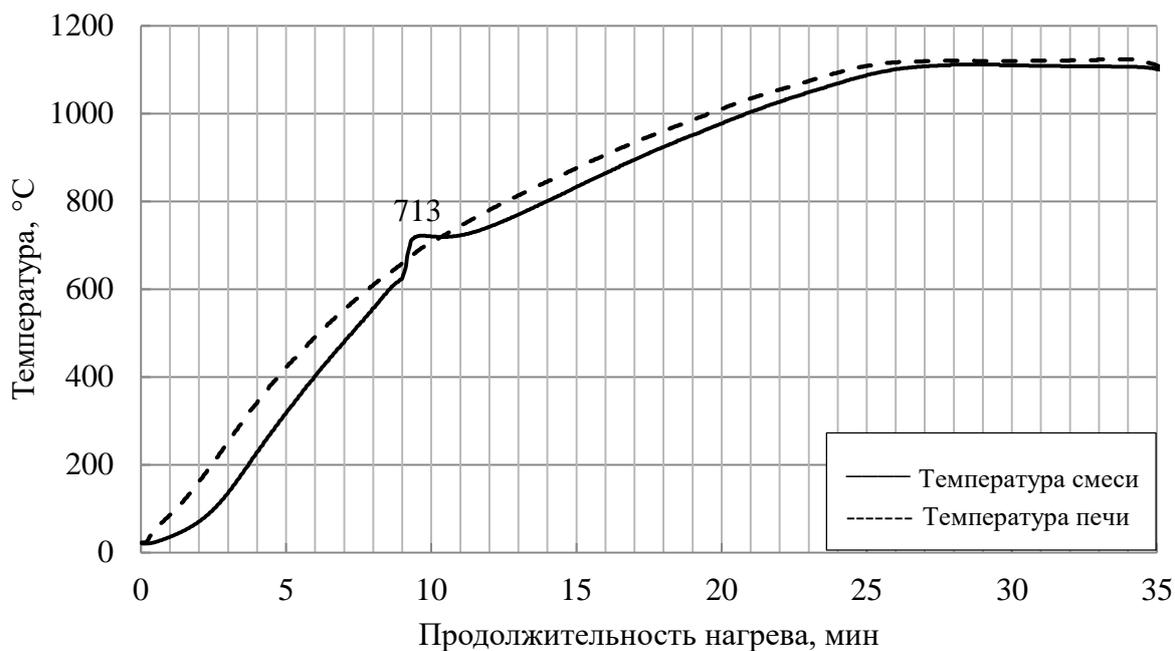
б

а – нагрев со скоростью 46 °С/мин

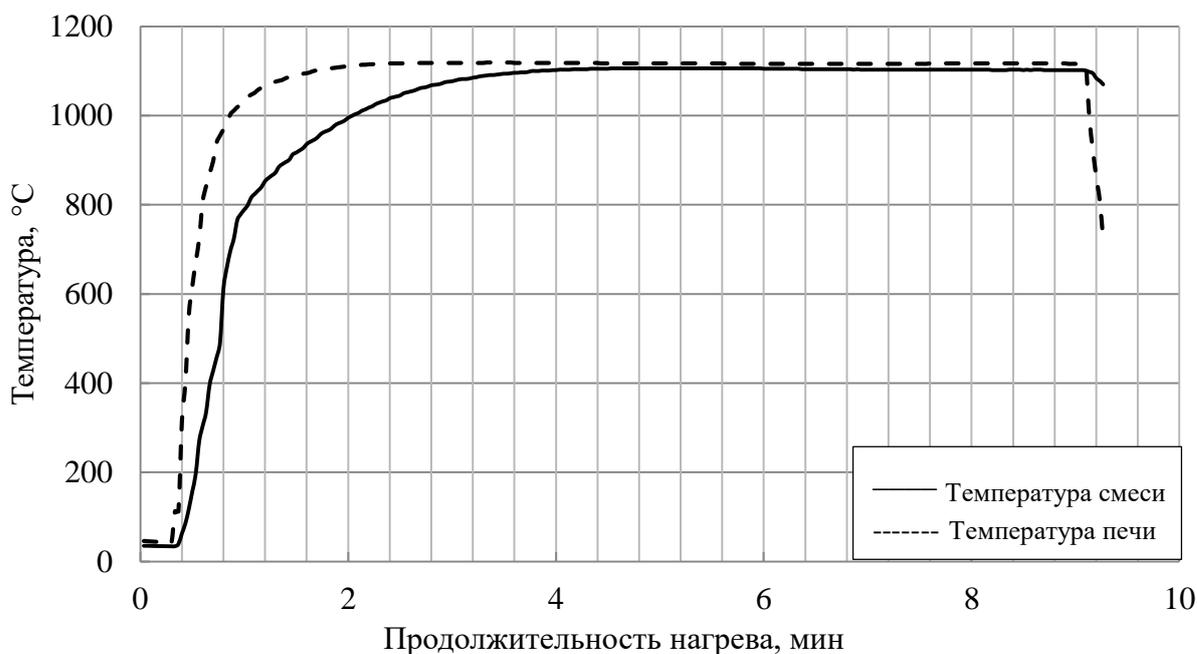
б – нагрев со скоростью 330 °С/мин

Рисунок 3.32 – Кривые нагрева смеси порошков системы Al-B-C для получения B_4C содержанием 30 об.%

Максимальная температура перегрева в точке 713 °С достигается при нагреве смеси №3, доли компонентов которой зашихтованы на получение карбида бора до 40 об.%. Максимальная температура перегрева относительно нагревателя составляет 38°С (рисунок 3.33, а). При нагреве смеси со скоростью нагрева 330 °С/мин перегрева и температурных скачков не выявлено (рисунок 3.33 б).



а



б

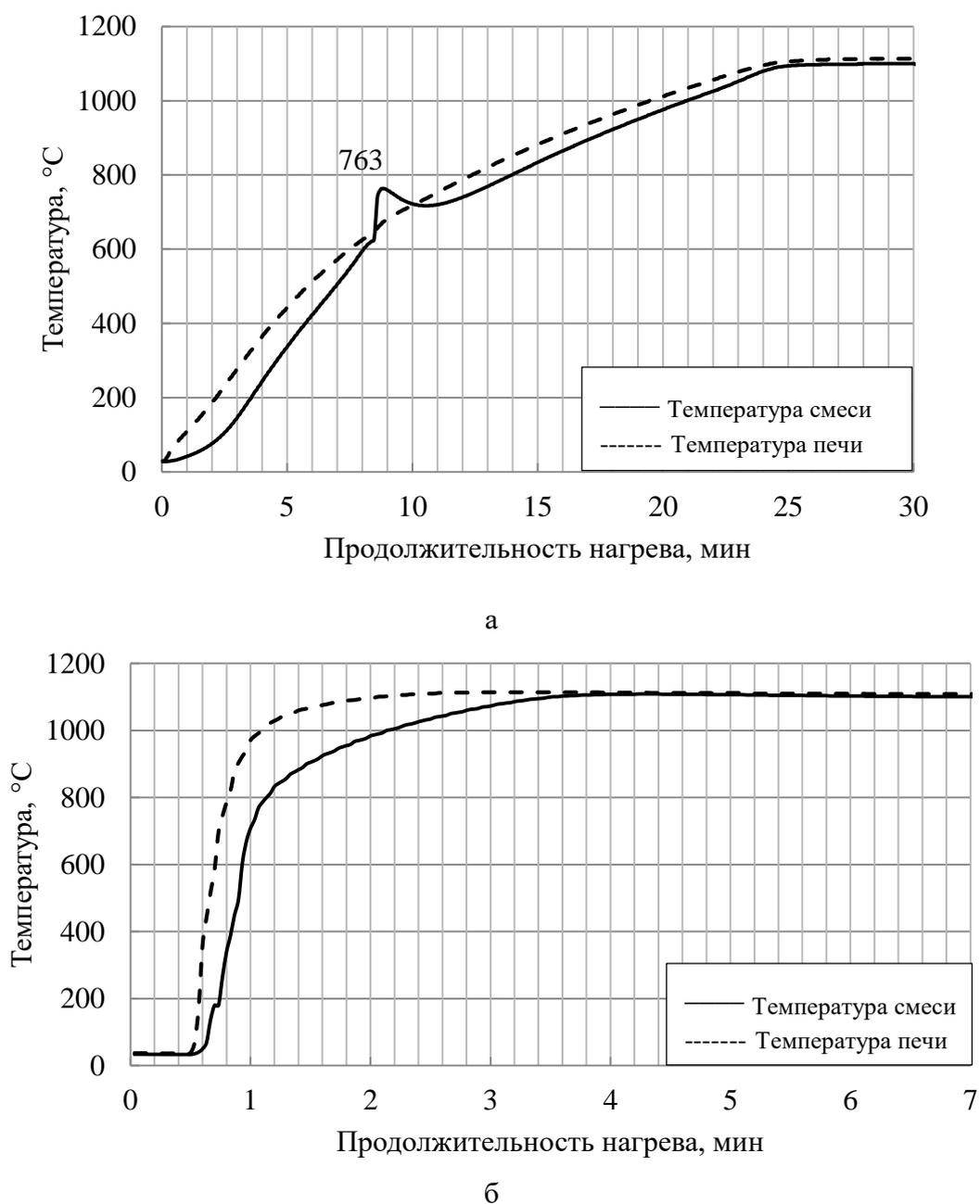
а – нагрев со скоростью 46 °С/мин

б – нагрев со скоростью 330 °С/мин

Рисунок 3.33 – Кривые нагрева смеси порошков системы Al-B-C для получения B_4C содержанием 40 об.%

При нагреве смеси №4, зашихтованной на получение карбида бора 50 об.% при скорости нагрева 46 °С/мин, отмечен резкий перегрев до температуры 763 °С (рисунок 3.34 а).

Температура перегрева относительно нагревателя составила 95 °С. При скорости нагрева смеси 330 °С/мин перегрева не выявлено (рисунок 3.34, б).



а – нагрев со скоростью 46 °С/мин

б – нагрев со скоростью 330 °С/мин

Рисунок 3.34 – Кривые нагрева смеси порошков системы Al-B-C для получения соединения B₄C содержанием 50 об.%

Из анализа полученных кривых видно, что при нагреве со скоростью 46 °С/мин. начало перегрева, связанное с образованием карбида бора, происходит при одной температуре - 600 °С

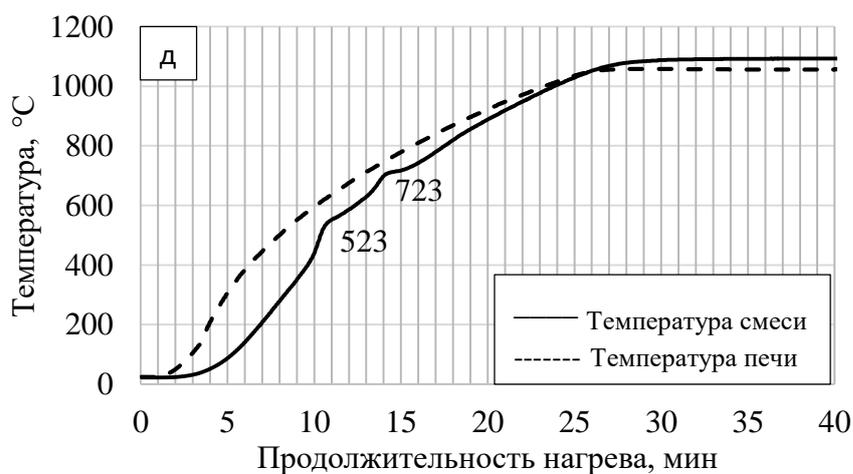
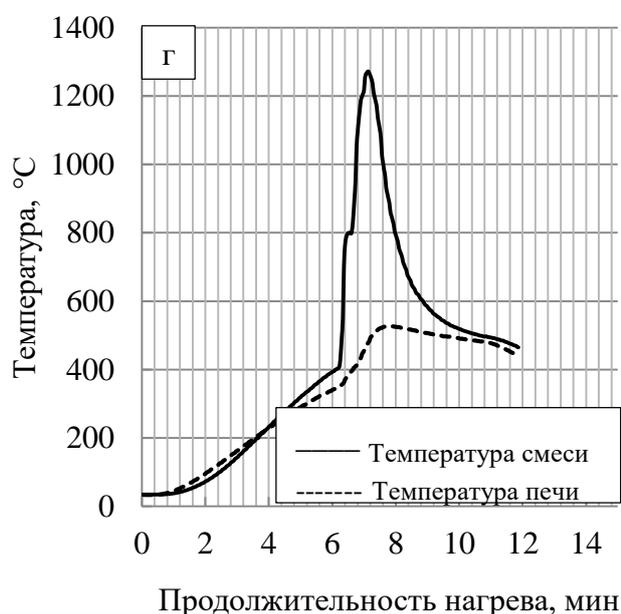
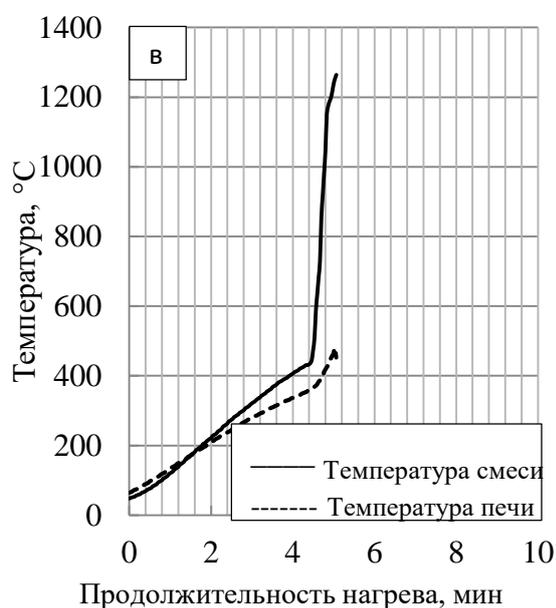
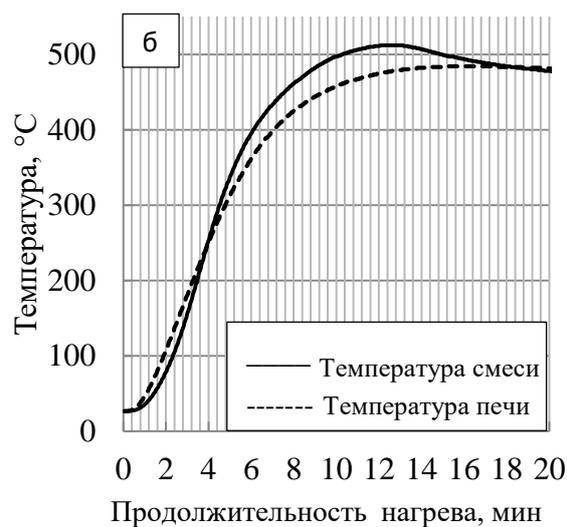
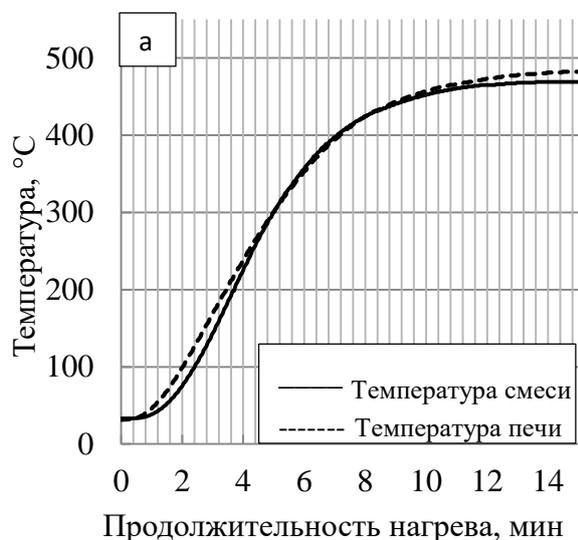
Дальнейшие исследования по тепловыделению проводили на этой же смеси порошков системы Al-B-Zr-C, Al-W-B-C и Al-W-B-Zr-C после предварительной механической активации

в течение 50-80 минут. При нагреве механически активированных порошковых смесей до максимально возможной температуры 1100 °С, со скоростью нагрева 46 °С/мин, отмечено резкое возрастание температуры, связанное с началом реакции в интервале температур 350-450 °С. В таблице 3.4 представлены массовые и объемные соотношения смесей.

Таблица 3.4 – Расчетное массовое и объемное содержание компонентов смесей системы Al-B-Zr-C, Al-W-B-C и Al-W-B-Zr-C

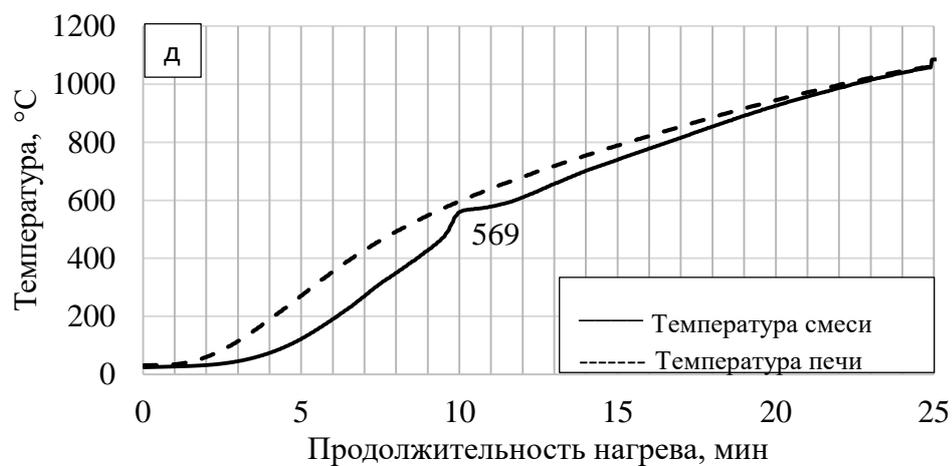
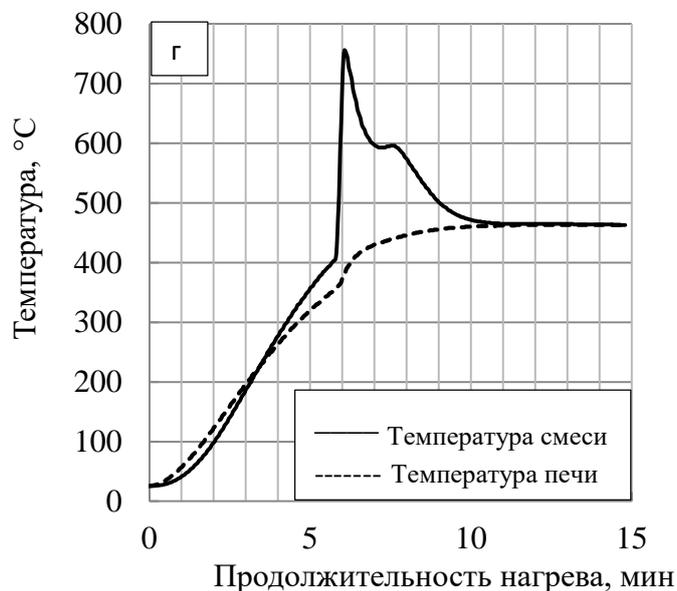
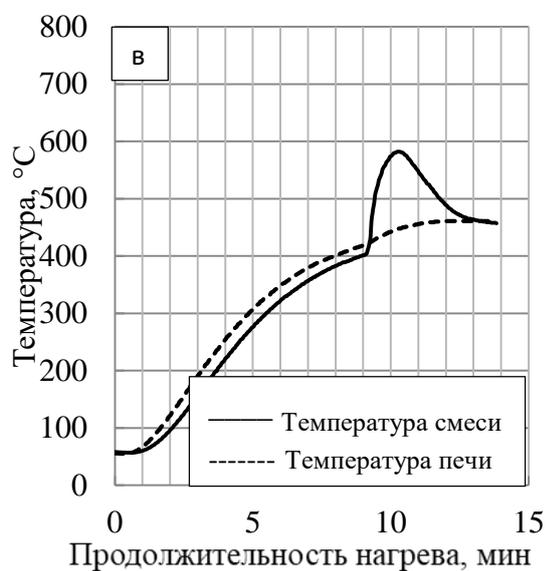
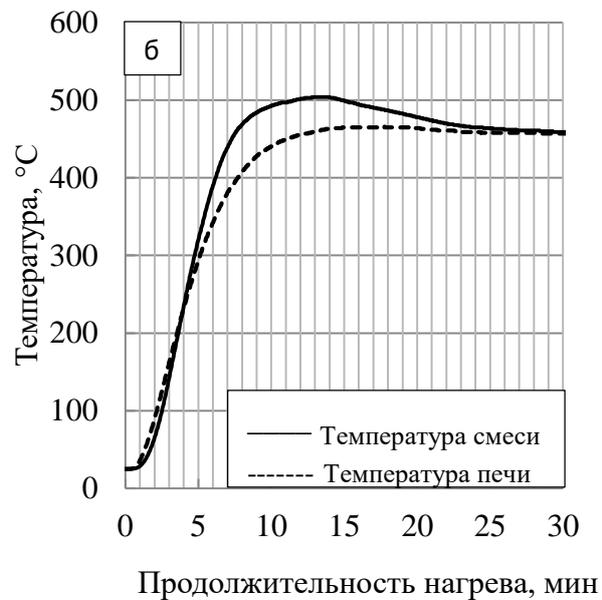
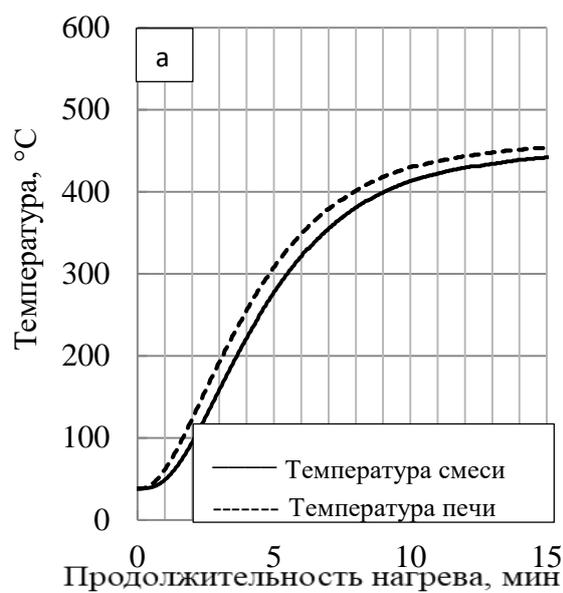
№	Состав									
	Масс, %					Об.%				
	Al	W	B	Zr	C	Al	W	B	Zr	C
1	27,8	59,2	7,2	-	5,8	50,0	15,0	15,0	-	12,6
2	75,9	-	12,4	10,7	1,0	79,3	-	15,0	1,0	4,7
3	34,9	56,0	6,8	1,2	1,0	66,6	15,0	15,0	1,0	2,4

Механоактивацию системы Al-B-Zr-C (смесь №2) проводили в течении 50 - 80 минут. Как видно из рисунка 3.35 а-д, максимальная температура перегрева возрастает с увеличением продолжительности механоактивации. Небольшой прирост температуры нагрева порошка относительно температуры нагревателя связан с релаксацией дефектов кристаллической структуры, сформировавшейся при механоактивации. Резкий прирост температуры при нагреве (пики на графиках) обусловлен протеканием экзотермических реакций. Наибольший эффект перегрева до температуры более 1200 °С наблюдается при продолжительности механической активации 70 и 80 минут. Максимальная температура перегрева относительно нагревателя составила 916 °С. Начало резкого роста температуры отмечено при температуре 400 °С. При нагреве смеси до температуры 1100 °С отмечены несколько скачков температуры в точках 523 °С и 723 °С, не выходящих за кривую нагревателя. Максимальная температура перегрева составила 36 °С.



а – нагрев смеси с МА 50 минут, б – нагрев смеси с МА 60 минут,
 в – нагрев смеси с МА 70 минут, г – нагрев смеси с МА 80 минут
 д – первичный нагрев до температуры 1100 °С с МА 80 минут

Рисунок 3.35 – Кривые нагрева смеси порошков системы Al-B-Zr-C



а – нагрев смеси с МА 50 минут, б – нагрев смеси с МА 60 минут,
 в – нагрев смеси с МА 70 минут, г – нагрев смеси с МА 80 минут
 д – первичный нагрев до температуры 1100 °С с МА 80 минут

Рисунок 3.36 – Кривые нагрева смеси порошков системы Al-W-B-C

Комплексный радиационно-защитный материал должен содержать вольфрам, поэтому в дальнейших исследованиях проводили механическую активацию смеси системы Al-W-B-C и Al-W-B-Zr-C. На рисунке 3.36 представлены кривые нагрева смеси Al-W-B-C после механической активации в течение 50-80 минут.

Механоактивацию системы Al-B-W-C проводили в течении 50 - 80 минут. Как видно из рисунка 3.36 а-д максимальная температура перегрева возрастает с увеличением продолжительности механоактивации. Максимальная температура составила 756 °С, максимальная температура перегрева относительно нагревателя составила 402 °С, при продолжительности механической активации 80 минут. Таким образом, видно, что при введении в смесь вольфрама происходит снижение температуры перегрева. Поэтому в дальнейших исследованиях в данную смесь вводится цирконий.

По данным РФА образцов смеси Al-W-B-C после нагрева (рисунок 3.37) установлено образование W_2B_5 , B_4C , WC и частичное окисление алюминия.

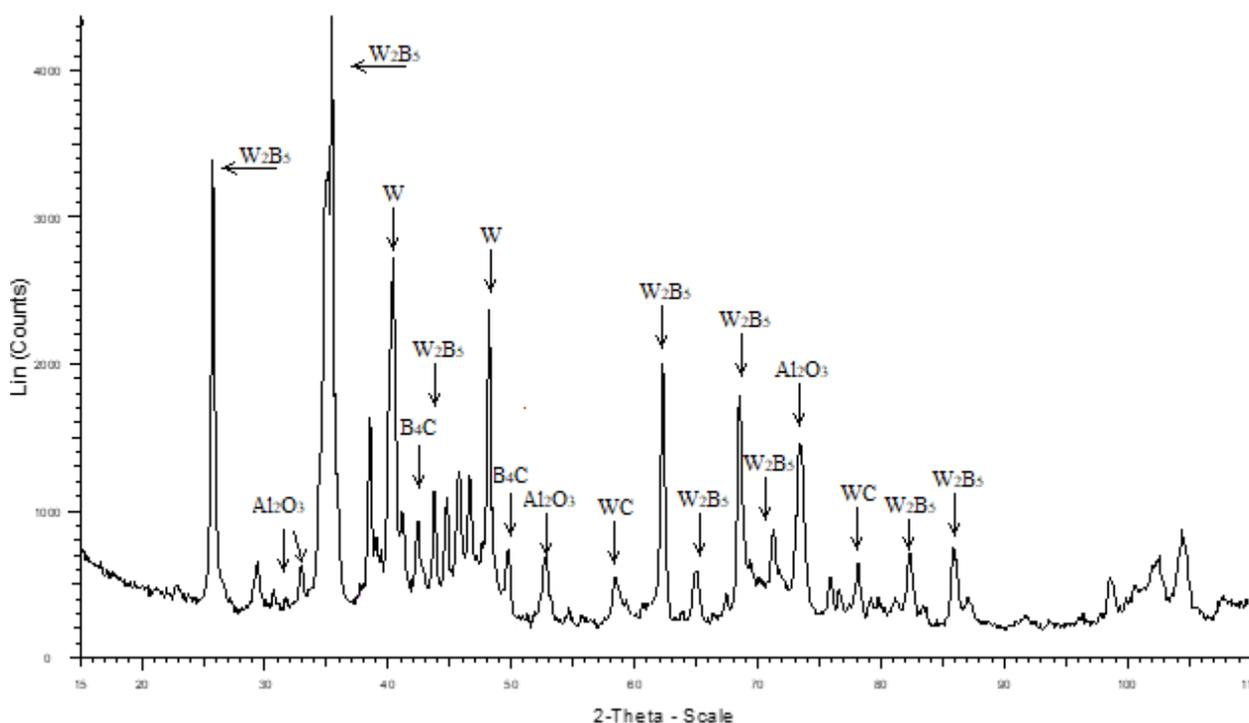
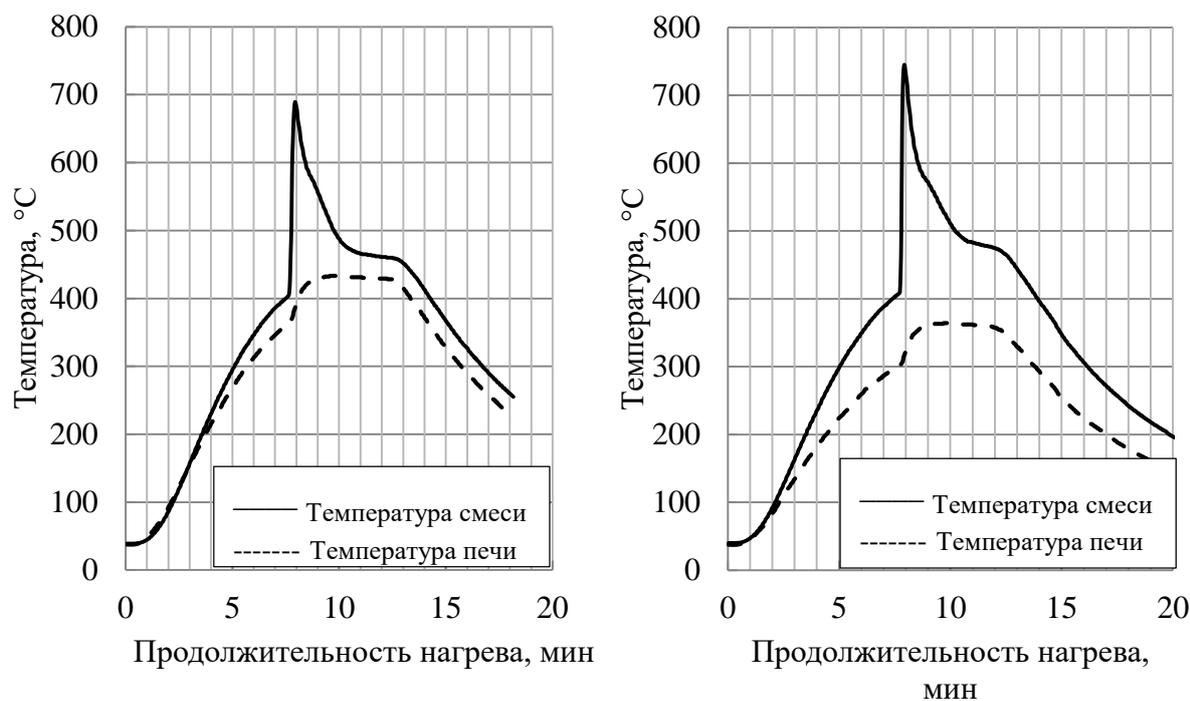


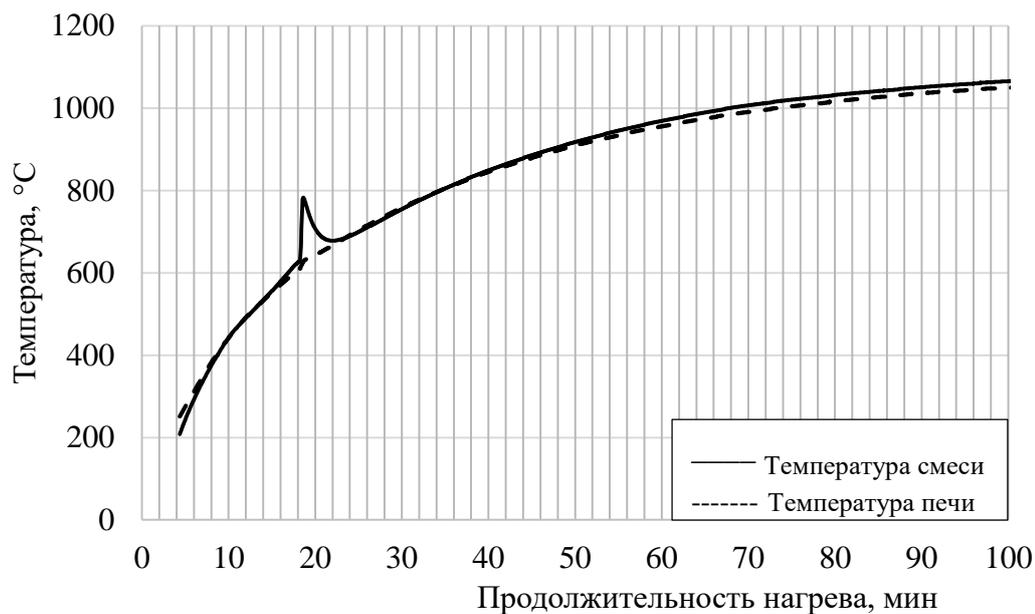
Рисунок 3.37 – Дифрактограмма образца системы Al-W-B-C

Далее исследовали смесь №3 системы Al-W-B-Zr-C, механически активированную в течение 50-80 минут рисунок 3.38.



а

б



в

а – кривая нагрева смеси с вольфрамом после МА 60 минут;

б – кривая нагрева смеси с вольфрамом после МА 80 минут

в – первичный нагрев до температуры 1120 °С

Рисунок 3.38 – Кривые нагрева смеси системы Al-W-B-Zr-C

Максимальная температура смеси в точке 440 °С равна 858 °С. При нагреве до температуры 1120 °С максимальная температура составляет 760 °С, максимальная температура перегрева относительно нагревателя составила 431 °С.

По результатам проведенных исследований для дальнейшего получения композиционного материала методом холодной прокатки выбраны составы смесей, представленных в таблице 3.5.

Таблица 3.5 – Состав в масс.% порошковых смесей используемый для получения материалов методом холодной прокатки

Смесь	Состав в масс., %					Продолжительность МА, мин
	Al	B	W	Zr	C	
W-B	-	10,8	89,2	-	-	0
W-B	-	10,8	89,2	-	-	60/80
W ₂ B ₅	-	13,0	87,0	-	-	80
Al-B-W-C	27,8	7,2	59,2	-	5,8	80
Al-B-W-Zr-C	34,0	6,9	56,8	1,3	1,0	80

3.6 Выводы по главе 3

1 Установлено влияние продолжительности механической активации на способность к перегреву порошков вольфрама и бора. Определена оптимальная продолжительность механической активации для данных порошков - 60-80 минут. Максимальный перегрев составил 31 °С для вольфрама и 33 °С для бора относительно температуры порошка в отожжённом состоянии.

2 По результатам нагрева смеси системы W-B, зашихтованной на получение WB, и после предварительной МА в течение 80 минут, температура перегрева составила 23 °С при скорости нагрева 46 °С/мин, а при скорости нагрева 330 °С/мин - 25 °С. Перегрев обусловлен релаксацией накопленных дефектов в результате проведенной механической активации и частичным образованием WB. Максимальная температура перегрева достигается в смеси, зашихтованной на соединение W₂B₅ и составляет 133 °С.

3 При нагреве смеси Al-B-C максимальный перегрев происходит в смеси, зашихтованной на получение карбида бора 50 об.% при скорости нагрева 46 °С/мин. Температура перегрева относительно нагревателя составила 95 °С. Начало перегрева связано с образованием карбида бора и происходит при температуре около 600 °С

4 Исследования по тепловыделению смеси порошков систем Al-B-Zr-C, Al-W-B-C и Al-W-B-Zr-C позволили установить оптимальное время предварительной механоактивации -

80 минут. Максимальная температура перегрева относительно нагревателя составила 916 °С, 402 °С и 431 °С соответственно.

5 Для получения радиационно-защитных материалов способом холодной прокатки выбраны смеси следующего состава, масс., %: 89,2W - 10,8В; 87,0W - 13,0В; 27,8Al - 7,2В - 59,2 W - 5,8С; 34,0Al - 6,9В - 56,8W - 1,3Zr - 1,0С.

Глава 4 Получение композиционных материалов систем Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C способом холодной прокатки

Обработка металлов давлением, в частности, холодная прокатка, является одним из самых распространенных способов изготовления полуфабрикатов или готовой продукции, с минимальной последующей механической обработкой. Основными преимуществами холодной прокатки является возможность получения точных размеров изделий, улучшенное качество поверхности (8-10 класс точности), массовость производства, широкий диапазон размеров выпускаемой продукции, возможность обработки сплавов разного химического состава, простота аппаратного оформления, высокий выход годного и минимальное количество безвозвратных потерь [138-140]. Поэтому, в дальнейшей работе по результатам проведенных исследований получены и исследованы образцы комплексного радиационно-защитного композиционного материала системы Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C, полученного способом проката алюминиевой трубки, наполненной порошковыми смесями после предварительной механической активации. В работе проведена оценка влияния предварительной механической активации на качество получаемых полос.

4.1 Подготовка исходных порошков для получения исследуемых композиционных материалов

Объектами исследования являются предварительно механически активированные порошки W, B и порошковые смеси систем Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C. В качестве матрицы использованы трубки из алюминия марки А5 ГОСТ 18475-82 [141] диаметром 6 мм и 8 мм с толщиной стенки 1 мм. В работе использовали технологию изготовления композиционных материалов способом холодной прокатки заготовки до требуемой толщины полос.

По результатам проведенных и описанных в данной работе исследований выбраны смеси систем Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C как наиболее перспективные с точки зрения сочетания технологических и механических свойств. Массовое, объемное соотношение компонентов смесей и продолжительность механической активации представлены в таблицах 4.1 и 4.2.

Таблица 4.1 – Массовое соотношение компонентов исходных смесей и продолжительность механоактивации

№ Смесей	Система	Состав в масс., %					Продолжительность МА, мин
		Al	B	W	Zr	C	
1	W-B	-	10,8	89,2	-	-	0
2	W-B	-	10,8	89,2	-	-	60
3	W-B	-	10,8	89,2	-	-	80
4	W-B (W ₂ B ₅)	-	13,0	87,0	-	-	80
5	Al-W-B-C	27,8	7,2	59,2	-	5,8	80
6	Al-W-B-Zr-C	34,0	6,9	56,8	1,3	1,0	80

Таблица 4.2 – Объемное соотношение компонентов исходных смесей и продолжительность механоактивации.

№ Смесей	Система	Состав в об., %					Продолжительность МА, мин
		Al	B	W	Zr	C	
1	W-B	-	50,0	50,0	-	-	0
2	W-B	-	50,0	50,0	-	-	60
3	W-B	-	50,0	50,0	-	-	80
4	W-B (W ₂ B ₅)	-	44,8	55,2	-	-	80
5	Al-W-B-C	79,3	-	15,0	1,0	4,7	80
6	Al-W-B-Zr-C	66,6	15,0	15,0	1,0	2,4	80

Дальнейшие работы по получению деформированных полуфабрикатов проводились на представленных в таблицах 4.1, 4.2 смесях.

4.2 Формирование заготовки под прокатку

Поэтапная схема получения катанной заготовки из порошков вольфрама и бора представлена на рисунке 4.1.



Рисунок 4.1 – Схема получения композиционного материала методом холодной прокатки

Порошки вольфрама, бора и смеси порошков алюминия, вольфрама, бора, углерода, циркония подвергали механической активации в течении 60-80 минут в среде технического аргона по ранее описанным режимам.

Механоактивированные смеси порошков засыпали в алюминиевые трубки и запрессовывали концы. Полученные трубки-заготовки подпрессовывали на ручном прессе для удаления воздуха и уменьшения пористости. Для сравнения, изготовлены две заготовки без предварительной подпрессовки. Полученные заготовки представлены на рисунке 4.2.



Рисунок 4.2 – Заготовки для холодной прокатки, заполненные армирующей смесью

Для сравнения и оценки влияния предварительной механической активации изготовлены образцы со смесью вольфрама и бора, состава № 1 (таблица 4.3) без механической активации.

Расчетный массовый и объемный составы композиционных заготовок представлены в таблице 4.3 и 4.4.

Таблица 4.3 – Массовый состав композиционных полос

№ Образца	Армирующая смесь	Состав в масс., %					Продолжительность МА, мин
		Al	W	B	Zr	C	
1	W-B	53,9	41,1	5,0	-	-	0
2	W-B	44,7	49,3	6,0	-	-	60
3	W-B	44,7	49,3	6,0	-	-	80
4	W-B (W ₂ B ₅)	49,3	46,2	4,5	-	-	80
5	Al-W-B-C	68,0	27,8	3,4	-	0,8	80
6	Al-W-B-Zr-C	67,7	27,8	3,4	0,5	0,6	80

Таблица 4.4 – Объемный состав композиционных полос

№ Образца	Армирующая смесь	Состав в об., %					Продолжительность МА, мин
		Al	W	B	Zr	C	
1	W-B	82,4	8,8	8,8	-	-	0
2	W-B	76,4	11,8	11,8	-	-	60
3	W-B	76,4	11,8	11,8	-	-	80
4	W-B (W ₂ B ₅)	80,8	10,6	8,6	-	-	80
5	Al-W-B-C	88,6	5,1	5,1	-	1,2	80
6	Al-W-B-Zr-C	88,6	5,1	5,1	0,3	0,9	80

В процессе подготовки заготовок под прокат отмечена существенная разница по массе между образцами с механоактивированными и не механоактивированными порошками, что связано с увеличением насыпной плотности после активирования.

4.3 Получение композиционного материала способом холодной прокатки

Наиболее простой технологической схемой производства листовой продукции из технически чистого алюминия является холодная прокатка и промежуточный отжиг между операциями. При этом суммарная степень деформации до отжига может достигать 95-98 %. Толщина исходной заготовки составляет 5,0-6,7 мм и была определена по формуле 4.1:

$$h_{исх} = \frac{h_K}{1 - \varepsilon_{\Sigma}} \quad (4.1)$$

где:

h_k – конечная толщина полосы, мм;

ε_{Σ} – суммарное относительное обжатие в долях единицы.

Холодный прокат осуществляли на лабораторном двухвалковом прокатном стане LM120. Ширина валков 120 мм, диаметр валков 65 мм. Размеры прокатываемых заготовок: толщина не более 16 мм, ширина не более 60 мм. Скорость проката 18 об/мин.

Исходные заготовки не подвергались предварительной термической обработке. Прокат композиционных трубок до толщины 0,1-0,2 мм проводили на двухвалковом прокатном стане LM 120.

Обработка заготовок без предварительной опрессовки (образец № 1,2) и механической активации (образец № 1) проведена за 9 проходов по схеме: 6,0 - 1,8 - 1,25 - 0,9 - 0,6 - 0,4 - 0,3 - 0,25 - 0,20 - 0,10 мм. Степень обжатия исходной заготовки составила 97 %. Первый проход проведен с обжатием 70 %. Полученные полосы $\neq 0,2 \times 8-11$ мм представлены на рисунке 4.3.



Рисунок 4.3 – Образцы полос композиционного материала, состава № 1, 2, после прокатки

На поверхности образцов полос состава № 1, 2 без предварительной опрессовки присутствуют множественные дефекты поверхности. На поверхности образцов полос состава № 1 с использованием порошковой смеси без предварительной механической активации присутствуют множественные расслоения слоев, локальные вздутия поверхности и трещины. Поверхность образцов полос состава № 2 с механически активированной смесью в течение 60 минут, выявлено существенное снижение вздутия, расслоения и трещин.

На рисунке 4.4 представлена структура заготовки после предварительной опрессовки. Порошок равномерно распределен в заготовке, отсутствует плакирование между порошковой смесью и алюминием, имеются локальные дефекты в виде пор.

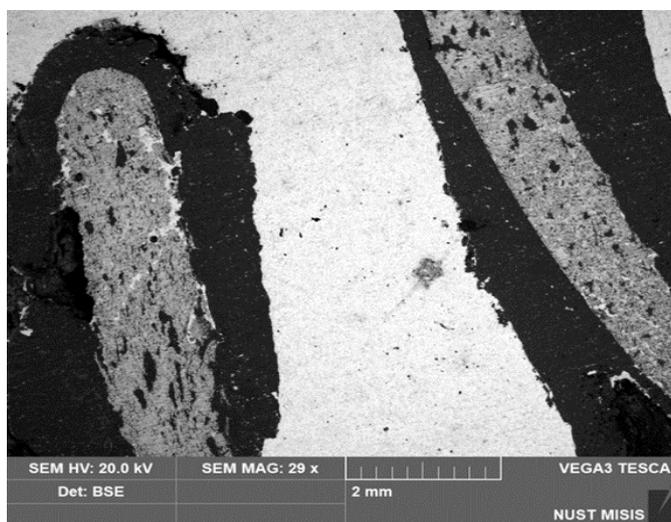


Рисунок 4.4 – Заготовка состава № 2

Дальнейшую обработку заготовок состава № 3-6 проводили с предварительной опрессовкой для удаления воздуха в образцах с целью минимизации вздутий и расслоений в готовых полосах.

Обработка заготовок № 2-6 с предварительной опрессовкой проведена за 10 проходов по схеме: 4,0 - 1,2 - 0,8 - 0,55 - 0,4 - 0,3 - 0,25 - 0,20 - 0,15 - 0,10 мм. Степень обжатия исходной заготовки составила 97,5 %. Первый проход проведен с обжатием 70 %. Полученные полосы $\neq 0,10-0,17 \times 8-11$ мм представлены на рисунке 4.5.

Заготовки состава №3-6 лучше подвергались обработке, что позволило получить полосы толщиной 0,1 мм без промежуточной термической обработки. На полученных полосах отсутствуют видимые дефекты в виде вздутий, трещин и явных расслоений. Размеры полученных композиционных полос представлены в таблице 4.5.

Таблица 4.5 – Размерные характеристики и предельные отклонения исследуемых образцов

№ Образца	Толщина, мм	Предельное отклонение	Ширина, мм	Предельное отклонение
1	0,18	$\pm 0,01$	8,8	$\pm 0,10$
2	0,19	$\pm 0,01$	8,9	$\pm 0,10$
3	0,10	$\pm 0,01$	10,4	$\pm 0,20$
4	0,10	$\pm 0,01$	10,3	$\pm 0,20$
5	0,10	$\pm 0,01$	10,0	$\pm 0,10$
6	0,10	$\pm 0,01$	10,1	$\pm 0,10$



- а – полоса состава №3;
 б – полоса состава № 4;
 в – полоса состава № 5;
 г – полоса состава № 6.

Рисунок 4.5 – Полосы из композиционного материала, состава № 3-6, после холодной прокатки

В полученных полосах состава №1-6 исследовалась микроструктура, а также качество плакирования слоев, определялась плотность материалов, временное сопротивление разрыву, относительное удлинение при растяжении.

Структурные исследования образцов проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA LMH (TESCAN, Чехия). Полученная микроструктура композиционных полос представлена на рисунках 4.6 - 4.10.

На рисунке 4.6 представлена микроструктура полосы в разных точках (состав № 1), состоящей из смеси порошка бора и вольфрама без предварительной опрессовки и механической активации.

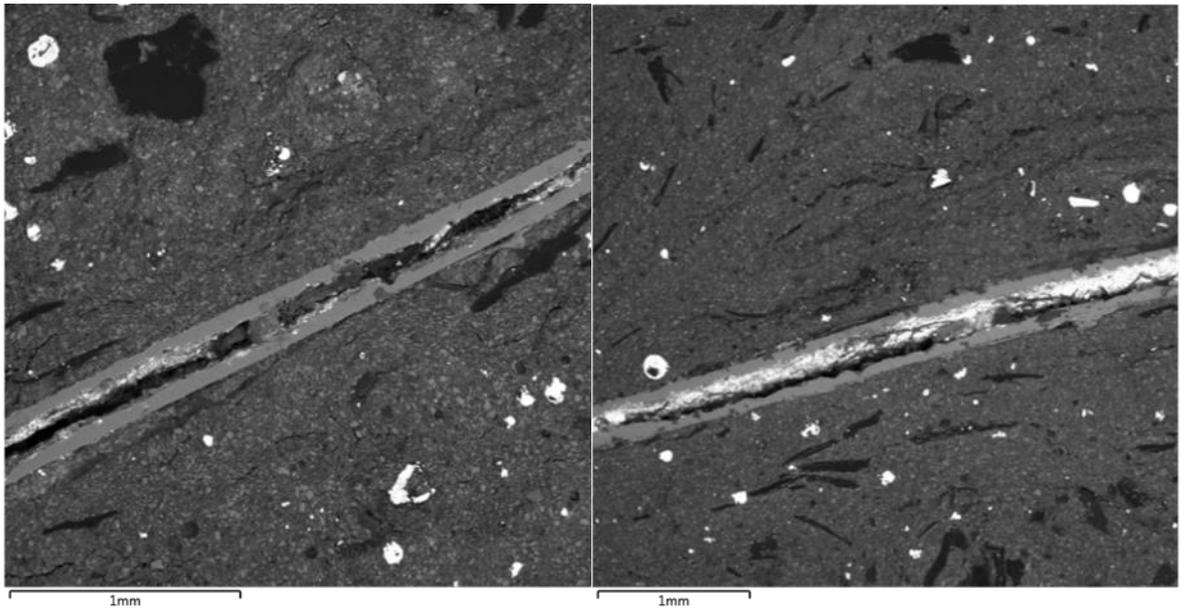


Рисунок 4.6 – Микроструктура образца полосы состава № 1

По полученным результатам, выявлено отсутствие плакирования слоев, множественные поры, а также выкрашивание армирующей смеси из полосы. Первый проход с обжатием 70 % не позволяет обеспечить бездефектное плакирование слоев алюминия и армирующих компонентов.

На рисунке 4.7 представлен образец полосы состава № 2 из смеси порошков W–B, механоактивированных в течение 60 минут без предварительной опрессовки.

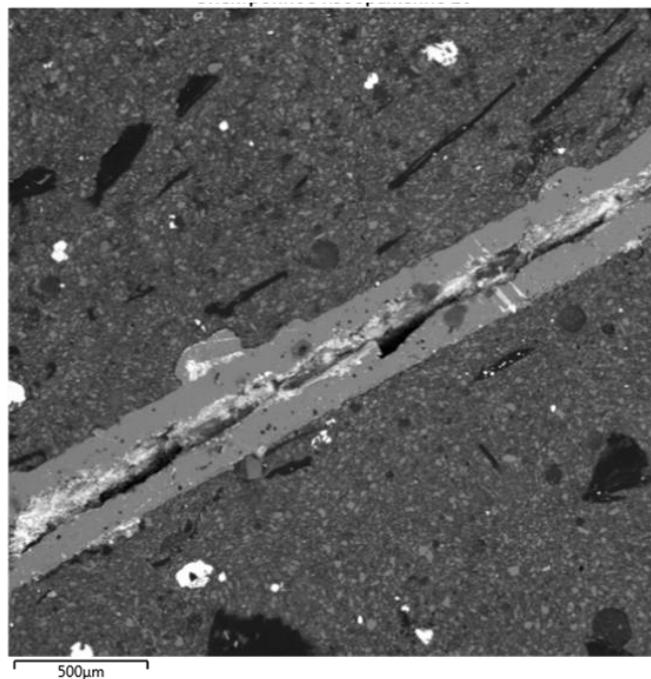


Рисунок 4.7 – Микроструктура образца полосы состава № 2

Отмечено уменьшение выкрашивания армирующей смеси из полосы, в то же время в образце выявлены крупные поры и расслоения. Использование механоактивированной в течение 60 минут смеси порошков W-B без предварительной опрессовки заготовки, не позволяет получить бездефектную полосу даже при высокой степени деформации при прокатке.

Заметно улучшение качества готовых полос при проведении опрессовки заготовок состава № 3-6 с предварительной механической активации в течение 80 минут. Микроструктура полученных образцов представлена на рисунках 4.8 - 4.11.

Микроструктура образцов полосы состава №3 показала равномерное распределение компонентов смеси внутри композиционного материала и равномерное распределение частиц относительно друг друга (рисунок 4.8). В образцах отсутствуют ярко выраженные крупные дефекты и расслоения. Аналогичная картина наблюдается в образцах № 4, 5, 6.

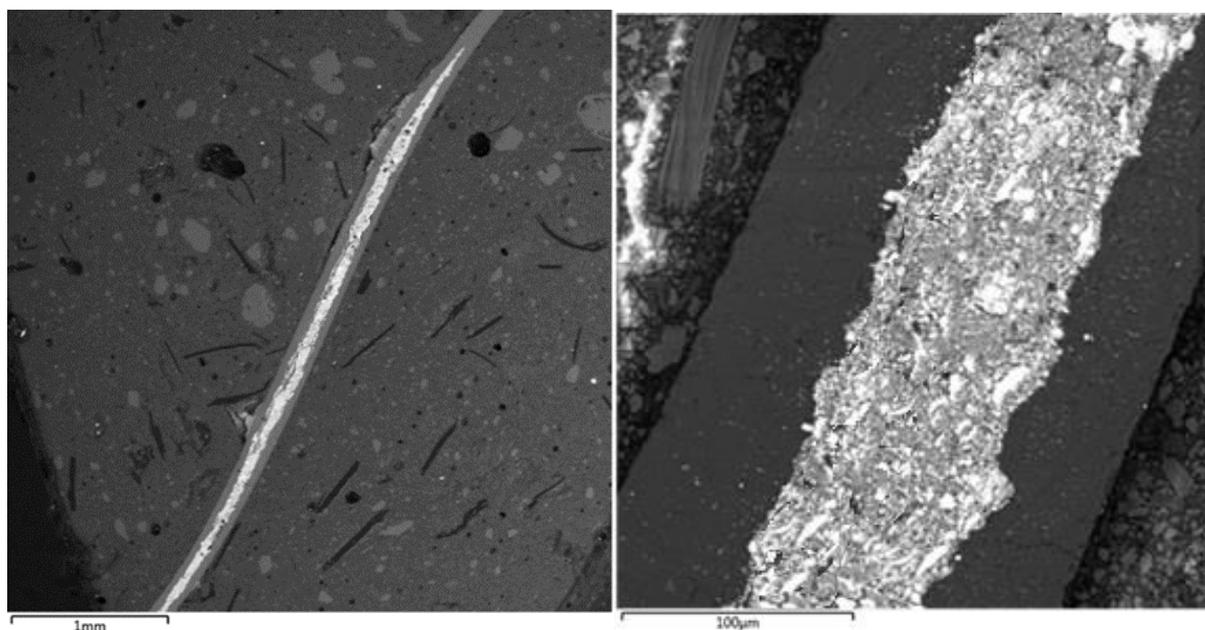


Рисунок 4.8 – Микроструктура образца полосы состава № 3

В образцах полос состава № 4 и № 5 отсутствуют расслоения по границе матрица-армирующие порошки, однако присутствует локальная пористость (рисунок 4.9).

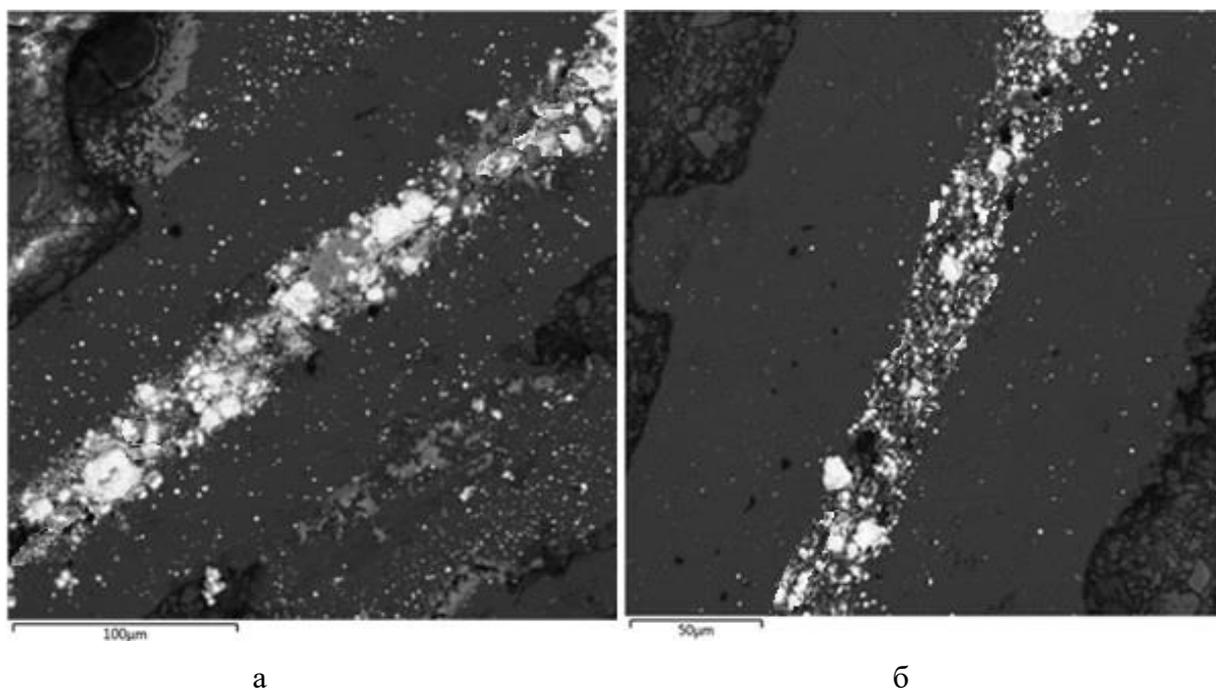


Рисунок 4.9 – Микроструктура образца полосы состава № 4 (а) и № 5 (б)

Микроструктура образцов полосы состава № 6 показала равномерное распределение компонентов смеси внутри композиционного материала и равномерное распределение частиц относительно друг друга (рисунок 4.10). В образцах отсутствуют ярко выраженные крупные дефекты и расслоения.

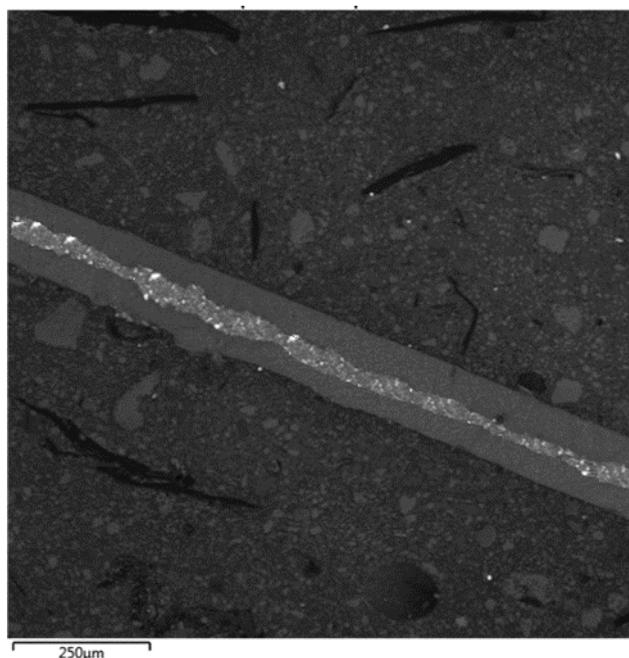


Рисунок 4.10 – Микроструктура образца полосы состава № 6

По полученным результатам можно сделать вывод, что предварительная механическая активация порошковых смесей оказывает положительное влияние на качество плакирования компонентов и структуру материалов.

Для каждого состава композиционных полос определена плотность. Результаты представлены в таблице 4.6.

Таблица 4.6 – Показатели плотности полученного материала в зависимости от времени механоактивации

№ Образца	Продолжительность МА, мин	Плотность, г/см ³
1	0	4,83-4,95
2	60	5,78-5,91
3	80	5,93-5,97
4	80	5,60-5,68
5	80	4,39-4,46
6	80	4,32-4,43

Широкий интервал показателей плотности в образцах состава № 1, 2, 5 связан с наличием пористости в образцах. С увеличением объемных долей армирующих компонентов, увеличивается плотность материала. Наиболее стабильными значениями плотности обладают материалы состава № 3, 4, 6.

Все образцы полос подвергались испытаниям на разрыв. Для каждого состава полос определены основные механические характеристики: модуль упругости, временное сопротивление разрыву, относительное удлинение. Результаты представлены в таблице 4.7. Испытание на растяжение проводили на универсальной испытательной машине Instron 5569 по ГОСТ 11701-84 [142].

Таблица 4.7 – Механические характеристики композиционных полос

№ Образца	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Продолжительность МА, мин
1	53,42 ± 3,47	96,84 ± 4,26	0,53 ± 0,13	0
2	63,39 ± 3,75	102,93 ± 4,48	0,46 ± 0,13	60
3	69,20 ± 3,38	130,28 ± 4,83	1,05 ± 0,20	80
4	86,82 ± 3,43	138,18 ± 4,73	0,63 ± 0,14	80
5	107,32 ± 4,56	177,16 ± 4,87	0,59 ± 0,14	80
6	27,14 ± 2,35	125,37 ± 5,05	1,33 ± 0,20	80

По полученным данным видно, что наиболее высокими прочностными характеристиками обладают образцы состава № 3 - 6. Все они находятся в нагартованном состоянии (степень деформации 98 %), о чем свидетельствуют значения относительного удлинения и предел прочности материалов.

По результатам проведенных исследований наиболее технологичны, с точки зрения обработки холодной прокаткой, образцы состава № 3 - 6. Под технологичностью подразумевается возможность получения деформированного полуфабриката при заданных условиях и степенях обжата без его разрушения. Механизм армирования в таком материале может заключаться в равномерном распределении нагрузки по материалу в результате ее восприятия не только алюминиевой матрицей, но и компактными изолированными частицами.

В дальнейших исследованиях проведен расчет поглощающей способности для всех составов полученных образцов.

4.4 Выводы по главе 4

1 В работе получены образцы радиационно-защитного композиционного материала на основе систем Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C в виде полос толщиной 0,1-0,2 мм методом холодной прокатки.

2 Установлено положительное влияние предварительной МА армирующей смеси на качество поверхности готовых полос. На поверхности полос, изготовленных из смесей без механической активации, присутствуют множественные расслоения и трещины.

3 Изучение микроструктуры полученных образцов показало равномерное распределение армирующих частиц в композиционных материалах состава № 3, 5, 6, отсутствие ярко выраженных крупных дефектов. Видимых следов взаимодействия по границе раздела матрица - армирующая частица не наблюдается. В материалах состава № 1, 2, 4, соответственно, выявлены локальные расслоения, поры по всему сечению шлифа.

4 Определена плотность и получены данные по механическим свойствам композиционных материалов.

5 Установлено, что предварительная механическая активация армирующих смесей повышает механические свойства получаемых композиционных материалов методом холодной прокатки.

6 Исследование показало, что структура и свойства полученных КМ состава № 3 - 6, позволяют использовать их в качестве конструкционного радиационно-защитного материала для комплексной защиты персонала и оборудования.

Глава 5 Оценка радиационно-защитных свойств композиционных материалов

Рекомендованные в работе составы КМ должны соответствовать требованиям, предъявляемым к радиационно-защитным материалам. Проведена оценка нейтронно- и гамма-поглощающей способности полученных композиционных материалов способами инфильтрации под давлением и холодной прокаткой. Массовый и объемный состав, плотность материалов, используемые для расчётов, представлены в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Массовый и объемный состав, плотность композиционных материалов

№	Система	Состав в масс., %						Состав в об., %						ρ, г/см ³
		Al	W	B	Zr	C	O	Al	W	B	Zr	C	O	
1	Al-B ₄ C-W	28,6	60,2	8,8	-	2,4	-	57,2	16,9	20,2	-	5,7	-	5,40
2	Al-B ₄ C-WO ₃	39,1	40,5	16,0	-	4,4	0,0	54,4	7,9	25,7	-	7,3	4,7	2,90
3	Al-W-B	53,9	41,1	5,0	-	-	-	82,4	8,8	8,8	-	-	-	4,90
4	Al-W-B	44,7	49,3	6,0	-	-	-	76,4	11,8	11,8	-	-	-	5,85
5	Al-W-B	44,7	49,3	6,0	-	-	-	76,4	11,8	11,8	-	-	-	5,95
6	Al-W ₂ B ₅	49,3	46,2	4,5	-	-	-	80,8	10,6	8,6	-	-	-	5,64
7	Al-B-W-C	68,0	27,8	3,4	-	0,8	-	88,6	5,1	5,1	-	1,2	-	4,43
8	Al-B-W-Zr-C	67,7	27,8	3,4	0,5	0,6	-	88,6	5,1	5,1	0,3	0,9	-	4,38

5.1 Оценка нейтронно-защитных свойств композиционных материалов

Взаимодействие пучка тепловых нейтронов с веществом сопровождается двумя равновероятными процессами: возможно как упругое рассеяние нейтронов на ядрах, так и прохождение ядерных реакций типа (α, n) - α-частица - нейтрон, (p, n) - протон - нейтрон, (γ, n) - γ-квант - нейтрон. Для расчетов применена методика, описанная в работах [143, 144]. Плотность коллимированного пучка нейтронов излучения dI в результате взаимодействий будет изменяться пропорционально изменению плотности падающего пучка нейтронов I, пробегу нейтронов в веществе dL и числу атомов в единице объема N:

$$dI = -N \cdot \sigma \cdot I \cdot dL \quad (5.1)$$

где:

σ - эффективное сечение взаимодействия нейтронов с ядрами вещества, барн.

Обозначим плотность потока нейтронов на поверхности материала как I_0 , тогда плотность потока нейтронов за слоем защиты будет I_L соответственно. После интегрирования формулы 5.1 получим уравнение 5.2:

$$I_L = I_0 \cdot e^{-\sigma \cdot N \cdot L} \quad (5.2)$$

Ослабление материалом падающего пучка нейтронов рассчитывается по формуле 5.3:

$$\varepsilon = (I_0 - I_L) / I_0 = (I_0 - I_0 \cdot e^{-\sigma \cdot N \cdot L}) / I_0 = 1 - e^{-\sigma \cdot N \cdot L} \quad (5.3)$$

где:

I_L - плотность потока нейтронов за слоем защиты, $\text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$

I_0 - плотность потока нейтронов на поверхности защитного слоя, $\text{см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$

σ - эффективное сечение взаимодействия нейтронов, барн

N - число атомов в единице объема, см^{-3}

M - молярная масса, моль⁻¹

L - толщина защитного слоя, см.

Каждое ядро компонента материала поглощает нейтроны. Формулу 5.3 представим в виде формулы 5.4:

$$\varepsilon = 1 - e^{(-\sum \sigma_i \cdot N_i \cdot L)} \quad (5.4)$$

где:

σ_i - эффективное сечение взаимодействия нейтронов элемента, барн

N_i - число атомов элемента в единице объема, см^{-3}

Число атомов N_i в единице объема определяется по формуле 5.5:

$$N_i = \rho_i \cdot N_A / M_i \quad (5.5)$$

где:

ρ_i - плотность элемента, $\text{г}/\text{см}^3$

N_A - число Авогадро, моль⁻¹

M_i - молярная масса элемента, $\text{г}/\text{моль}$

Тогда, подставляя формулу (5.5) в (5.4), получаем формулу 5.6 для расчёта поглощающей способности материала:

$$\varepsilon = 1 - \exp(-N_A \cdot L \cdot (\sum \rho_i \cdot \sigma_{A_i} \cdot \alpha_i / M_i)) \quad 5.6$$

где:

α_i - доля компонента в материале

Для расчёта использовались объёмные доли элементов, указанные в таблице 5.1, а также эффективные поперечные сечения, плотность элементов, молярная масса, указанные в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Плотность, молярная масса, эффективное поперечное сечение элементов композиционного материала

Элемент	Плотность, г/см ³	Молярная масса, г/моль	σ , барн (10^{-24} см ²)
Al	2,7	27	0,230
W	19,25	184	18,5
B	2,34	11	769
C	2,25	12	0,0032
Zr	6,5	91	0,18
O	0,001	16	0,00002

Расчёт проводился при использовании двух допущений:

- 1) поток нейтронов является коллимированным (поток частиц параллелен друг другу);
- 2) энергия нейтронов составляла 0,025 МэВ - тепловые нейтроны.

Результаты расчёта поглощающей способности композиционных материалов составов № 1-8, представлены в таблице 5.3-5.6.

Таблица 5.3 – Расчетная поглощающая способность материалов состава № 1 и № 2 при прохождении тепловых нейтронов (* 100 % поглощение излучения)

Толщина L, см	ε, %	100- ε, %	ε, %	100- ε, %
	Состав № 1		Состав № 2	
0,1	87,08167	12,91833	92,58691	12,91833
0,2	98,33117	1,66883	99,45046	0,54954
0,3	99,78441	0,21559	99,95926	0,04074
0,4	99,97215	0,02785	99,99698	0,00302
0,5	99,99640	0,00360	99,99978	0,00022
0,6	99,99954	0,00046	99,99998	0,00002
0,7	99,99994	0,00006	100,00*	0*
0,8	99,99999	0,00001	100,00*	0*

Таблица 5.4 – Расчетная поглощающая способность материалов состава № 3 и № 4 при прохождении тепловых нейтронов (* 100 % поглощение излучения)

Толщина L, см	ε, %	100- ε, %	ε, %	100- ε, %
	Состав № 3		Состав № 4	
0,1	59,00208	40,99792	69,73296	30,26704
0,2	83,19171	16,80829	90,83906	9,16094
0,3	93,10895	6,89105	97,22725	2,77275
0,4	97,17481	2,82519	99,16077	0,83923
0,5	98,84173	1,15827	99,74599	0,25401
0,6	99,52513	0,47487	99,92315	0,07688
0,7	99,80532	0,19469	99,97673	0,02327
0,8	99,92018	0,07982	99,99296	0,00704
0,9	99,96728	0,03272	99,99787	0,00213
1,0	99,98658	0,01342	99,99935	0,00065
1,1	99,99450	0,00550	99,99980	0,00020
1,2	99,99775	0,00225	99,99994	0,00006
1,3	99,99908	0,00092	99,99998	0,00002
1,4	99,99962	0,00038	99,99999	0,00001
1,5	99,99984	0,00016	100,00000	0,00000
1,6	99,99994	0,00006	100,00*	0*
1,7	99,99997	0,00003	100,00*	0*
1,8	99,99999	0,00001	100,00*	0*

Таблица 5.5 – Расчетная поглощающая способность материалов состава № 5 и № 6 при прохождении тепловых нейтронов (* 100 % поглощение излучения)

Толщина L, см	ε , %	100- ε , %	ε , %	100- ε , %
	Состав № 5		Состав № 6	
0,1	69,73296	30,26704	58,17157	41,82843
0,2	90,83906	9,16094	82,50382	17,49618
0,3	97,22725475	2,772745251	92,68162469	7,318375313
0,4	99,160772	0,839228	96,938839	3,061161
0,5	99,745991	0,254009	98,719564	1,280436
0,6	99,923119	0,076881	99,464414	0,535586
0,7	99,976730	0,023270	99,775973	0,224027
0,8	99,99296	0,00704	99,90629	0,09371
0,9	99,99787	0,00213	99,96080	0,03920
1,0	99,99935	0,00065	99,98360	0,01640
1,1	99,99980	0,00020	99,99314	0,00686
1,2	99,99994	0,00006	99,99713	0,00287
1,3	99,99998	0,00002	99,99880	0,00120
1,4	99,99999	0,00001	99,99950	0,00050
1,5	100,00000	0,00000	99,99979	0,00021
1,6	100,00*	0*	99,99991	0,00009
1,7	100,00*	0*	99,99996	0,00004
1,8	100,00*	0*	99,99998	0,00002
1,9	100,00*	0*	99,99999	0,00001

Таблица 5.6 – Расчетная поглощающая способность материалов состава № 7 и № 8 при прохождении тепловых нейтронов (* 100 % поглощение излучения)

Толщина L, см	ε, %	100- ε, %	ε, %	100- ε, %
	Состав № 7		Состав № 8	
0,1	40,41309	59,58691	40,40677	59,59323
0,2	64,49401	35,50599	64,48647	35,51353
0,3	78,84308	21,15692	78,83634	21,16366
0,4	87,39324	12,60676	87,38789	12,61211
0,5	92,48802	7,51198	92,48404	7,51596
0,6	95,52385	4,47615	95,52100	4,47900
0,7	97,33280	2,66720	97,33082	2,66918
0,8	98,41070	1,58930	98,40935	1,59065
0,9	99,05298	0,94702	99,05208	0,94792
1,0	99,43570	0,56430	99,43510	0,56490
1,1	99,66375	0,33625	99,66336	0,33664
1,2	99,79964	0,20036	99,79939	0,20061
1,3	99,88061	0,11939	99,88045	0,11955
1,4	99,92886	0,07114	99,92875	0,07125
1,5	99,95761	0,04239	99,95754	0,04246
1,6	99,97474	0,02526	99,97470	0,02530
1,7	99,98495	0,01505	99,98492	0,01508
1,8	99,99103	0,00897	99,99101	0,00899
1,9	99,99466	0,00534	99,99465	0,00535
2,0	99,99682	0,00318	99,99681	0,00319
2,1	99,99810	0,00190	99,99810	0,00190
2,2	99,99887	0,00113	99,99887	0,00113
2,3	99,99933	0,00067	99,99932	0,00068
2,4	99,99960	0,00040	99,99960	0,00040
2,5	99,99976	0,00024	99,99976	0,00024
2,6	99,99986	0,00014	99,99986	0,00014
2,7	99,99992	0,00008	99,99991	0,00009
2,8	99,99995	0,00005	99,99995	0,00005
2,9	99,99997	0,00003	99,99997	0,00003
3,0	99,99998	0,00002	99,99998	0,00002
3,1	99,99999	0,00001	99,99999	0,00001

В результате проведенных расчетов получена зависимость поглощающей способности при прохождении тепловых нейтронов от толщины защитного слоя L из материалов состава №1-8 (рисунок 5.1).

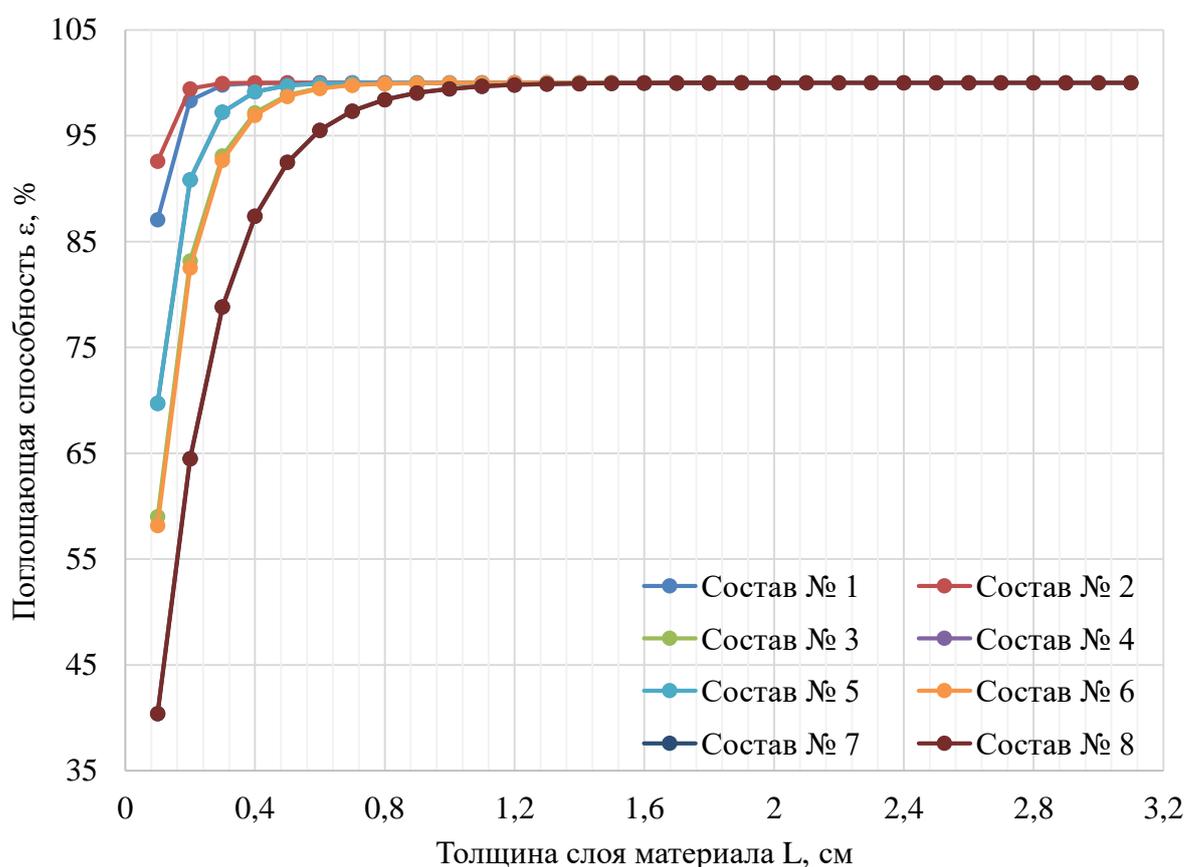


Рисунок 5.1 – Зависимость поглощающей способности при прохождении тепловых нейтронов от толщины защитного слоя

По результатам проведенных расчетов наилучшей поглощающей способностью обладают материалы составов № 1 и № 2, при $L = 0,8$ см и $L = 0,7$ см поглощение нейтронного излучения составляет - 99,99999 %. Содержание бора в материалах - 8,8 и 16,0 масс.% (20,2 - 25,7 об.%) соответственно. Наименьшей нейтронно-поглощающей способностью обладают материалы составов № 7 и № 8, при $L = 3,1$ см поглощение нейтронного излучения составляет - 99,99999 %. Содержание бора в материалах - 3,4 масс.% (5,1 об.%) соответственно. При увеличении содержания бора в материалах повышается нейтронно-поглощающая способность.

5.2 Оценка гамма-защитных свойств композиционных материалов

При прохождении гамма-излучения через вещество происходит ослабление интенсивности пучка из-за взаимодействия с атомами материала [14, 144].

Взаимодействие гамма-квантов с веществом сопровождается следующими основными процессами:

1 Фотоэффект, при котором атом поглощает квант и испускает электрон. При энергиях до 0,2 МэВ этот процесс является наиболее существенным. Оставшийся в возбужденном

состоянии атом переходит в основное состояние, испуская рентгеновские кванты или электроны Оже.

2 Когерентное или томсон-рэлеевское рассеяние, при котором фотон отклоняется атомными электронами без потери энергии. Этот процесс также дает некоторый вклад в сечение взаимодействия при низких энергиях.

3 Некогерентное или комптоновское рассеяние, при котором фотон не только рассеивается атомным электроном, но и передает ему момент и энергию, достаточную для того, чтобы перевести электрон из связанного состояния в несвязанное. Этот процесс является основным в области энергии гамма-квантов от 0,1 до 5 МэВ. Его сечение пропорционально Z и сложным образом зависит от энергии фотона, уменьшаясь с ростом $h\nu$.

4 Рождение пар электрон - позитрон в поле ядра и в поле атомных электронов. Этот процесс имеет место лишь при энергиях, превышающих удвоенную массу покоя электрона, т.е. больше 1,022 МэВ. Электрон такой пары, проходя через вещество, создает тормозное излучение и ионизацию атомов среды, в то время как позитрон аннигилирует, создавая новые фотоны. Сечение образования пар пропорционально Z^2 и сначала растет с увеличением энергии, затем рост сечения замедляется и при больших энергиях оно достигает постоянной величины [14].

В результате указанных взаимодействий часть поглощенной энергии исходного гамма-кванта передается фотонам (рассеянными фотонами, фотонами флуоресценции, аннигиляционными фотонами), а другая часть передается частицами. Последняя часть называется истинным поглощением. Вследствие этих процессов интенсивность пучка гамма-излучения, прошедшего через слой вещества, ослабляется. Интенсивность параллельного монохроматического пучка после прохождения однородного слоя толщиной x определяется формулой 5.7:

$$J=J_0 \cdot e^{-\mu \cdot L} \quad (5.7)$$

где:

J_0 - первоначальная интенсивность, МэВ

J - интенсивность после прохождения материала, МэВ

μ - коэффициент ослабления, см^{-1} .

L - толщина защитного слоя, см

Для химического соединения или однородной смеси элементов массовые коэффициенты ослабления определяются по формуле 5.8:

$$\mu = \mu_1 \cdot \alpha_1 + \mu_2 \cdot \alpha_2 + \dots + \mu_n \cdot \alpha_n \quad (5.8)$$

где:

μ - коэффициент ослабления каждого элемента в смеси или соединении, см^{-1} .

α - массовая доля каждого элемента в смеси или соединении.

Для расчета поглощающей способности гамма-излучения полученных композиционных материалов использованы массовые доли компонентов материала и полный коэффициент ослабления для каждого элемента в смеси (таблица 5.7) [14, 144].

Проведены расчеты и получена зависимость поглощающей способности гамма-излучения от толщины защитного слоя материалов состава №1-8 и энергии гамма - квантов. Результаты расчетов представлены в таблице 5.8-5.14.

При энергии гамма-квантов в интервале 0,001-0,015 МэВ и толщине материала 0,1 мм - поглощающая способность составляет 99,9999 %.

Таблица 5.7 – Полный коэффициент ослабления в зависимости от энергии гамма - квантов [14].

Энергия гамма-квантов E, МэВ	Полный коэффициент ослабления μ , см ⁻¹					
	Al	W	B	Zr	C	O
0,001	52600	1110000	21800	631000	43500	121000
0,0015	17900	497000	6760	245000	13800	40800
0,002	102000	1180000	2810	1232000	6000	18300
0,003	35500	578000	827	267000	1790	5750
0,004	16100	288000	335	128000	751	2470
0,005	8510	166000	169	71600	380	1270
0,006	5070	106000	97,2	43800	216	735
0,008	2210	51300	39,8	20200	86,6	302
0,01	1180	28900	21,4	11000	45,3	152
0,015	349	41900	8,39	3700	15,6	47,2
0,02	152	19800	5,32	11100	8,62	22,4
0,03	49,7	6840	3,68	3750	5,07	9,92
0,04	25,2	3210	3,21	1720	4,13	6,82
0,05	16,4	1800	2,99	928	3,72	5,64
0,06	12,4	1120	2,84	565	3,5	5,05
0,08	9,03	2380	2,64	258	3,21	4,45
0,1	7,62	1340	2,5	144	3,01	4,12
0,15	6,17	482	2,23	57,2	2,69	3,61
0,2	5,48	238	2,04	33,5	2,45	3,28
0,3	4,67	97,7	1,77	19,8	2,13	2,84
0,4	4,15	58,1	1,58	15,3	1,9	2,54
0,5	3,78	41,6	1,44	13,1	1,73	2,32
0,6	3,49	33	1,34	11,7	1,6	2,14
0,8	3,06	24,4	1,17	9,92	1,41	1,86
1	2,75	20	1,06	8,78	1,27	1,69
1,5	2,24	15,2	0,859	7,1	1,03	1,37
2	1,93	13,3	0,736	6,27	0,884	1,18
3	1,59	12,3	0,588	5,5	0,709	0,954
4	1,39	12,2	0,502	5,22	0,608	0,824
5	1,27	12,4	0,444	5,11	0,54	0,739
6	1,19	12,7	0,403	5,12	0,493	0,678
8	1,09	13,4	0,349	5,18	0,429	0,601
10	1,04	14,2	0,315	5,35	0,391	0,554
15	0,981	16	0,268	5,78	0,338	0,494
20	0,968	17,6	0,245	6,2	0,313	0,47
30	0,98	20,1	0,225	6,87	0,293	0,452
40	1,01	21,9	0,216	7,36	0,285	0,449
50	1,03	23,2	0,213	7,76	0,284	0,451
60	1,05	24,3	0,212	8,08	0,284	0,456
80	1,09	25,7	0,212	8,56	0,286	0,466
100	1,13	26,9	0,214	8,86	0,29	0,475

Таблица 5.8 – Расчетная поглощающая способность материала состава № 1 при прохождении гамма-квантов (* 100 % поглощение излучения).

Состав № 1										
E, МэВ	L - толщина защитного слоя, см									
	0,2	0,4	0,6	0,7	0,8	1	1,2	1,4	1,6	1,8
0,3	99,9994	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000
0,4	99,9308	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000
0,5	99,4823	99,9973	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000
0,6	98,5124	99,9779	99,9997	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000
0,8	95,6847	99,8138	99,9920	99,9983	99,9997	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000
1	92,5159	99,4399	99,9581	99,9885	99,9969	99,9998	100,000	100,000	100,000	100,000
1,5	86,1936	98,0938	99,7368	99,9022	99,9637	99,9950	99,9993	99,9999	100,000	100,000
2	82,2797	96,8599	99,4436	99,7658	99,9014	99,9825	99,9969	99,9995	99,9999	100,000
3	79,5475	95,8169	99,1445	99,6131	99,8250	99,9642	99,9927	99,9985	99,9997	99,9999
4	79,0196	95,5982	99,0765	99,5770	99,8062	99,9593	99,9915	99,9982	99,9996	99,9999
5	79,3506	95,7360	99,1195	99,5999	99,8182	99,9625	99,9922	99,9984	99,9997	99,9999
6	79,9736	95,9894	99,1968	99,6406	99,8392	99,9678	99,9935	99,9987	99,9997	99,9999
8	81,4651	96,5646	99,3632	99,7259	99,8820	99,9781	99,9959	99,9992	99,9999	100,000
10	83,1074	97,1464	99,5180	99,8019	99,9186	99,9862	99,9977	99,9996	99,9999	100,000
15	86,3412	98,1344	99,7452	99,9058	99,9652	99,9952	99,9994	99,9999	100,000	100,000
20	88,7225	98,7282	99,8566	99,9518	99,9838	99,9982	99,9998	100,000	100,000	100,000
30	91,6583	99,3042	99,9420	99,9832	99,9952	99,9996	100,000	100,000	100,000	100,000
40	93,2953	99,5505	99,9699	99,9922	99,9980	99,9999	100,000	100,000	100,000	100,000
50	94,2739	99,6721	99,9812	99,9955	99,9989	99,9999	100,000	100,000	100,000	100,000
60	94,9905	99,7490	99,9874	99,9972	99,9994	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000
80	95,7780	99,8217	99,9925	99,9985	99,9997	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000
100	96,3551	99,8671	99,9952	99,9991	99,9998	100,000	100,000	100,000	100,000	100,000

Таблица 5.9 – Расчетная поглощающая способность материала состава № 2 при прохождении гамма-квантов (* 100 % поглощение излучения).

Состав № 2												
E, МэВ	L - толщина защитного слоя, см											
	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0	2,2	2,4
0,3	99,9764	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,4	99,3889	99,9963	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,5	97,5918	99,9420	99,9986	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,6	95,0348	99,7535	99,9878	99,9994	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,8	89,6214	98,9229	99,8882	99,9884	99,9988	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1	84,7419	97,6719	99,6448	99,9458	99,9917	99,9987	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1,5	76,3748	94,4185	98,6814	99,6885	99,9264	99,9826	99,9959	99,9990	99,9998	99,9999	100,0000	100,0000
2	71,6204	91,9460	97,7143	99,3513	99,8159	99,9478	99,9852	99,9958	99,9988	99,9997	99,9999	100,0000
3	68,1979	89,8862	96,7836	98,9771	99,6747	99,8965	99,9671	99,9895	99,9967	99,9989	99,9997	99,9999
4	67,3150	89,3169	96,5082	98,8587	99,6270	99,8781	99,9601	99,9870	99,9957	99,9986	99,9995	99,9999
5	67,4572	89,4096	96,5536	98,8784	99,6350	99,8812	99,9613	99,9874	99,9959	99,9987	99,9996	99,9999
6	67,9838	89,7496	96,7182	98,9493	99,6636	99,8923	99,9655	99,9890	99,9965	99,9989	99,9996	99,9999
8	69,4410	90,6615	97,1462	99,1279	99,7335	99,9186	99,9751	99,9924	99,9977	99,9993	99,9998	99,9999
10	71,2051	91,7086	97,6125	99,3125	99,8020	99,9430	99,9836	99,9953	99,9986	99,9996	99,9999	100,0000
15	74,9470	93,7235	98,4275	99,6061	99,9013	99,9753	99,9938	99,9984	99,9996	99,9999	100,0000	100,0000
20	77,9486	95,1374	98,9277	99,7635	99,9479	99,9885	99,9975	99,9994	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000
30	81,9928	96,7574	99,4161	99,8949	99,9811	99,9966	99,9994	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
40	84,4666	97,5871	99,6252	99,9418	99,9910	99,9986	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
50	86,0394	98,0510	99,7279	99,9620	99,9947	99,9993	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
60	87,2489	98,3741	99,7927	99,9736	99,9966	99,9996	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
80	88,6516	98,7121	99,8538	99,9834	99,9981	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
100	89,7358	98,9465	99,8919	99,9889	99,9989	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000

Таблица 5.10 – Расчетная поглощающая способность материала состава № 3 при прохождении гамма-квантов (* 100 % поглощение излучения).

Состав № 3												
E, МэВ	L - толщина защитного слоя, см											
	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0	2,2	2,4
0,3	99,9786	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,4	99,4365	99,9968	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,5	97,7613	99,9499	99,9989	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,6	95,3551	99,7843	99,9900	99,9995	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,8	90,2076	99,0411	99,9061	99,9908	99,9991	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1	85,5132	97,9013	99,6960	99,9560	99,9936	99,9991	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1,5	77,3532	94,8712	98,8385	99,7370	99,9404	99,9865	99,9969	99,9993	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000
2	72,6399	92,5142	97,9519	99,4396	99,8467	99,9581	99,9885	99,9969	99,9991	99,9998	99,9999	100,0000
3	69,1633	90,4910	97,0677	99,0958	99,7212	99,9140	99,9735	99,9918	99,9975	99,9992	99,9998	99,9999
4	68,1997	89,8874	96,7842	98,9774	99,6748	99,8966	99,9671	99,9895	99,9967	99,9989	99,9997	99,9999
5	68,2809	89,9390	96,8087	98,9878	99,6789	99,8982	99,9677	99,9898	99,9967	99,9990	99,9997	99,9999
6	68,7592	90,2401	96,9509	99,0474	99,7024	99,9070	99,9710	99,9909	99,9972	99,9991	99,9997	99,9999
8	70,1433	91,0858	97,3385	99,2054	99,7627	99,9292	99,9789	99,9937	99,9981	99,9994	99,9998	99,9999
10	71,8559	92,0791	97,7707	99,3726	99,8234	99,9503	99,9860	99,9961	99,9989	99,9997	99,9999	100,0000
15	75,5093	94,0020	98,5311	99,6402	99,9119	99,9784	99,9947	99,9987	99,9997	99,9999	100,0000	100,0000
20	78,4535	95,3575	98,9997	99,7845	99,9536	99,9900	99,9978	99,9995	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000
30	82,4262	96,9116	99,4573	99,9046	99,9832	99,9971	99,9995	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
40	84,8608	97,7080	99,6530	99,9475	99,9920	99,9988	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
50	86,4046	98,1516	99,7487	99,9658	99,9954	99,9994	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
60	87,5915	98,4603	99,8089	99,9763	99,9971	99,9996	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
80	88,9712	98,7837	99,8659	99,9852	99,9984	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
100	90,0375	99,0075	99,9011	99,9901	99,9990	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000

Таблица 5.11 – Расчетная поглощающая способность материала состава № 4,5 при прохождении гамма-квантов (* 100 % поглощение излучения).

Состав № 4 и № 5										
E, МэВ	L - толщина защитного слоя, см									
	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0
0,3	99,9958	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,4	99,7791	99,9995	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,5	98,8376	99,9865	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,6	97,2127	99,9223	99,9978	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,8	93,2265	99,5412	99,9689	99,9979	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1	89,2421	98,8427	99,8755	99,9866	99,9986	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1,5	81,8864	96,7190	99,4057	99,8923	99,9805	99,9965	99,9994	99,9999	100,0000	100,0000
2	77,5094	94,9417	98,8624	99,7441	99,9425	99,9871	99,9971	99,9993	99,9999	100,0000
3	74,3682	93,4301	98,3160	99,5684	99,8894	99,9716	99,9927	99,9981	99,9995	99,9999
4	73,6198	93,0408	98,1642	99,5157	99,8722	99,9663	99,9911	99,9977	99,9994	99,9998
5	73,8372	93,1551	98,2092	99,5315	99,8774	99,9679	99,9916	99,9978	99,9994	99,9998
6	74,4042	93,4485	98,3231	99,5708	99,8901	99,9719	99,9928	99,9982	99,9995	99,9999
8	75,8799	94,1822	98,5967	99,6615	99,9184	99,9803	99,9953	99,9989	99,9997	99,9999
10	77,5992	94,9820	98,8759	99,7482	99,9436	99,9874	99,9972	99,9994	99,9999	100,0000
15	81,1300	96,4392	99,3281	99,8732	99,9761	99,9955	99,9991	99,9998	100,0000	100,0000
20	83,8592	97,3947	99,5795	99,9321	99,9890	99,9982	99,9997	100,0000	100,0000	100,0000
30	87,3940	98,4109	99,7997	99,9747	99,9968	99,9996	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000
40	89,4700	98,8912	99,8832	99,9877	99,9987	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
50	90,7523	99,1448	99,9209	99,9927	99,9993	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
60	91,7170	99,3139	99,9432	99,9953	99,9996	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
80	92,8101	99,4831	99,9628	99,9973	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
100	93,6349	99,5949	99,9742	99,9984	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000

Таблица 5.12 – Расчетная поглощающая способность материала состава № 6 при прохождении гамма-квантов (* 100 % поглощение излучения).

Состав № 6											
E, МэВ	L - толщина защитного слоя, см										
	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0	2,2
0,3	99,9924	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,4	99,6924	99,9991	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,5	98,5360	99,9786	99,9997	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,6	96,6662	99,8889	99,9963	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,8	92,2976	99,4067	99,9543	99,9965	99,9997	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1	88,0700	98,5768	99,8302	99,9797	99,9976	99,9997	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1,5	80,4292	96,1698	99,2504	99,8533	99,9713	99,9944	99,9989	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000
2	75,9284	94,2056	98,6052	99,6642	99,9192	99,9805	99,9953	99,9989	99,9997	99,9999	100,0000
3	72,6648	92,5279	97,9575	99,4417	99,8474	99,9583	99,9886	99,9969	99,9991	99,9998	99,9999
4	71,8397	92,0700	97,7669	99,3711	99,8229	99,9501	99,9860	99,9960	99,9989	99,9997	99,9999
5	72,0106	92,1659	97,8073	99,3863	99,8282	99,9519	99,9865	99,9962	99,9989	99,9997	99,9999
6	72,5488	92,4643	97,9314	99,4321	99,8441	99,9572	99,9883	99,9968	99,9991	99,9998	99,9999
8	73,9977	93,2388	98,2419	99,5429	99,8811	99,9691	99,9920	99,9979	99,9995	99,9999	100,0000
10	75,7209	94,1052	98,5688	99,6525	99,9156	99,9795	99,9950	99,9988	99,9997	99,9999	100,0000
15	79,3070	95,7180	99,1139	99,8166	99,9621	99,9921	99,9984	99,9997	99,9999	100,0000	100,0000
20	82,1202	96,8031	99,4284	99,8978	99,9817	99,9967	99,9994	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000
30	85,8174	97,9885	99,7147	99,9595	99,9943	99,9992	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
40	88,0220	98,5653	99,8281	99,9794	99,9975	99,9997	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
50	89,3965	98,8757	99,8808	99,9874	99,9987	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
60	90,4386	99,0858	99,9126	99,9916	99,9992	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
80	91,6302	99,2995	99,9414	99,9951	99,9996	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
100	92,5371	99,4430	99,9584	99,9969	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000

Таблица 5.13 – Расчетная поглощающая способность материала состава № 7 при прохождении гамма-квантов (* 100 % поглощение излучения).

Состав № 7															
E, МэВ	L - толщина защитного слоя, см														
	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0	2,2	2,4	2,6	2,8	3,0
0,2	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,3	99,7756	99,9995	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,4	97,8034	99,9518	99,9989	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,5	94,1951	99,6630	99,9804	99,9989	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,6	90,2362	99,0467	99,9069	99,9909	99,9991	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,8	83,2526	97,1953	99,5303	99,9213	99,9868	99,9978	99,9996	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1,0	77,6517	95,0055	98,8838	99,7506	99,9443	99,9875	99,9972	99,9994	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1,5	68,6403	90,1657	96,9160	99,0329	99,6967	99,9049	99,9702	99,9906	99,9971	99,9991	99,9997	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000
2,0	63,5956	86,7472	95,1754	98,2436	99,3606	99,7672	99,9153	99,9692	99,9888	99,9959	99,9985	99,9995	99,9998	99,9999	100,0000
3,0	59,6356	83,7072	93,4235	97,3454	98,9285	99,5675	99,8254	99,9295	99,9716	99,9885	99,9954	99,9981	99,9992	99,9997	99,9999
4,0	58,2606	82,5782	92,7283	96,9648	98,7331	99,4712	99,7793	99,9079	99,9615	99,9840	99,9933	99,9972	99,9988	99,9995	99,9998
5,0	58,0241	82,3802	92,6039	96,8954	98,6968	99,4530	99,7704	99,9036	99,9595	99,9830	99,9929	99,9970	99,9987	99,9995	99,9998
6,0	58,2547	82,5733	92,7252	96,9631	98,7322	99,4708	99,7791	99,9078	99,9615	99,9839	99,9933	99,9972	99,9988	99,9995	99,9998
8,0	59,2850	83,4229	93,2506	97,2520	98,8811	99,5445	99,8145	99,9245	99,9693	99,9875	99,9949	99,9979	99,9992	99,9997	99,9999
10,0	60,7850	84,6218	93,9694	97,6351	99,0726	99,6363	99,8574	99,9441	99,9781	99,9914	99,9966	99,9987	99,9995	99,9998	99,9999
15,0	64,2310	87,2058	95,4236	98,3631	99,4145	99,7906	99,9251	99,9732	99,9904	99,9966	99,9988	99,9996	99,9998	99,9999	100,0000
20,0	67,2206	89,2551	96,4779	98,8455	99,6216	99,8759	99,9593	99,9867	99,9956	99,9986	99,9995	99,9998	99,9999	100,0000	100,0000
30,0	71,5288	91,8939	97,6921	99,3429	99,8129	99,9467	99,9848	99,9957	99,9988	99,9997	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
40,0	74,3513	93,4215	98,3127	99,5672	99,8890	99,9715	99,9927	99,9981	99,9995	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
50,0	76,2095	94,3401	98,6535	99,6797	99,9238	99,9819	99,9957	99,9990	99,9998	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
60,0	77,6859	95,0208	98,8889	99,7521	99,9447	99,9877	99,9972	99,9994	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
80,0	79,4740	95,7868	99,1352	99,8225	99,9636	99,9925	99,9985	99,9997	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
100,0	80,9073	96,3547	99,3040	99,8671	99,9746	99,9952	99,9991	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000

Таблица 5.14 – Расчетная поглощающая способность материала состава № 8 при прохождении гамма-квантов (* 100 % поглощение излучения).

Состав № 8															
E, МэВ	L - толщина защитного слоя, см														
	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0	2,2	2,4	2,6	2,8	3,0
0,2	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,3	99,7753	99,9995	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,4	97,8087	99,9520	99,9989	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,5	94,2155	99,6654	99,9806	99,9989	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,6	90,2743	99,0541	99,9080	99,9911	99,9991	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
0,8	83,3189	97,2174	99,5358	99,9226	99,9871	99,9978	99,9996	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1,0	77,7364	95,0433	98,8965	99,7543	99,9453	99,9878	99,9973	99,9994	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
1,5	68,7423	90,2296	96,9460	99,0454	99,7016	99,9067	99,9708	99,9909	99,9972	99,9991	99,9997	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000
2,0	63,7024	86,8248	95,2177	98,2641	99,3699	99,7713	99,9170	99,9699	99,9891	99,9960	99,9986	99,9995	99,9998	99,9999	100,0000
3,0	59,7375	83,7893	93,4732	97,3721	98,9420	99,5740	99,8285	99,9309	99,9722	99,9888	99,9955	99,9982	99,9993	99,9997	99,9999
4,0	58,3597	82,6609	92,7799	96,9935	98,7481	99,4787	99,7829	99,9096	99,9624	99,9843	99,9935	99,9973	99,9989	99,9995	99,9998
5,0	58,1206	82,4611	92,6548	96,9239	98,7117	99,4605	99,7741	99,9054	99,9604	99,9834	99,9930	99,9971	99,9988	99,9995	99,9998
6,0	58,3511	82,6537	92,7754	96,9911	98,7468	99,4781	99,7826	99,9095	99,9623	99,9843	99,9935	99,9973	99,9989	99,9995	99,9998
8,0	59,3790	83,4993	93,2972	97,2773	98,8940	99,5507	99,8175	99,9259	99,9699	99,9878	99,9950	99,9980	99,9992	99,9997	99,9999
10,0	60,8781	84,6948	94,0123	97,6575	99,0836	99,6415	99,8597	99,9451	99,9785	99,9916	99,9967	99,9987	99,9995	99,9998	99,9999
15,0	64,3218	87,2707	95,4584	98,3796	99,4219	99,7937	99,9264	99,9737	99,9906	99,9967	99,9988	99,9996	99,9998	99,9999	100,0000
20,0	67,3090	89,3130	96,5063	98,8579	99,6266	99,8779	99,9601	99,9870	99,9957	99,9986	99,9995	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000
30,0	71,6123	91,9414	97,7123	99,3506	99,8156	99,9477	99,9851	99,9958	99,9988	99,9997	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
40,0	74,4309	93,4622	98,3283	99,5726	99,8907	99,9721	99,9929	99,9982	99,9995	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
50,0	76,2873	94,3771	98,6667	99,6838	99,9250	99,9822	99,9958	99,9990	99,9998	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
60,0	77,7616	95,0545	98,9002	99,7554	99,9456	99,9879	99,9973	99,9994	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
80,0	79,5483	95,8173	99,1446	99,8250	99,9642	99,9927	99,9985	99,9997	99,9999	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000
100,0	80,9777	96,3815	99,3117	99,8691	99,9751	99,9953	99,9991	99,9998	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000	100,0000

По результатам проведенных расчетов наилучшей поглощающей способностью гамма-излучения обладают материалы составов: № 1, 4, 5. Гамма-поглощающая способность материалов достигается 99,9998 % при толщине L ленты от 0,8 до 3,0 см с содержанием вольфрама в ней от 60,2 до 27,8 масс.% соответственно.

5.3 Выводы по главе 5

В результате проведенных расчетов нейтронно- и гамма-поглощающей способности полученных материалов составов № 1 - 8, полученных инфильтрацией под давлением и холодной прокаткой, можно сделать следующие выводы:

1 Нейтронно-поглощающая способность материалов, составляющая 99,99999 %, достигается:

- $L = 0,8$ см для состава № 1, содержание бора - 20,2 об.%;
- $L = 0,7$ см для состава № 2, содержание бора - 25,7 об.%;
- $L = 1,8$ см для состава № 3, содержание бора - 8,8 об.%;
- $L = 1,4$ см для состава № 4,5, содержание бора - 11,8 об.%;
- $L = 1,9$ см для состава № 6, содержание бора - 8,6 об.%;
- $L = 3,1$ см для состава № 7, содержание бора - 5,1 об.%;
- $L = 3,1$ см для состава № 8, содержание бора - 5,1 об.%;

2 Максимальная гамма - поглощающая способность материалов, составляющая 99,9998 %, достигается:

- $L = 1,8$ см для состава № 1, содержание вольфрама - 60,2 масс.%;
- $L = 2,4$ см для состава № 2, содержание вольфрама - 40,5 масс.%;
- $L = 2,4$ см для состава № 3, содержание вольфрама - 41,1 масс.%;
- $L = 2,0$ см для состава № 4,5, содержание вольфрама - 49,3 масс.%;
- $L = 2,2$ см для состава № 6, содержание вольфрама - 46,2 масс.%;
- $L = 3,0$ см для состава № 7, содержание вольфрама - 27,8 масс.%;
- $L = 3,0$ см для состава № 8, содержание вольфрама - 27,8 масс.%;

3 При увеличении содержания бора в материалах повышается нейтронно-поглощающая способность.

4 При увеличении содержания вольфрама в материалах повышается гамма-поглощающая способность.

5 В зависимости от интенсивности излучения и степени необходимой защиты от нейтронного или гамма-излучения, возможен подбор толщины и состава композиционного материала.

Заключение

1 Анализ опубликованных работ по теме диссертации выявил, что в качестве защиты от нейтронного и гамма-излучения целесообразно применять материалы, содержащие одновременно бор и вольфрам в виде композиционных материалов системы Al-B-C, Al-W-B-C. Алюминий, используемый в качестве матрицы, придает радиационно-защитному материалу высокую пластичность, теплопроводность, коррозионную стойкость, устойчивость к агрессивным средам, водо- и газонепроницаемость и позволяет обеспечить монолитность конструкции с минимальной усадкой при эксплуатации.

2 Для получения материалов систем Al-B₄C-W и Al-B₄C-WO₃ реализован экономически эффективный способ инфильтрации под давлением и установлены технологические режимы процесса, которые позволили изготовить алюмоматричный материал с радиационно-защитными свойствами и высокими физико-механическими характеристиками.

3 Микроструктура полученных образцов состава, об. %: 54,4Al - 33,0B₄C - 12,6WO₃ и 57,2Al - 25,9B₄C - 16,9W показала равномерное распределение армирующих частиц в композиционном материале, отсутствие ярко выраженных крупных дефектов и видимых следов взаимодействия по границе раздела «матрица - армирующая частица». Рентгенофазовый анализ показал образование новых фаз в случае использования в материале смеси B₄C-WO₃: частичное восстановление WO₃ до W и частичное окисление Al до Al₂O₃.

4 Исследованы физико-механические свойства материалов систем Al-B₄C-W и Al-B₄C-WO₃, полученных способом инфильтрации под давлением, которые подтвердили соответствие требованиям, предъявляемым к радиационно-защитным материалам.

5 Предложен метод предварительной оценки оптимальной продолжительности механической активации, основанный на разности температуры порошка после механической активации и температуры порошка в отожжённом состоянии.

6 Установлена зависимость продолжительности механической активации на величину перегрева материалов. Определена оптимальная продолжительность механической активации порошка вольфрама и бора, систем Al-W-B-C и Al-W-B-Zr-C равная 80 минутам.

7 Определен состав порошковых смесей и продолжительность механической активации для получения радиационно-защитного материала холодной прокаткой. Наиболее качественные образцы были получены для состава в масс., % 89,2W - 10,8B; 87,0W - 13B; 27,8Al - 59,2W - 7,2B - 5,8C; 34,0Al - 56,8W - 6,9B - 1,3Zr - 1,0C, при продолжительности механической активации – 80 минут.

8 Разработана схема получения образцов РЗ материала на основе систем Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C методом холодной прокатки, определены их физико-механические

свойства. Полученные свойства данных композиционных материалов позволяют рекомендовать их для использования в качестве конструкционного радиационно-защитного материала персонала и оборудования.

9 Проведена оценка нейтронно- и гамма-поглощающей способности полученных композиционных материалов холодной прокаткой:

- нейтронно-поглощающая способность материалов достигается 99,99999% при толщине ленты (L) от 0,7 до 3,1 см с содержанием бора в ней от 25,7 до 5,1 об.% соответственно;

- гамма-поглощающая способность материалов достигается 99,9998 % при толщине ленты (L) от 0,8 до 3,0 см с содержанием вольфрама в ней от 60,2 до 27,8 масс.% соответственно.

10 На опытном участке ООО «Наноком», г. Москва, изготовлена опытная партия композиционных материалов на основе алюминиевой матрицы, армированной W-, В-, С-, Zr - содержащими материалами методами принудительной инфильтрации под давлением и холодной прокатки.

Список литературных источников

1. Кимель, Л. Р. Защита от ионизирующих излучений: справочник / Л. Р. Кимель, В. П. Машкович. - 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Атомиздат, 1972. - 312 с.
2. Гусев Н.Г. Физические основы защиты от излучений: в 2 т. / Н.Г. Гусев, В.А. Климанов, В.П. Машкович, А. П. Суворов. - М.: М. Энергоатомиздат, 1989. - 510 с. - 1 т.
3. Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009): Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы. - М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.- 100 с.
4. Гусев Н.Г. Защита от излучений ядерно-технических установок: в 2 т. / Н.Г. Гусев, Е.Е. Ковалев, В.П. Машкович, А. П. Суворов. - М.: М. Энергоатомиздат, 1990. - 352 с. - 2 т.
5. Королев Е.В. Основные принципы создания радиационно-защитных материалов. Определение эффективного химического состава. / Е.В. Королев, А.Н. Гришина // Известия КазГАСУ. – 2009. - №1 (11), с.261-265.
6. Безродных И.П. Радиационные эффекты в космосе. Часть 3. Влияние ионизирующего излучения на изделия электронной техники: в 3 ч. / И. П. Безродных, А. П. Тютнев, В. Т. Семёнов. – М.: АО «Корпорация «ВНИИЭМ», 2017. – 64 с. – 3 ч.
7. Шейченко М.С. Современные композиционные радиационно-защитные материалы строительного назначения / Шейченко М.С., Алфимова Н.И., Вишневская Я.Ю. // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. - 2017. - №5.- с. 15-19.
8. Матюхин П.В., Конструкционный радиационно-защитный металлокомпозиционный материал на основе алюмосодержащей матрицы и высокодисперсных оксидов тяжелых металлов / Матюхин П.В., Бондаренко Ю.М., Павленко В.И., Ястребинский Р.Н. // Научное обозрение. Технические науки. – 2014. – № 2. – с. 52-53.
9. Ястребинский Р.Н. Использование оксидов тяжелых металлов для синтеза радиационно-защитных материалов / Ястребинский Р.Н., Матюхин П.В., Самойлова Ю.М. // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. – 2015. – № 12-7. – с. 1199-1202.
10. Zhuo-qiang MO Densification process of 10%B₄C-AA2024 matrix composite strips by semi-solid powder rolling / Zhuo-qiang MO, Yun-zhong LIU, Hui-fang JIA, Min WU // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. – 2015. – 25. – с. 3181-3188.
11. Y. Li HRTEM and EELS study of aluminum nitride in nanostructured Al5083/B₄C processed via cryomilling / Y. Li, W. Liu, V. Ortolan, // Acta Materialia. – 2010. – 58. – с. 1732-1740.

12 A. Alizadeh Mechanical properties and wear behavior of Al-2 wt.% Cu alloy composites reinforced by B₄C nanoparticles and fabricated by mechanical milling and hot extrusion / A. Alizadeh, E. Taheri-Nassaj // *Materials Characterization*. – 2014. – 67. – с. 119-128.

13 Yunsong J. ¹⁰B(n, α)⁷Li reaction-induced gas bubble formation in Al-B₄C neutron absorber irradiated in spent nuclear fuel pool / Yunsong J., Myeongkyu L., Kiyong K. // *Journal of Nuclear Materials*. – 2020. – 533. – с. 152077.

14 Немец О.Ф. Справочник по ядерной физике / О.Ф. Немец, Ю.Ф. Гофман. – Киев. И. Наукова Думка, 1975. – 416 с.

15 Беланова Т.С. Радиационный захват нейтронов: Справочник. / Т.С. Беланова, А.В. Игнатюк, А.Б. Пашенко, В.И. Пляскин. - М.: Энергоатомиздат, 1986. – 248 с.

16 Павленко В. И. Радиационно-защитный композиционный материал на основе полистирольной матрицы / Павленко В. И., Едаменко О. Д., Ястребинский Р. Н., Черкашина Н. И. // *Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова*. – 2011. -№3.- с.113-116.

17 Ташлыков О. Л. Обзор полимерных радиационно-защитных материалов с урановым наполнителем / Ташлыков О.Л., Калабурдин А. В. // Конференция молодых ученых: Челябинск: Издательство УралЭНИН, ФГАОУ ВО «УрФУ». – 2018. - с. 325-328.

18 Едаменко О.Д. Нанонаполненные полимерные композиционные радиационно-защитные материалы авиационно-космического назначения / Едаменко О.Д., Ястребинский Р.Н., Соколенко И.В., Ястребинская А.В. // *Современные проблемы науки и образования*. – 2012. – № 6. - URL: <http://science-education.ru/ru/article/view?id=7948> (дата обращения: 15.08.2018).

19 Хворостенко М.И., Изготовление тонкопленочных радиационно-защитных материалов / М. И. Хворостенко, В. И. Ткаченко, И. Н. Кихтенко // *Український Радіологічний Журнал*. - 2017. – с. 229-234.

20 Гайнутдинова О.В. Разработка радиационно-защитного керамического композиционного материала на основе оксида висмута / Гайнутдинова О.В., Перетокина Н.А. // *Наукоемкие технологии и инновации*. – 2014. – с. 74-78.

21 Гришина А.Н. Выбор технологии радиационно-защитных материалов на основе силикатов или гидросиликатов тяжелых металлов / А.Н. Гришина, Е.В. Королев // *Технология строительства*. – 2011. - №2. -с. 1-6.

22 Белоусов С. П. Радиационно-защитные окна для объектов атомной энергетики / С. П. Белоусов; Д. А. Голиков; А. Н. Игнатов // *Оптический журнал*. – 2013. № 4. – с. 54-61.

23 Ястребинский, Р.Н. Жаростойкий радиационно-защитный композиционный материал /Ястребинский Р.Н., Дороганов В.А., Павленко В.И., Ястребинская А.В. // *Огнеупоры и техническая керамика*. 2014. № 7-8. – С. 19-22.

24 Ястребинский Р.Н. Конструкционные радиационно-защитные композиционные материалы на основе модифицированных железорудных пород КМА / Ястребинский Р.Н., Павленко В.И., Матюхин П.В. // Региональная научно-техническая конференция по итогам конкурса ориентированных фундаментальных исследований по междисциплинарным темам, проводимого Российским фондом фундаментальных исследований и Правительством Белгородской области: БГТУ им В.Г.Шухова. – 2015. – с.491-499.

25 Beren R. Evans Evaluation of shielding performance for newly developed composite materials/ Beren R. Evans, Jie Lian, Wei Ji //Annals of Nuclear Energy. – 2018. – с. 1-19.

26 Akkas, A. Shielding effect of boron carbide aluminum metal matrix composite against gamma and neutron radiation / Akkas, A., Tugrula, A.B., Buyuka, B. // Acta Phys. – 2015. - № 128, с. 176–179.

27 Бойко В.И. Использование материалов, полученных в режиме технологического горения, в технике радиационной защиты: экспериментальное исследование защитных свойств / В.И. Бойко, Д.Г. Демянюк, О.Ю. Долматов // Технические науки. – 2005. - №5. -с.77-81.

28 Shigeaki S. Mechanical properties of WC–WB–W2B composites prepared by reaction sintering of B4C–W–WC powders / Shigeaki S., Hitoshi T. // Journal of the European Ceramic Society. -2004. -с. 871–876.

29 G. Wen Processing of in situ toughened B-W-C composites by reaction hot pressing of B4C and WC / G. Wen, S.B. Li, B.S. Zhang, Z.X. Gu // Scripta Materialia. – 2000. - №43. – с. 853–857.

30 Bin Huang Microstructure, properties and thermal stability of W/B4C multilayer coating synthesized by ion beam sputtering / Bin Huang, Wei Le, Yuetang Wang, Xian Luo // Applied Surface Science. - 2019. - № 464. – с.10–20.

31 Z.G. Xu The design of a novel neutron shielding B4C/Al composite containing Gd / L.T. Jiang, Q. Zhang, J. Qiao, // Mater. Des. – 2016. – с. 375-381.

32 I. Tadadjeu Sokeng Coatings synthesised by the pulsed laser ablation of a B4C/W2B5 ceramic composite / I. Tadadjeu Sokeng, B.D. Ngom, M. Msimanga // Thin Solid Films. – 2015. - № 593. – с. 5-9.

33 A. Rack Hard X-ray multi-layer mirror round-robin on the wave front preservation capabilities of W/B4C coatings / A. Rack, L.Assoufid, W.-K.Lee, B.Shi // Radiation Physics and Chemistry. – 2021. - № 81. – с.1696-1702.

34 J. Lin Microstructure Analysis of Neutron Absorber Al/B4C Metal Matrix Composites / J. Lin, G. Ran, P. Lei, C. Ye, S. Huang, S. Zhao, N. Li // Metals. – 2017. - № 7. – с. 1-9.

35 Feng Zhaoa Synthesis and characterization of WB2-WB3-B4C hard composites / Feng Zhaoa, Lixia Qiu, Zhanhui Ding, Yongfeng Lia // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. -2019. - № 82. – с. 268-272.

36 Анчаров А.И. Исследование механокомпозитов нитрида бора с вольфрамом и с молибденом в качестве материала в электронно-лучевых и лазерных аддитивных технологий / А. И. Анчаров, Т. Ф. Григорьева, Г. Н. Грачев, М. Ю. Косачев // Известия российской академии наук. Серия физическая. – 2019. - №6. – с. 842-844.

37 Бондаренко Ю. М. Композиционный материал на основе алюминиевой матрицы и высокодисперсных оксидов тяжелых металлов -эффективный материал для формирования радиационно-защитных инженерных барьеров / Бондаренко Ю. М. // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. – 2014. - №1. - с.30-34.

38 Матюхин П.В. Жаропрочный радиационно-защитный композиционный материал конструкционного назначения / П.В. Матюхин, В.И. Павленко, Р.Н. Ястребинский, Н.И. // Огнеупоры и техническая керамика. – 2014. - № 10. - с 32-36.

39 Матюхин П.В. Термостойкие радиационно-защитные композиционные материалы, эксплуатируемые при высоких температурах / П.В. Матюхин, В.И. Павленко, Р.Н. Ястребинский, В.А. // Огнеупоры и техническая керамика. – 2014. - № 7-8. - с.23-48.

40 Рафальский И.В. Получение литейных композиционных материалов из алюминиевых сплавов в гетерофазном состоянии с дисперсными наполнителями / Рафальский И.В. // Литье и металлургия. - 2013. - № 3. – с. 26-31.

41 Мэтьюз Ф., Ролингс Р. Композитные материалы. Механика и технология. - М.: Техносфера - 2004. – 408 с.

42 Гладковский С.В. Перспективные нейтронозащитные листовые Al/B₄C-композиционные материалы: получение, структура, физико-механические свойства / С. В. Гладковский, И. С. Каманцев, С. В. Кутенева, В. Е. Веселова, В. Г. Казеев, Е. А. Суворов // X международная конференция "Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций" : сб. материалов (Екатеринбург, 16-20 мая 2016 г.). - Екатеринбург : ИМАШ УрО РАН, 2016. - С. 150.

43 H.S. Chen The design, microstructure and tensile properties of B₄C particulate reinforced 6061Al neutron absorber composites / H.S. Chen, W.X. Wang, Y.L. Li // Journal of Alloys and Compounds. – 2015. - № 632. – с. 23-29.

44 S. Gangolu, Microstructure evolution and flow behavior of hot-rolled aluminum – 5% B₄C composite / S. Gangolu, A.G. Rao, N. Prabhu, V.P. Deshmukh // Materials & Design. – 2014. - № 53. – с. 581-587.

45 Topcu I. Processing and mechanical properties of B₄C reinforced Al matrix composites / Topcu I., Gulsoy H.O., Kadioglu N., Gulluoglu A.N. // Journal of Alloys and Compounds. – 2009. - № 482. – с. 516–521.

46 Sudipta Chand Influence of B₄C/BN on solid particle erosion of Al6061 metal matrix hybrid composites fabricated through powder metallurgy technique / Sudipta Chand, Polymersetty Chandrasekhar // *Ceramics International*. – 2020. - № 46. – c. 17621-17630.

47 Y.N. Zan Microstructure and mechanical properties of (B₄C+Al₂O₃)/Al composites designed for neutron absorbing materials with both structural and functional usages / Y.N. Zan, Y.T. Zhou, Z.Y. Liu, Q.Z. Wang // *Materials Science and Engineering A*. – 2019. - № 773. – c. 138840.

48 Siddique Ahmed Ghias Wear analysis of Sintered Al-B₄C Composite / Siddique Ahmed Ghias, Vijaya Ramnath.B, Elanchezhian.C., Siddhartha.D. // *Materialstoday: proceedings*. – 2019. - № 16. – c. 481-487.

49 Ehsan Ghasali Investigation on microstructural and mechanical properties of B₄C–aluminum matrix composites prepared by microwave sintering / Ehsan Ghasali, Masoud Alizadeh, Touradj Ebadzadeh, Amir Hossein Pakseresht, Ali Rahbari // *Journal of Materials Research and Technology*. – 2015. - №4. – c.411-415.

50 Ehsan Ghasali Mechanical and microstructure comparison between microwave and spark plasma sintering of Al-B₄C composite / Ehsan Ghasali, Masoud Alizadeh, Touradj Ebadzadeh // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2016. - № 655. – c. 93-98.

51 A. Javdani Microstructural and mechanical behavior of blended powder semisolid formed Al7075/B₄C composites under different experimental conditions / A. Javdani, A. H. Daei-SorkhabI // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. – 2018. - № 28. – c. 1298-1310.

52 P.C. Kang Phase identification of Al–B₄C ceramic composites synthesized by reaction hot-press sintering / P.C. Kang, Z.W. Cao, G.H. Wu // *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. – 2010. - №28. – c. 297-300.

53 Y.Z. Li Effect of interfacial reaction on age-hardening ability of B₄C/6061Al composites / Y.Z. Li, Q.Z. Wang, W.G. Wang // *Materials Science and Engineering A*. – 2014. - № 630. – c. 445-453.

54 Xiaoxuan Pang Tensile properties and strengthening effects of 6061Al/12wt.%B₄C composites reinforced with nano-Al₂O₃ particles / Xiaoxuan Pang, Yajiang Xian, Wei Wang, Pengcheng Zhang // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2018. - № 768. – c. 476-484.

55 B.S. Yilbas Laser surface treatment of aluminum based composite mixed with B₄C particles / B.S. Yilbas, C.Karatas, Halil Karakoc // *Optics & Laser Technology*. – 2015. - № 66. – c. 129-137.

56 H. Zhang Tensile behavior and dynamic failure of aluminum 6092/B₄C composites / H. Zhang, M.W. Chen, K.T. Ramesh, J. Ye, J.M. Schoenung // *Materials Science and Engineering: A*. – 2006. - № 433. – c. 70-82.

57 Peng Zhang The design, fabrication and properties of B4C/Al neutron absorbers / Peng Zhang, Yuli Li, Wenxian Wang, Zhanping Gao, Baodong Wang // Journal of Nuclear Materials. – 2013. - № 437. – с. 350-358.

58 Y.N. Zan Enhancing high-temperature strength of (B4C+Al2O3)/Al designed for neutron absorbing materials by constructing lamellar structure / Y.N. Zan, Y.T. Zhou, H. Zhao, Z.Y. Liu, // Composites Part B: Engineering. – 2020. - № 183. – с. 107674.

59 Venkatesh Chenrayan Experimental and optimized data set for hot extrusion of B4C/Al 6061 composite using Taguchi coupled GRA technique / Venkatesh Chenrayan, Mohanram Parthiban, Chandraprabhu Venkatachalam, Mengistu Gelaw // Data in Brief. – 2020. - № 29. - с. 105389.

60 Ali Alizadeh Processing, characterization, room temperature mechanical properties and fracture behavior of hot extruded multi-scale B4C reinforced 5083 aluminum alloy based composites / Ali Alizadeh, Alireza Abdollahi, Mohammad Javd Radfar // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2017. - № 27. – с. 1233-1247.

61 H.R. Lashgari Heat treatment effect on the microstructure, tensile properties and dry sliding wear behavior of A356–10%B4C cast composites / H.R. Lashgari, Sh. Zangeneh, H. Shahmir, M. Saghafi, M. Emamy // Materials & Design. – 2010. - № 31. – с. 4414-4422.

62 Morteza Alizadeh Structural and Mechanical Properties of Al/B4C Composites Fabricated by Wet Attrition Milling and Hot Extrusion / Morteza Alizadeh, Mostafa Alizadeh, Rasool Amini // Journal of Materials Science & Technology. – 2013. -№29. – с. 725-730.

63 H.M. Hu Microstructural investigation on B4C:Al-7093 composite / H.M. Hu, E.J. Lavernia, W.C. Harrigan, J. Kajuch // Materials Science and Engineering: A. – 2001. - № 297. – с. 94-104.

64 Şener Karabulut Influence of B4C particle reinforcement on mechanical and machining properties of Al6061/B4C composites / Şener Karabulut, Halil Karakoç, Ramazan Çıtak // Composites Part B: Engineering. – 2016. - № 101. – с. 87-98.

65 Yuli Li 10B areal density: A novel approach for design and fabrication of B4C/6061Al neutron absorbing materials / Yuli Li, Wenxian Wang, Jun Zhou, Hongsheng Chen // Journal of Nuclear Materials. – 2017. - № 487. – с. 238-246.

66 Чердынцев В.В. Металломатричные радиационно-защитные композиционные материалы на основе алюминия / В. В. Чердынцев, М. В. Горшенков, В. Д. Данилов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2013. - № 1. – с. 14-18.

67 Cunzhu Nie Investigation on microstructures and interface character of B4C particles reinforced 2024Al matrix composites fabricated by mechanical alloying / Cunzhu Nie, Jiajun Gu, Junliang Liu, Di Zhang // Journal of Alloys and Compounds. – 2008. - № 454. – с. 118-122.

68 Горшенков М.В. Исследование структуры механосинтезированных Al-B₄C композитов методами ПЭМ и рентгеноструктурного анализа / М.В. Горшенков, Д.Г. Жуков, Н.А. Белов // Горный информационно-аналитический бюллетень. – 2013. – с. 276-283.

69 Hao Guo Influence of high B₄C contents on structural evolution of Al-B₄C nanocomposite powders produced by high energy ball milling / Hao Guo, Yu Zhao, Songsong Xu, Junpeng Li // Ceramics International. – 2018. - № 45. – с. 5436-5447.

70 Hao Guo Improving the mechanical properties of B₄C/Al composites by solid-state interfacial reaction / Hao Guo, Zhongwu Zhang, Yang Zhang, Ye Cui // Journal of Alloys and Compounds. – 2020. - № 829. – с. 154521.

71 S.J. Sanjay Effect of Artificial Ageing on Wear Behaviour of Al7010/B₄C Composite / S.J. Sanjay, Shashidar K. Naik, C. Shashishekar // Materials Today: Proceedings. – 2017. - № 4. – с. 11194-11200.

72 V. Auradia Processing of B₄C Particulate Reinforced 6061Aluminum Matrix Composites by melt stirring involving two-step addition / V. Auradia, Rajesh G.L, S.A. Korib // Procedia Materials Science. – 2014. - № 6. – с. 1068-1076.

73 A. Baradeswaran Influence of B₄C on the tribological and mechanical properties of Al 7075–B₄C composites / A. Baradeswaran, A. Elaya Perumal // Composites Part B: Engineering. – 2012. - № 54. – с. 146-152.

74 Bhujanga D.P. Processing and Evaluation of Mechanical Properties and Dry Sliding Wear Behavior of AA6061-B₄C Composites / Bhujanga D.P., H.R. Manohara // Materials Today: Proceedings. – 2018. - № 5. – с. 19773-19782.

75 Vineet Dubey Study of Material Removal Rate in Powder Mixed EDM of AA7075/B₄C Composite / Vineet Dubey, Balbir Singh // Materials Today: Proceedings. – 2018. - №5. – с. 7466-7475.

76 Suresh Gudipudi Enhanced mechanical properties of AA6061-B₄C composites developed by a novel ultra-sonic assisted stir casting / Suresh Gudipudi, Selvaraj Nagamuthu, Kanmani Subbu Subbian // Engineering Science and Technology, an International Journal. – 2020. - № 23. – с. 1233-1243.

77 Yu LI Fabrication and characterization of stir casting AA6061–31%B₄C composite / Yu LI, Qiu-lin LI, Dong LI, Wei LIU, Guo-gang SHU // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2016. - № 26. – с. 2304-2312.

78 Y. Mazaheri Comparison of microstructural and mechanical properties of Al–TiC, Al–B₄C and Al–TiC–B₄C composite prepared by casting techniques / Y. Mazaheri, M.Meratian, R.Emadi, A.R.Najarian // Materials Science and Engineering: A. – 2012. - № 560. – с. 278-287.

79 N.Radhika Three body abrasion wear behaviour of functionally graded aluminium/B4C metal matrix composite using design of experiments / N.Radhika, R.Raghu // Procedia Engineering. – 2014. - № 97. – c. 712-722.

80 B. Ravia Characterization of Aluminium Matrix Composites (AA6061/B4C) Fabricated by Stir Casting Technique / B. Ravia, B. Balu Naik, J. Udaya Prakash // Materials Today: Proceedings. – 2015. - № 2. – c. 2984-2990.

81 Gopal Krishna U.B. Effect of Percentage Reinforcement of B4C on the Tensile Property of Aluminium Matrix Composites / Gopal Krishna U.B., Sreenivas Rao K V, and Vasudeva B // Published Issues. – 2012. - № 1. – c. 290-295.

82 Deepak M. Shinde Synthesis and characterization of Al-B4C nano composites / Deepak M. Shinde, Suswagata Poria, Prasanta Sahoo // Materials Today: Proceedings. – 2019. - № 19. – c. 170-176.

83 R.Soundararajana Modeling and Analysis of Mechanical Properties of Aluminium Alloy (A413) Reinforced with Boron Carbide (B4C) Processed Through Squeeze Casting Process Using Artificial Neural Network Model and Statistical Technique / R.Soundararajana, A.Ramesh, S. Sivasankaran, M.Vignesh // Materials Today: Proceedings. – 2017. - № 4. – c. 2008-2030.

84 R. Suresh Study of Tribological Behavior of Al2219/ B4C/Gr Metal Matrix Composites using Statistical Analysis / R. Suresh, T.N. Srikanth Dath, R.Suraj, S. Vignesh // Materials Today: Proceedings. – 2019. - № 16. – c. 540 – 546.

85 C.Venkatesha Optimization of micro drilling parameters of B4C DRMM Al 6063 composite in μ ECM using Taguchi coupled Fuzzy Logic / C.Venkatesha, N.M.Arun, R.Venkatesan // Procedia Engineering. – 2014. - № 97. – c. 975-985.

86 Z.L. Chaoa Ballistic behavior and microstructure evolution of B4C/AA2024 composites / Z.L. Chaoa, T.T. Suna, L.T. Jianga, Z.S. Zhoua // Ceramics International. – 2019. - № 45. – c. 20539-20544.

87 Wei-Fang Du High-Toughness B4C-AlB12 Composites Prepared by Al Infiltration / Wei-Fang Du, Tadahiko Watanabe // Journal of the European Ceramic Society. – 1997. - № 17. – c. 879-884.

88 Xiao-fen Tan, Effects of heat treatment on phase contents and mechanical properties of infiltrated B4C/2024Al composites / Xiao-fen Tan, Fan-hao Zeng, Shu-qiu Wang, Fei Zhou // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2014. - № 24. – c. 2359-2365.

89 Peng Zhang Design, shielding mechanism and tensile property of a novel (B4C+6061Al)/Cf/6061Al laminar neutron-shielding composite / Peng Zhang , Jing Li, Wen-xian Wang // Vacuum. – 2020. - № 177. – c. 10983.

90 Mohammad Javad Nasr Isfahani Investigation of the effect of boron carbide nanoparticles on the structural, electrical and mechanical properties of Al-B₄C nanocomposites / Mohammad Javad Nasr Isfahani, Fereidoun Payami, Mohsen Asadi Asadabad // Journal of Alloys and Compounds. – 2019. - № 797. -c. 1348-1358.

91 I. Topcu Processing and mechanical properties of B₄C reinforced Al matrix composites / Topcu I., H.O. Gulsoy, N. Kadioglu, A.N. Gulluoglu // Journal of Alloys and Compounds. – 2009. - № 482. – c. 516-521.

92 R. Vintila Synthesis and consolidation via spark plasma sintering of nanostructured Al-5356/B₄C composite / R. Vintila, A. Charest, R.A.L. Drew, M. Brochua // Materials Science and Engineering: A. – 2011. - № 528. – c. 4395-4407.

93 Chuandong Wu Influence of particle size and spatial distribution of B₄C reinforcement on the microstructure and mechanical behavior of precipitation strengthened Al alloy matrix composites / Chuandong Wu, Kaka Ma, Jialu Wu, Pan Fang // Materials Science and Engineering: A. – 2016. - № 675. – c. 421-430.

94 Chuandong Wu Synthesis of AA7075-AA7075/B₄C bilayer composite with enhanced mechanical strength via plasma activated sintering / Chuandong Wu, Jialu Wu, Kaka Ma, Dalong Zhang // Journal of Alloys and Compounds. – 2017. - № 701. – c. 416-424.

95 Chuandong Wu Synthesis of functionally graded AA7075-B₄C composite with multi-level gradient structure / Chuandong Wu, Ruoyu Shi, Jian Zhang, Guoqiang Luo // Ceramics International. – 2019. - № 45. – c. 7761-7766.

96 Zhisong Zhou Analysis of morphology and microstructure of B₄C/2024Al composites after 7.62 mm ballistic impact / Zhisong Zhou, Gaohui Wu, Longtao Jiang // Materials & Design. – 2014. - № 63. – c. 658-663.

97 F. Khodabakhshi Nano-indentation behavior of layered ultra-fine grained AA8006 aluminum alloy and AA8006-B₄C nanostructured nanocomposite produced by accumulative fold forging process / F. Khodabakhshi, A.P. Gerlich, D. Verma, M. Haghshenas // Materials Science and Engineering: A. – 2019. - № 744. – c. 120-136.

98 Mostafa Akbari Hybrid multi-objective optimization of microstructural and mechanical properties of B₄C/A356 composites fabricated by FSP using TOPSIS and modified NSGA-II / Mostafa Akbari, Mohammad Hasan Shojaeefard, Parviz Asadi, Abolfazl Khalkhali // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2017. - № 27. – c. 2317-2333.

99 H.G. Rana Fabrication of Al7075/B₄C surface composite by novel Friction Stir Processing (FSP) and investigation on wear Properties // H.G. Rana, V. J. Badheka, A. Kumara // Procedia Technology. – 2016. - № 23. – c. 519-528.

100 M. Yandouzi Microstructure and mechanical properties of B₄C reinforced Al-based matrix composite coatings deposited by CGDS and PGDS processes / M. Yandouzi, A.J. Böttger, R.W.A. Hendrikx, M. Brochu // Surface and Coatings Technology. – 2010. - № 205. – с. 2234-2246.

101 Официальный сайт компании 3М [Электронный ресурс] – 2022. – / 3М. – Режим доступа: https://www.3m.com/3M/en_US/design-and-specialty-materials-us/ceradyne/

102 Официальный сайт компании DWA Technologies, Inc [Электронный ресурс] – 2022. – / DWA Technologies, Inc. – Режим доступа: <http://www.dwatechnologies.com/documents/NET205-02%20Final%20Test%20Results%20Rev%201.pdf>

103 Официальный сайт компании RioTintoAlcan [Электронный ресурс] – 2013. – / RioTintoAlcan. – Режим доступа: <https://www.nrc.gov/docs/ML1308/ML13080A005.pdf>

104 Официальный сайт компании Talon Composites [Электронный ресурс] – 2020. – / Talon Composites. – Режим доступа: http://www.taloncomposites.com/New_Technology.html

105 Официальный сайт компании Talon Composites, Talbor Composites, LLC [Электронный ресурс] – 2020. – / Talon Composites, Talbor Composites, LLC. – Режим доступа: <https://constellation.uqac.ca/2540/1/030325322.pdf>

106 Yoshiaki Oka Nuclear Reactor Design / Yoshiaki Oka // An Advanced Course in Nuclear Engineering. – 2014. – с. 340.

107 Официальный сайт компании Holtec International [Электронный ресурс] – 2022. – Режим доступа: <https://www.hitachi-metals.co.jp/>

108 Официальный сайт компании Talon Composites, Talbor Composites, LLC [Электронный ресурс] – 2020. – / Talon Composites, Talbor Composites, LLC. – Режим доступа: <https://holtecinternational.com>

109 Досеке, У.. Исследование и оптимизация составов алюмоматричного композитного материала с дисперсным наполнителем на основе порошков карбида бора и вольфрама для производства высокоплотных материалов/ У. Досеке, Э. С. Двилис, М. С. Петюкевич; науч. рук. О. Л. Хасанов // Перспективы развития фундаментальных наук сборник научных трудов XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, г. Томск, 26-29 апреля 2016 г.: в 7 т.: / Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ). - 2016. - т. 2 : Химия. - с. 145-147.

110 M.V. Gorshenkov, Fabrication and Microstructure of Al-based Hybrid Composite Reinforced by B₄C and Ultra-Dispersed Tungsten / M.V. Gorshenkov, S.D. Kaloshkin, V.V. Tcherdyntsev, V.D. Danilov // Defect and Diffusion Forum. – 2011. – с. 249-254.

111 Гульбин В.Н. Радио- и радиационно-защитные композиционные материалы с наноструктурными наполнителями / Гульбин В.Н., Колпаков Н.С., Поливкин В.В. // Известия Волгоградского государственного технического университета. - 2014. - № 23. - с. 43–51.

112 Гульбин В.Н. Разработка композиционных материалов, модифицированных нанопорошками, для радиационной защиты в атомной энергетике / Гульбин В.Н. // Ядерная физика и инжиниринг. - 2011. - Т.2. - №3. - с. 272-286.

113 Пат. 2605608 Российская Федерация G21F 1/12. Радиационно-защитное покрытие радиоэлектронной аппаратуры / Агафонов Р.Ю., Бочаров Е.Н., Вилков Ф.Е. и др.; заявитель и патентообладатель: АО «Российские космические системы». – 2016103659/07, 04.02.2016; опубл. 27.12.2016, Бюл. № 36.

114 Гостищев В.В. Получение композиционных наплавочных порошков W2B5-WC-Al₂O₃, W-WB из шеелитового концентрата // Заготовительные производства в машиностроении (кузнечно-штамповочное, литейное и другие производства). – 2010. - №1. - с. 42-44.

115 Пат. 2768800 Российская Федерация B22F 7/04. Способ получения алюмоматричных композиционных материалов / Апакашев Р.А., Давыдов С.Я., Хазин М.Л. и др.; заявитель и патентообладатель: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Уральский государственный горный университет». – 2021124948, 24.08.2021; опубл. 24.03.2022, Бюл. № 9.

116 Шпаркович А. А. Влияние механической активации порошковой композиции Fe-Cr-Ni-W на структуру спеченных образцов / А. А. Шпаркович, О. Ю. Ваулина // Современные технологии и материалы новых поколений: сборник трудов международной конференции: Актуальные проблемы инженерных наук 113 конференции с элементами научной школы для молодежи, г. Томск, 9-13 октября 2017 г. - Томск: Изд-во ТПУ, 2017. - с. 134- 135.

117 Жигач А. Н. Синтез и изучение химико-физических свойств конденсированных высокоэнергетичных наноматериалов (ВЭНМ), содержащих наночастицы алюминия с функциональными и органическими и элементоорганическими покрытиями / Жигач А. Н., Лейпунский И. О., Афанасенкова Е. С // Ядерная физика и инжиниринг. - 2013. - Т. 4, - № 3. - с. 246–256.

118 Щербаков В.А. Влияние механической активации на микроструктуру СВС-композита. / В.А. Щербаков, А.Н. Грядун, С.Г. Вадченко, А.В. Самохин // Письма о материалах. - 2015. - т.5. - №1. с.70-73.

119 Шевцова Л.И. Влияние механической активации на структуру и свойства материала, полученного методом электроискрового спекания порошков ПН85Ю15 и никеля / Шевцова Л.И. // Машиностроение: новые концепции и технологии. Всероссийская научно-практическая конференция студентов, аспирантов и молодых ученых. Красноярск, 2021. Издательство: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Сибирский государственный университет науки и технологий имени академика М.Ф. Решетнева" (Красноярск). – 2021. – с. 246-249.

- 120 ГОСТ Р 52381-2005 МАТЕРИАЛЫ АБРАЗИВНЫЕ. Зернистость и зерновой состав шлифовальных порошков. Контроль зернового состава. – М.: Стандартиформ, 2005 г. – 11 с.
- 121 ГОСТ 19440-94 ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАСЫПНОЙ ПЛОТНОСТИ Часть 1. МЕТОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВОРОНКИ. Часть 2. МЕТОД ВОЛЮМОМЕТРА СКОТТА. – ИПК Издательство стандартов, 1996 г. – 13 с.
- 122 ГОСТ 25279-93 (ИСО 3953-85) ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ПОСЛЕ УТРАСКИ. – ИПК Издательство стандартов, 1996 г. – 7 с.
- 123 ГОСТ 15139-69 (СТ СЭВ 891-78) Методы определения плотности (объемной массы). – М.: Издательство стандартов, 1988. – 17 с.
- 124 ГОСТ 9012-59 МЕТАЛЛЫ. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ТВЕРДОСТИ ПО БРИНЕЛЛЮ. – М.: Стандартиформ, 2007. – 39 с.
- 125 ГОСТ 25.503-97 Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. МЕТОД ИСПЫТАНИЯ НА СЖАТИЕ. – Минск.: МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ, 1997. – 25 с.
- 126 Болдырев В.В. Механохимия и механическая активация твердых веществ / Болдырев В.В. // Журнал Успехи химии. – 2006. - №75. – с. 203-216.
- 127 Григорьева Т.Ф. Механохимический синтез в металлических системах / Григорьева Т.Ф., Барина А.П., Ляхов Н.З. // Новосибирск: Параллель. – 2008. - 311 с.
- 128 Корчагин М.А. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез в механически активированных составах. / Корчагин М.А., Ляхов Н.З. // Химическая физика. – 2008. –№1, с 73-78.
- 129 Кочетов Н.А., Н. Ф. Шкодич, А. С. Рогачев Влияние некоторых параметров механической активации на характеристики процесса СВС. Известия РАН. Серия Физическая, 2008, том 72, № 8, с. 1124-1126.
- 130 Абузин Ю.А., Скроботова Е.Ю., Овсянникова Н.Ю. Исследование процессов накопления дополнительной энергии в механоактивируемых порошках системы Ni – Al // Журнал Metallurgia машиностроения. 2010. №6, с. 42 – 45.
- 131 Кочетов Н. А. Влияние некоторых параметров механической активации на характеристики процесса СВС / Н. А. Кочетов, Н. Ф. Шкодич, А. С. Рогачев // Известия РАН. Серия Физическая. – 2008. Т. 72. - № 8. - с. 1124-1126.
- 132 ГОСТ 23463-79 ГРАФИТ ПОРОШКОВЫЙ ОСОБОЙ ЧИСТОТЫ. - М.: Издательство стандартов, 1991. – 10 с.

- 133 Гурвич Л.В. Термодинамические свойства индивидуальных веществ. Справочное издание: В 4-х т./ Л.В. Гурвич, И.В. Вейц, В.А. Медведев // - М.: Наука, 1982. -т. 4. - кн. 2. - 560 с.
- 134 Самсонов Г.В. Тугоплавкие соединения (справочник). 2-е изд. / Самсонов Г.В., Веницкий И.М. // М.: Металлургия, 1976. - 560 с.
- 135 Лидин Р.А. Справочник по неорганической химии. Константы неорганических веществ / Лидин Р.А., Андреева Л.Л., Молочко В.А.// - М.: Химия, 1987. - 320 с.
- 136 Зеликман А.Н. Металлургия редких металлов / А.Н. Зеликман, О.Е. Крейн, Г. В. Самсонов.// - М. : Знание, 1978. - 560 с.
- 137 Зенков В.С. Исследование кинетики окисления различных по размерам и удельной поверхности частиц металлического вольфрама парами воды в стадии получения водорода / В.С. Зенков, В. В. Пасичный, // Киев. – 2014. – с.132-144.
- 138 Скороходов А.Н. Оптимизация прокатного производства / Скороходов А.Н., Полухин П.И., Илюкович Б.М., Б.Е. Хайкин, Скороходов Н.Е. - М.: Металлургия, 1983, -432 с.
- 139 Виноградов Г.А. Прокатка металлических порошков / Виноградов Г.А., Семенов Ю.Н., Катрус О.А., Каташинский В.П. - М.: Металлургия, 1969, - 382 с.
- 140 Мастеров В.А. Теория пластической деформации и обработка металлов давлением / Мастеров В.А., Берковский В.С. - М.: Металлургия, 1976, - 352 с.
- 141 ГОСТ 18475-82 Трубы холоднодеформированные из алюминия и алюминиевых сплавов. – М.: Государственный комитет СССР по стандартам, 1982. – с. 22.
- 142 ГОСТ 11701-84 Методы испытаний на растяжение тонких листов и лент. – М.: Государственный стандарт союза ССР, 1984. – с. 15.
- 143 Машкович В.П. Защита от ионизирующих излучений: Справочник / Машкович В.П., Кудрявцева А.В. - 4-е изд., перераб. и доп. – М.: Энергоатомиздат, 1995. - 496с.
- 144 Лаптев Г.А. Радиационные защитные свойства металлобетонов / Лаптев Г.А. // Предотвращение аварий зданий и сооружений. - 2009. - URL: <https://prevdis.ru/radiatsionnye-zashhitnye-svoystva-metallobetonov/> (дата обращения 15.08.2018 г.).

Приложение А. Патент на изобретение

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) **RU** (11) **2 776 244**⁽¹³⁾ **C1**

(51) МПК
C22C 1/10 (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01)
B22F 9/04 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C22C 1/10 (2022.02); *B22F 1/00* (2022.02); *B22F 9/04* (2022.02)

(21)(22) Заявка: 2021118141, 22.06.2021

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
22.06.2021

Дата регистрации:
15.07.2022

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: 22.06.2021

(45) Опубликовано: 15.07.2022 Бюл. № 20

Адрес для переписки:
143026, Москва, Территория Сколково
Инновационного Центра, б-р Большой, 42, стр.
1, помещение 841, ООО "НАНОКОМ"

(72) Автор(ы):

Филиппов Денис Анатольевич (RU),
Неяглов Олег Сергеевич (RU),
Абузин Юрий Алексеевич (RU),
Божко Галина Геннадьевна (RU),
Володина Полина Андреевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ
ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ "НАНОКОМ"**
(RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2263089 C1, 27.10.2005. RU
2485196 C1, 20.06.2013. BY 21587 C1, 28.02.2018.
CN 111663059 A, 15.09.2020. CN 100389213 C,
21.05.2008.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА И ИЗДЕЛИЯ ИЗ НЕГО

(57) Реферат:

Изобретение относится к области металлургии и может быть использовано для получения композиционных материалов с металлической матрицей и покрытий. Способ получения алюмоматричного композитного материала, содержащего алюминиевую матрицу и керамический упрочнитель, включает обработку исходной смеси порошков алюминия и элементов, образующих керамический упрочнитель, путем механического легирования, при этом механическое легирование осуществляют в шаровых размольно-смесительных установках при энергонапряженности 0,02-2 кВт/л в течение 0,5-30 часов в среде аргона, обработанную смесь

порошков помещают в тонкостенную трубочку из материала, аналогичного матричному с формированием электрода, нагревают его до температуры начала экзотермической реакции с последующей кристаллизацией образовавшихся капель расплава на металлической подложке путем перемещения электрода с формированием непрерывного слоя композиционного материала с заданным составом. Изобретение направлено на получение композиционного материала, содержащего металлическую матрицу и тугоплавкие упрочнители, с однородной плотной структурой. 3 з.п. ф-лы, 4 пр.

RU 2 776 244 C 1

RU 2 776 244 C 1

Приложение Б. Акт проведения испытаний опытных образцов



УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

ООО «НАНОКОМ»

г. Москва

Д.А. Филиппов Д.А. Филиппов

АКТ

Проведения испытаний опытных образцов из алюмоматричного радиационно-защитного материала армированного W-, B-, C-, Zr- содержащими порошками

г. Москва

15 декабря 2023 г.

Настоящим актом подтверждается получение опытных образцов материалов системы Al-B₄C-W, Al-B₄C-WO₃, Al-W-B, Al-W-B-C, Al-W-B-Zr-C в ООО «НАНОКОМ», г. Москва.

В соответствии со схемой, предложенной в диссертационной работе Володиной П.А., получены радиационно-защитные материалы (РЗМ) методами инфильтрации под давлением и холодной прокаткой.

Для изготовления РЗМ методом инфильтрации под давлением в качестве матрицы выбран алюминий марки А99 в чушках и для холодной прокатки - трубки из алюминия марки А5 ГОСТ 18475-82 диаметром 6 мм и 8 мм с толщиной стенки 1 мм. Армирующими компонентами выбраны порошки карбида бора, зернистостью F 70; вольфрама дисперсностью 6-11 мкм, марки ПВН; оксида вольфрама дисперсностью 50 мкм, полученного прямым окислением порошка вольфрама при температуре 600 °С на воздухе; алюминиевый порошок дисперсностью 10-50 мкм, марки АСД-1; аморфный бор, дисперсностью 50 мкм, марки Б-99А; вольфрам, дисперсностью 6-11 мкм, марки ПВН; цирконий, марки ПЦрК-1; углерод, дисперсностью 90 мкм, марки ОСЧ.

При получении опытных образцов материалов использованы оптимальные технологические режимы и методики, определенные и описанные в диссертационной работе Володиной П.А. Режимы получения образцов композиционного материала методом инфильтрации под давлением: высота засыпки порошковой заготовки - 15 мм; объемное соотношение порошковой заготовки к матрице 1:2; температура разогрева

пресс-формы $t_{\text{инф}} = 600$ °С; температура разогрева алюминия $t_{\text{Al}} = 1000$ °С; давление инфильтрации 8-10 МПа; продолжительность инфильтрации 3 минуты. В результате получены слитки диаметром 48 мм, высотой 13 мм.

При получении РЗМ методом холодной прокатки проводили предварительную механоактивацию исходных порошков, засыпали их в алюминиевые трубки и прокатывали на ручном прессе.

Обработка заготовок на прокатном стане ДУО-180 № 2-6 с предварительной опрессовкой проведена за 7 проходов по схеме: 4,0 - 1,2 - 0,8 - 0,55 - 0,4 - 0,3 - 0,25 - 0,20 мм. Степень обжатия исходной заготовки составила 97,5 %. Первый проход проведен с обжатием 70 %. В результате получены полосы размером $0,22_{-0,02} \times 10_{\pm 1}$ мм.

Определены физико-механические свойства РЗМ, полученных способом инфильтрации под давлением и холодной прокаткой:

Система	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное укорочение, %	Относительное удлинение, %
Инфильтрация под давлением				
Al-B ₄ C-W	84-87	113-118	2,5-3,0	-
Al-B ₄ C-WO ₃	117-122	158-163	3,9-4,1	-
Холодная прокатка				
W-B(W ₂ B ₅)	83-87	134-142	-	0,6-1,1
Al-W-B-C	103-118	172-178	-	0,6-1,1
Al-W-B-Zr-C	24-28	120-126	-	1,0-1,3

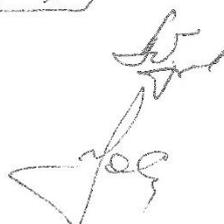
Предложенные и опробованные в диссертационной работе Володиной П.А. способы позволяют эффективно получать материалы с требуемым соотношением армирующих компонентов и удовлетворительными физико-механическими свойствами.

Председатель комиссии:



Филиппов Д. А.

Члены комиссии:



Абузин Ю. А.

Неяглов О. С.