

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2497611

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОЧИСТОЙ
ВАКУУМНОПЛОТНОЙ ФОЛЬГИ ИЗ БЕРИЛЛИЯ**

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский государственный политехнический университет" (ФГБОУ ВПО "СПбГПУ") (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2012123123

Приоритет изобретения **04 июня 2012 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации **10 ноября 2013 г.**

Срок действия патента истекает **04 июня 2032 г.**

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Б.П. Симонов





**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21)(22) Заявка: **2012123123/02, 04.06.2012**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
04.06.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **04.06.2012**(45) Опубликовано: **10.11.2013** Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **ТУЗОВ Ю.В. и др. Структура и свойства бериллия после больших пластических деформаций. Перспективные материалы, 2009, №6, с.42-48. RU 2299102 C1, 20.05.2007. US 3354538 A, 28.11.1967. JP 59-021408 A, 03.02.1984. МИШИН В.В. Разработка технологии горячей и теплой пластической деформации нанокристаллического бериллия, полученного гидридным методом. Автореферат, 2011.**

Адрес для переписки:

**195251, Санкт-Петербург, ул.
Политехническая, 29, ФГБОУ ВПО
"СПбГПУ", отдел интеллектуальной
собственности**

(72) Автор(ы):

**Колбасников Николай Георгиевич (RU),
Мишин Василий Викторович (RU),
Часов Валерий Викторович (RU),
Маркушкин Юрий Евгеньевич (RU),
Забродин Алексей Викторович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования "Санкт-
Петербургский государственный
политехнический университет" (ФГБОУ
ВПО "СПбГПУ") (RU)**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОЧИСТОЙ ВАКУУМНОПЛОТНОЙ ФОЛЬГИ ИЗ БЕРИЛЛИЯ

(57) Реферат:

Изобретение направлено на получение высокочистой вакуумноплотной фольги с мелкокристаллической структурой из нанокристаллического бериллия, а также увеличение выхода годного. Способ получения высокочистой вакуумноплотной фольги из бериллия включает заключение заготовки в чехол из стали 20, его герметизацию, многопроходную прокатку с промежуточными подогревами при температурах 650-900°C, охлаждение и удаление чехла. В качестве заготовки берут нанокристаллический

бериллий, после каждого промежуточного подогрева выдерживают заготовку в печи ≤5 мин, после завершения прокатки осуществляют охлаждение заготовки со скоростью ≤10°C/мин, удаление чехла осуществляют путем стравливания с последующим травлением и/или шлифованием поверхности фольги. Полученная фольга имеет мелкокристаллическую структуру из нанокристаллического бериллия, обладает высокой химической чистотой, вакуумной плотностью и высокими механическими свойствами. 2 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
B21B 1/40 (2006.01)
B82Y 40/00 (2011.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2012123123/02, 04.06.2012**

(24) Effective date for property rights:
04.06.2012

Priority:

(22) Date of filing: **04.06.2012**

(45) Date of publication: **10.11.2013 Bull. 31**

Mail address:

**195251, Sankt-Peterburg, ul. Politekhnikeskaja,
29, FGBOU VPO "SPbGPU", otdel intellektual'noj
sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Kolbasnikov Nikolaj Georgievich (RU),
Mishin Vasilij Viktorovich (RU),
Chasov Valerij Viktorovich (RU),
Markushkin Jurij Evgen'evich (RU),
Zabrodin Aleksej Viktorovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Sankt-
Peterburgskij gosudarstvennyj politekhnikeskij
universitet" (FGBOU VPO "SPbGPU") (RU)**

(54) METHOD OF MAKING HIGH-PURITY VACUUM-SEALED FOIL FROM BERYLLIUM

(57) Abstract:

FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention aims at producing high-purity vacuum-sealed foil with fine-grained structure from nanocrystalline beryllium and at increasing the yield. Proposed method comprises wrapping the workpiece in steel jacket 20, its sealing, multipass rolling with intermediate heating at 650-900°C, cooling down and jacket removal. Said billet

represents a nanocrystalline beryllium. After every intermediate heating the billet is held in furnaces > 5 min. After rolling the billet is cooled at the rate of $\leq 10^\circ\text{C}/\text{min}$, said jacket being removed by etching and foil surface is finished.

EFFECT: high chemical purity and mechanical properties of vacuum-sealed film.

2 tbl

Изобретение относится к области металлургии, в частности к области получения фольги из бериллия, которая используется в различных областях техники.

5 Существует способ изготовления фольги из бериллия до 63,5 мкм или менее, включающий заключение бериллиевой заготовки в стальной чехол, герметизацию чехла, прокатку до требуемой толщины при температуре 600-800°C и быстрое
охлаждение, чтобы отделить фольгу бериллия от материала чехла [патент US №3354538].

10 Недостатком этого способа является разрушение бериллиевой фольги вследствие резкого охлаждения, что приводит к нарушению вакуумной плотности фольги и снижению выхода годного, а также загрязнение бериллиевой фольги компонентами чехла, что не позволяет получить высокочистую фольгу.

15 Существует способ получения фольги из бериллия, включающий заключение бериллиевой заготовки в металлический чехол, герметизацию чехла, прокатку при 600-800°C, охлаждение и удаление чехла, причем перед заключением бериллиевой заготовки в чехол ее помещают в раствор для пассивации с последующим нагревом на
воздухе при температуре 550-600°C в течение времени, достаточного для образования модифицированной пассивной пленки толщиной до 10 мкм [Патент RU №2299102].

20 Недостатком является большая трудоемкость способа, малая эффективность пассивной пленки при многопроходной прокатке, что приводит к загрязнению бериллиевой фольги компонентами чехла и не позволяет получать высокочистую бериллиевую фольгу, а также разрушение фольги при удалении чехла.

25 Наиболее близким, выбранным за прототип, является способ получения листов и плит толщиной от 0,15 до 15 мм, а также фольги различной толщины. Способ включает помещение бериллиевой заготовки в металлический чехол, его герметизацию, многопроходную прокатку с промежуточными подогревами при температурах 650-900°C, охлаждение и удаление чехла [Бериллий. Наука и Технология. М.: Металлургия, 1984, стр.277-278].

30 К недостаткам способа относится низкий выход годного, а также невозможность получения высокочистой фольги из бериллия с мелкокристаллической структурой.

35 Задачей изобретения является получение высокочистой вакуумноплотной фольги с мелкокристаллической структурой из нанокристаллического бериллия, а также увеличение выхода годного.

40 Для решения предложенной задачи предложен способ получения высокочистой вакуумноплотной фольги из бериллия, включающий заключение заготовки из нанокристаллического бериллия в металлический чехол, изготовленный из стали 20, его герметизацию, многопроходную прокатку с промежуточными подогревами при температурах 650-900°C, после каждого промежуточного подогрева выдерживают заготовку в печи ≤ 5 мин, после завершения прокатки осуществляют охлаждение заготовки со скоростью $\leq 10^\circ\text{C}/\text{мин}$. Удаление чехла осуществляют путем
сравливания с последующим травлением и/или шлифованием поверхности фольги.

45 Использование в способе нанокристаллического бериллия позволяет получать фольгу с мелкокристаллической структурой благодаря низкой склонности зерна к росту в отсутствии деформации при температурах 650-900°C. Отсутствие крупных оксидных включений в нанокристаллическом бериллии позволяет получать
50 вакуумноплотную фольгу с высокими механическими характеристиками. Высокая химическая чистота нанокристаллического бериллия позволяет получать высокочистую фольгу.

При выдержке в печи ≤ 5 мин процессы релаксации напряжений в

нанокристаллическом бериллии протекают в полной мере. При выдержке в печи ≤ 5 мин накопленные напряжения снимаются не полностью, что приводит к накоплению упрочнения в нанокристаллическом бериллии в процессе многопроходной прокатки и вызывает его разрушение. Охлаждение со скоростью $\leq 10^\circ\text{C}/\text{мин}$ после завершения прокатки необходимо для снятия остаточных напряжений в фольге. Охлаждение после прокатки со скоростью $\leq 10^\circ\text{C}/\text{мин}$ приводит к появлению остаточных напряжений, что вызывает разрушение фольги. Стравливание чехла позволяет увеличить выход годной вакуумноплотной фольги за счет отсутствия механического воздействия на бериллий. Последующее травление и/или шлифование фольги позволяет удалить поверхностный слой, насыщенный компонентами чехла.

Предлагаемым способом была изготовлена фольга из нанокристаллического бериллия толщиной 100 мкм. Толщина исходных заготовок нанокристаллического бериллия под прокатку составляла 3-5 мм, диаметр заготовок 50-60 мм. Перед прокаткой заготовку заключали в чехол, изготовленный из стали 20, после чего чехол герметизировали. Многопроходную прокатку с промежуточными подогревами при температурах 650-900 $^\circ\text{C}$ проводили с относительным обжатием 10-15% за проход, при этом после каждого промежуточного подогрева выдерживали заготовку в печи ≤ 5 мин, после завершения прокатки производили охлаждение заготовки со скоростью $\leq 10^\circ\text{C}/\text{мин}$. Удаление чехла осуществляли при помощи травления в растворе азотной кислоты. В табл.1 представлены результаты прокатки по предлагаемому способу. После удаления чехла осуществляли травление и/или шлифование поверхности фольги для удаления насыщенного компонентами чехла поверхностного слоя толщиной 60-70 мкм. Измеренный химический состав фольги до и после травления и/или шлифования поверхности фольги показан в табл.2.

Для способа прототипа использовали заготовки бериллия сортов ДТП-56 и ТГП-56, полученные горячим прессованием порошка в вакууме.

Отделение фольги после прокатки по способу прототипа было затруднено вследствие ее сваривания при прокатке с материалом чехла, при этом процент выхода годного не превышал 50-60%.

Таблица 1					
№	Исходная заготовка	Скорость охлаждения и способ удаления чехла	Время выдержки в печи после промежуточных подогревов	Процент выхода годной фольги	Размер зерна в фольге после прокатки
1	Нанокристаллический бериллий	1 $^\circ\text{C}/\text{мин}$, стравливание чехла	30 мин	100%	1-3 мкм
			10 мин	100%	1-3 мкм
			5 мин	100%	1-3 мкм
2	Нанокристаллический бериллий	5 $^\circ\text{C}/\text{мин}$, стравливание чехла	30 мин	100%	1-3 мкм
			10 мин	100%	1-3 мкм
			5 мин	100%	1-3 мкм
3	Нанокристаллический бериллий	10 $^\circ\text{C}/\text{мин}$, стравливание чехла	30 мин	100%	1-3 мкм
			10 мин	100%	1-3 мкм
			5 мин	100%	1-3 мкм
4 (прототип)	Бериллий ДТП-56	Естественная, механическое удаление чехла	Без выдержки	50-60%	30-70 мкм
5 (прототип)	Бериллий ТГП-56	Естественная, механическое удаление чехла	Без выдержки	50-60%	30-70 мкм

Таблица 2

№ примера	Содержание примесей в фольге, ppm (w).							
	До травления и/или шлифования поверхности с фольги				После травления и/или шлифования поверхности фольги			
	Fe	Al	Cr	Σ (Mn, Mg, Cu, Ni)	Fe	Al	Cr	Σ (Mn, Mg, Cu, Ni)
1	2010	70	66	201	55	16	23	77
2	1980	65	39	181	45	20	15	80
3	2100	85	47	167	60	27	21	55
4 (прототип)	2200	87	121	230	-	-	-	-
5(прототип)	2335	331	498	857	-	-	-	-

Таким образом, предлагаемый способ позволяет увеличить до 100% выход годного, получать высокочистую вакуумноплотную фольгу с мелкокристаллической структурой из нанокристаллического бериллия. Фольга обладает высокой химической чистотой, вакуумной плотностью и высокими механическими свойствами.

Формула изобретения

Способ получения высокочистой вакуумноплотной фольги из бериллия, включающий заключение заготовки в чехол из стали 20, его герметизацию, многопроходную прокатку с промежуточными подогревами при температурах 650-900°C, охлаждение и удаление чехла, отличающийся тем, что в качестве заготовки берут нанокристаллический бериллий, после каждого промежуточного подогрева выдерживают заготовку в печи ≥ 5 мин, после завершения прокатки осуществляют охлаждение заготовки со скоростью $\leq 10^\circ\text{C}/\text{мин}$, удаление чехла осуществляют путем стравливания с последующим травлением и/или шлифованием поверхности фольги.