



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 600 08 655 T2 2005.02.10**

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 083 240 B1**

(51) Int Cl.⁷: **C22C 32/00**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **600 08 655.0**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **00 119 360.6**

(96) Europäischer Anmeldetag: **08.09.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **14.03.2001**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **03.03.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **10.02.2005**

(30) Unionspriorität:

25640799 09.09.1999 JP

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(73) Patentinhaber:

Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., Tokio/Tokyo, JP

(72) Erfinder:

**Murakami, Kazuo, Hyogo-ku, Hyogo-ken 652-8585,
JP; Saida, Tomikane, Takasago, Hyogo-ken
676-8686, JP; Sakaguchi, Yasuhiro, Takasago,
Hyogo-ken 676-8686, JP**

(74) Vertreter:

HOFFMANN & EITL, 81925 München

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung von Aluminium-Verbundmaterial und Ladekorb, der dieses Material verwendet**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von (Al)-Kompositmaterial mit Neutronen-Absorptionsvermögen. Insbesondere betrifft die Erfindung ein derartiges Verfahren, bei dem das Material zu einem Korb zur Aufnahme eines gebrauchten nuklearen Brennstoffbauteils geformt wird.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Ein nukleares Brennstoffbauteil, das in einem Kernreaktor für eine vorbestimmte Zeitdauer verbrannt worden ist, d. h. ein sogenanntes verbrauchtes nukleares Brennstoffbauteil, wird für eine vorbestimmte Zeitspanne in einem Abklingbecken einer Atomkraftanlage gekühlt. Anschließend wird das gebrauchte nukleare Brennstoffbauteil in eine Tonne gegeben, bei der es sich um einen Transportbehälter handelt, und zu einer Lager- und Wiederaufbereitungsanlage transportiert, wo es gelagert wird. Zur Aufnahme eines gebrauchten nuklearen Brennstoffbauteils in der Tonne wird ein Aufbewahrungsbehälter mit einem gitterartigen Bereich (sogenannter "Korb") verwendet, der eine Mehrzahl von Aufnahmekammern in Form von Zellen enthält, die dazu verwendet werden, die gebrauchten nuklearen Brennstoffbauteile einzeln einzusetzen, wobei für ausreichende Haltekräfte, um den Erschütterungen während des Transports standzuhalten, gesorgt wird.

[0003] Bei einem herkömmlichen Korb, der in **Fig. 16** dargestellt ist, sind in Längsrichtung und Querrichtung verlaufende plattenartige Elemente **1** abwechselnd unter Eingriff in darin ausgebildeten Schlitzen **2** kombiniert, um einen gitterartigen Bereich zum Einsetzen von gebrauchten nuklearen Brennstoffbauteilen bereitzustellen. Bei einem hierzu verwendeten plattenartigen Element **1** ist als Grundmaterial **1a** eine Aluminiumlegierung mit einer Dicke von 10 mm (oder in der Nähe davon) mit hervorragenden Festigkeitseigenschaften, z. B. Al-Cu-Legierungen gemäß JIS2219 oder Al-Mg-Legierungen gemäß JIS5083, vorgesehen. Auf einer Oberfläche davon ist ein Plattenelement (ein nukleares Absorptionsmaterial) mit einer Dicke von 1 mm (oder in der Nähe davon) aus einer Al-B-Legierung mit Neutronenabsorptionsvermögen befestigt.

[0004] Eine derartige Befestigungsstruktur wird verwendet, da das Neutronen absorbierende Material schlecht bearbeitbar ist und nur unter Schwierigkeiten als alleiniges Bauelement verwendet werden kann. Im allgemeinen weisen die plattenartigen Elemente **1** eine Breite im Bereich von 300 bis 350 mm (oder in der Nähe davon) auf.

[0005] Jedoch ergeben sich beim plattenartigen Element **1**, das im herkömmlichen Korb, in dem ein Neutronen absorbierendes Material **3** auf dem Grundmaterial **1a** aus einer Aluminiumlegierung befestigt wird, verwendet wird, ein erheblicher Zeitaufwand für die Herstellung und hohe Materialkosten. Dabei wird die Befestigung des Neutronen absorbierenden Materials **3** am Grundmaterial **3** durch Punktschweißen oder Befestigen mit Schrauben oder Nieten vorgenommen. Außerdem sind im allgemeinen einige tausend plattenartige Elemente **1** erforderlich, um Körbe zur Aufnahme in einer einzigen Tonne herzustellen.

[0006] Zudem kann beim herkömmlichen plattenartigen Element **1** eine Stufe zwischen dem Grundmaterial **1a** und dem darauf befestigten Neutronen absorbierenden Material **3** entstehen. Aus Erfahrung weiß man, dass ein hängenbleibendes gebrauchtes nukleares Brennstoffbauteil beim Einsetzen oder bei der Entnahme Schwierigkeiten verursachen kann. Außerdem kann es beim Befestigen durch Punktschweißen dazu kommen, dass das Neutronen absorbierende Material **3** beim Langzeitgebrauch durch Abblättern beeinträchtigt wird, was eine weitere Schwierigkeit darstellt. Demzufolge ist es wünschenswert, zur Herstellung der Körbe nur eine Al-B-Legierung mit Neutronenabsorptionsvermögen zu verwenden.

[0007] Herkömmlicherweise werden zur Herstellung einer Al-B-Legierung Auflösungsverfahren herangezogen. Jedoch steigt die Temperaturgrenze der flüssigen Phase mit der Menge an zugesetztem B (Bor) (nachstehend als Zusatzmenge von B bezeichnet) steil an. Daher wird B in Form eines Pulvers oder in Form einer Al-B-Legierung der Al (Aluminium)-Legierung zugesetzt oder in Form einer Borverbindung, wie KBF_4 , zu geschmolzenem Al gegeben, um eine Al-B-Intermetallverbindung zu erzeugen, oder es werden Gießverfahren verwendet, bei denen man unterhalb der Flüssigphasen-Grenztemperatur einen Gießvorgang in einem Bereich, wo die feste und die flüssige Phase nebeneinander vorliegen, durchführt oder indem man einen Gießvorgang unter Druck vornimmt, wobei sich verschiedene Verbesserungen in Bezug auf verbesserte mechanische Eigenschaften, wie Festigkeit und Duktilität, ergeben.

[0008] Diesbezüglich gibt es zahlreiche Verbesserungen, die beispielsweise in folgenden japanischen Offen-

legungsschriften beschrieben sind: 59-501672, 61-235523, 62-70799, 62-235437, 62-243733, 63-312943, 1-312043, 1-312044, 9-165637 und dergl.

[0009] Wenn in Al-B-Legierungen, die unter Anwendung von Auflösungsverfahren hergestellt werden, bei Zugabe von B, das Neutronen absorbiert, intermetallische Verbindungen, wie AIB₂ und AIB₁₂, als B-Verbindung vorliegen und insbesondere wenn viel AIB₁₂ vorhanden ist, ergibt sich eine verminderte Bearbeitbarkeit. Außerdem ist es schwierig, mit der derzeit verfügbaren Technologie die Menge an AIB₁₂ zu steuern. Infolgedessen besteht eine Grenze von 1,5 Gew.-% für die Menge an zugesetztem B in einem für praktische Zwecke geeigneten Material. Bei dieser Menge ergibt sich jedoch der Nachteil einer geringen Neutronenabsorption.

[0010] Anstelle von Al-B-Legierungen kann "Boral" als Material für die Neutronenabsorption verwendet werden. Bei Boral handelt es sich um ein sandwichartiges und gepresstes Material aus einem Pulver mit einem Gehalt an 30–40 Gew.-% B₄C, das in das Al-Grundmaterial eingemischt ist. Jedoch beträgt die Zugfestigkeit von Boral nur etwa 40 Mpa und ist somit sehr gering, während die Dehnung etwa 1% beträgt und somit klein ist. Außerdem ist dieses Material schwierig zu formen. Infolgedessen wird tatsächlich Boral bis heute nicht als entsprechender Werkstoff verwendet.

[0011] Ein weiteres Verfahren zur Herstellung eines Al-B₄C-Kompositmaterials besteht in der Anwendung eines Pulver-Sinterungsverfahrens, bei dem eine Al-Legierung und B₄C (beide in Pulverform) gleichmäßig vermischt und für die Formgebung verfestigt werden. Dabei lassen sich die Schwierigkeiten, die mit einer Auflösung verbunden sind, vermeiden. Ferner ergeben sich Vorteile, wie die Möglichkeit zu einer größeren Flexibilität bei der Auswahl einer Matrixverbindung.

[0012] Im US-Patent 5 486 223 und in einer Reihe von anschließenden Erfindungen der gleichen Erfinder werden Verfahren zur Verwendung eines pulvermetallurgischen Verfahrens zur Herstellung eines Al-B₄C-Kompositmaterials mit hervorragenden Festigkeitseigenschaften beschrieben. Insbesondere ist das US-Patent 5 700 962 vorwiegend auf die Herstellung eines Neutronenabschirmmaterials abgestellt.

[0013] Gemäß diesen Erfindungen wird jedoch ein spezielles B₄C verwendet, dem ein bestimmtes Element zugesetzt ist, um die Bindung mit der Matrix zu verstärken. Außerdem ist das Verfahren kompliziert, was insbesondere in der großtechnischen Praxis zu erheblichen Kostenproblemen führt. Zudem bestehen Bedenken hinsichtlich der Eigenschaften insofern, als ein poröser Körper aus lediglich durch CIP gehärtetem Pulver erwärmt und unter begleitender Gasintrusion extrudiert wird, und ein Teil der Matrixzusammensetzung hohen Temperaturen über 625°C ausgesetzt wird, wenn ein Block gesintert wird. Daraus ergeben sich erhebliche Beeinträchtigungen der Eigenschaften.

[0014] Wie ausgeführt, besteht bei Al-Legierungen, die durch das Lösungsverfahren hergestellt werden, eine Grenze für die Zugabemenge einer Verbindung mit Neutronenabsorptionsvermögen, wie B, so dass sich eine geringe Neutronenabsorptionswirkung ergibt. Zur Lösung dieses Problems dienen die vorerwähnten Erfindungen, bei denen als Voraussetzungen für die praktische Durchführung eine Auflösung einer Basislegierung mit kontrollierten Eigenschaften bezüglich der enthaltenen Verbindungsphasen (AIB₂, AIB₁₂ und dergl.) und die Verwendung von sehr teurem kondensiertem Bor erforderlich waren, was zu einer starken Erhöhung der Herstellungskosten und Schwierigkeiten bei der praktischen Durchführung im industriellen Maßstab führte.

[0015] Auch beim Betrieb ergaben sich Schwierigkeiten, z. B. eine Kontamination im Reaktor (mit der Notwendigkeit einer Reaktorreinigung zur Entfernung von schlackeartigen Produkten mit hoher B-Konzentration, eine Verunreinigung durch Stauerscheinungen, z. B. durch eingedrungene Fluoride und dergl.) und Beschädigung von Reaktormaterialien aufgrund der hohen Lösungstemperatur (wobei gelegentlich 1200°C oder mehr erforderlich waren), was in der Praxis dazu führte, dass die Ausführung in üblichen, auf Al abgestellten Auflösungsanlagen unmöglich war.

[0016] Was Boral betrifft, dessen B₄C-Gehalt einen hohen Wert von 30–40 Gew.-% aufweist, so ist die Verwendung als Konstruktionswerkstoff wegen der Schwierigkeiten mit der Bearbeitbarkeit unmöglich.

[0017] Bei dieser Sachlage bestand ein Bedürfnis zur Einführung eines Aluminium-Kompositmaterials, das aufgrund einer Erhöhung des B-Gehalts selbstverständlich ein hohes Neutronenabsorptionsvermögen aufweist und hervorragende mechanische Eigenschaften, z. B. in Bezug auf Zugfestigkeit und Dehnung, besitzt und leicht bearbeitbar ist. Dieses Material soll als Konstruktionswerkstoff mit Neutronenabsorptionsvermögen einsetzbar sein. Ferner soll ein Herstellungsverfahren für ein derartiges Material angegeben werden.

[0018] Eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung eines Aluminium-Kompositmaterials bereitzustellen, bei dem ein erhöhter B-Gehalt zur Steigerung des Neutronenabsorptionsvermögens möglich ist und dem auch Zr oder Ti zugesetzt werden können, um eine hervorragende Beschaffenheit in Bezug auf mechanische Eigenschaften und Bearbeitbarkeit zu erzielen.

[0019] Ferner besteht eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung darin, ein Verfahren zum Aufbau eines Korbes bereitzustellen, bei dem als Konstruktionswerkstoff ein Aluminium-Verbundmaterial mit hervorragendem Neutronenabsorptionsvermögen verwendet wird und das eine günstige Beschaffenheit in Bezug auf mechanische Eigenschaften und Bearbeitbarkeit aufweist. Ferner soll das Verfahren nur geringe Kosten verursachen.

[0020] Bei dieser Sachlage haben die Erfinder ein kostengünstiges Verfahren zur Herstellung eines Kompositmaterials auf Al-Basis entwickelt, das die Anforderungen in Bezug auf Neutronenabschirmvermögen und Festigkeitseigenschaften in ausgewogener Weise erfüllt, wobei übliches B_4C verwendet wird, bei dem es sich um ein kostengünstiges, handelsübliches Poliermaterial oder feuerfestes Material handelt, und wobei Zr oder Ti zugesetzt wird. Auf diese Weise wurde eine Legierungszusammensetzung (mit der entsprechenden Zugabe an B_4C) aufgefunden, mit der das Verfahren in wirkungsvoller Weise durchgeführt werden kann.

[0021] Gemäß einem ersten Aspekt wird erfindungsgemäß ein Verfahren zur Herstellung eines Neutronen absorbierenden Aluminium-Kompositmaterial bereitgestellt, das die folgenden Schritte umfasst:

- i) Herstellung eines Aluminium- oder Aluminiumlegierungspulvers durch Quenchverfestigung;
- ii) Mischen des quenchverfestigten Aluminium- oder Aluminiumlegierungspulvers mit pulverisiertem Bor oder einer Borverbindung und pulverisiertem Zirkonium und/oder Titan;
- iii) Entgasen der gemischten Pulver durch Vakuumentgasung; und
- iv) Sintern der entgasten Mischung unter Druck bei einer Temperatur von 350 bis 550°C, wobei das Aluminium-Kompositmaterial 1,5–9 Gew.-% einer Menge an B und 0,2–2,0 Gew.-% Zr und/oder 0,2–4,0 Gew.-% Ti umfasst.

[0022] Gemäß diesem Aspekt der Erfindung können das B oder die B-Verbindung vorzugsweise in einem Anteil, angegeben als Menge an B, von 2 bis 5 Gew.-% vorliegen. Außerdem kann es sich beim zusätzlichen Element zur Erzielung einer hohen Festigkeit um Zr handeln. In diesem Fall liegt der Zr-Anteil vorzugsweise im Bereich von 0,5–0,8 Gew.-%. Alternativ kann es sich beim zusätzlichen Element zur Erzielung einer hohen Festigkeit um Ti handeln.

[0023] Gemäß einem derartigen Verfahren lässt sich ein Aluminium-Kompositmaterial mit einem relativ hohen Anteil an B oder einer B-Verbindung und hervorragenden mechanischen Eigenschaften, z. B. in Bezug auf Zugigenschaften, aufgrund der Zugabe von Zr und/oder Ti als zusätzliches Element herstellen. Außerdem lassen sich die Herstellungskosten verringern.

[0024] Im erfindungsgemäßen Verfahren handelt es sich beim Al-Pulver oder beim Al-Legierungspulver um ein quenchverfestigtes Pulver, das eine einheitliche feine Struktur aufweist. Der Anteil an B oder der B-Verbindung beträgt (angegeben als Menge an B) 1,5 Gew.-% oder mehr und 9 Gew.-% oder weniger. Borcarbid (B_4C)-Teilchen werden vorzugsweise als B-Verbindungspulver verwendet. Das Al-Pulver oder Al-Legierungspulver kann vorzugsweise einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser im Bereich von 5–150 μm aufweisen. Das zu verwendende B-Verbindungspulver umfasst vorzugsweise B_4C -Teilchen mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser im Bereich von 1–60 μm .

[0025] Ferner kann gemäß diesem Aspekt der Erfindung das Sintern unter Druck eine der folgenden Maßnahmen oder eine Kombination aus zwei oder mehr dieser Maßnahmen umfassen: Heißextrusion, Heißmahlen, statische Heißwasserdruckpressung oder Heißpressung. Bei einem beliebigen derartigen Verfahren zum Sintern unter Druck wird nach Eindosen der Verbindung in einer Dose ein Vakuumabsaugvorgang unter Erwärmen durchgeführt, um Gaskomponenten und Feuchtigkeit, die an den Teilchenoberflächen in der Dose adsorbiert sind, zu entfernen. Anschließend wird die Dose verschlossen. Sodann wird das eingedoste Pulver einer Wärmebehandlung unterworfen, wobei im Innern der Dose ein Vakuum aufrechterhalten wird. Ferner wird nach Durchführung des Sinterns unter Druck vorzugsweise ein geeignetes thermisches Verfahren je nach den Erfordernissen durchgeführt.

[0026] Bei einem derartigen Herstellungsverfahren für ein Aluminium-Kompositmaterial lässt sich unter Anwendung eines pulvermetallurgischen Verfahrens unter Durchführung einer Sinterung unter Druck eine erhöh-

te Zugabemenge an B oder einer B-Verbindung sowie beispielsweise die Zugabe von Zr oder Ti erreichen. Somit lässt sich ein Aluminium-Kompositmaterial herstellen, das sich in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften, wie die Zugeigenschaften, hervorragend verhält. Demgemäß lässt sich das Neutronenabsorptionsvermögen verbessern und man kann ein Aluminium-Verbundmaterial, das sich ferner gut bearbeiten lässt, erhalten.

[0027] Gemäß einem weiteren Aspekt wird erfindungsgemäß ein Verfahren zum Aufbau eines Korbes für radioaktives Material bereitgestellt, das die Schritte der Herstellung eines Aluminium-Kompositmaterials gemäß den vorstehenden Angaben und die Formung des Kompositmaterials zu einem Korb mit einem gitterförmigen Abschnitt umfasst.

[0028] Ferner kann bei diesem Aspekt der Erfindung der gitterförmige Abschnitt des Korbes Plattenelemente aus dem Aluminium-Kompositmaterial in einer gitterförmigen Kombination umfassen oder er kann Röhrenelemente umfassen, die durch Extrusion des Aluminium-Kompositmaterials hergestellt und durch einen Bindungsvorgang kombiniert worden sind. Der Bindungsvorgang wird vorzugsweise durch Hartlöten durchgeführt.

[0029] Da ein Aluminium-Kompositmaterial selbst ein hohes Neutronenabsorptionsvermögen aufweist und sich hervorragend bearbeiten lässt, lässt sich mit einem derartigen Korb ein vollständiger Korbkörper unter Verwendung des Kompositmaterials als Bauelement herstellen. Der Korb mit dem gitterförmigen Abschnitt zur Aufnahme eines einzelnen gebrauchten nuklearen Brennstoffbauteils kann in einer vorbestimmten Position in einem hohlen Tonnenkörper bereitgestellt werden, der mit einem Zylinderkörper zur Aufnahme und Beständigkeit gegen Druck und einem die Außenseite davon umgebenden Neutronenabschirmteil versehen und zur Aufnahme des Korbes ausgebildet ist, wobei zusätzlich ein Deckel vorgesehen ist, der an einer Öffnung im Tonnenkörper angebracht und entfernt werden kann, um das gebrauchte nukleare Brennstoffbauteil einzuführen und zu entfernen.

[0030] Durch Bereitstellung eines Korbes mit hervorragender Neutronenabsorption und der Möglichkeit zu einer kostengünstigen Herstellung lässt sich die Tonne selbst mit einer verstärkten Neutronenabschirmfunktion ausstatten und kostengünstig herstellen.

[0031] Weitere Ziele und Merkmale der Erfindung ergeben sich aus der nachstehenden Beschreibung unter Bezugnahme auf die beigefügte Zeichnung.

Kurze Beschreibung der Zeichnung

[0032] Fig. 1 ist eine partiell im Schnitt dargestellte Ansicht zur Darstellung der Struktur der Tonne gemäß der vorstehenden Definition.

[0033] Fig. 2 ist eine partielle perspektivische Explosionsansicht einer ersten Ausführungsform zur Darstellung der Struktur eines Korbes.

[0034] Fig. 3 ist eine partielle perspektivische Explosionsansicht einer zweiten Ausführungsform zur Darstellung einer Struktur eines Korbes.

[0035] Fig. 4 ist ein Diagramm zur Darstellung einer mechanischen Eigenschaft eines Al-Kompositmaterials, in dem die Beziehung zwischen einer 0,2%-Widerstandskraft (MPa) und der Temperatur (°C) für die Testproben F, G und I von Tabelle 3 dargestellt sind.

[0036] Fig. 5 ist ein Diagramm zur Darstellung einer mechanischen Eigenschaft eines Al-Kompositmaterials, das die Beziehung zwischen der Zugfestigkeit (MPa) und der Temperatur (°C) für die Testproben F, G und I von Tabelle 3 zeigt.

[0037] Fig. 6 ist ein Diagramm zur Darstellung einer mechanischen Eigenschaft eines Al-Kompositmaterials zur Darstellung des Einflusses der Zugabemenge von B bei Raumtemperatur für Kompositmaterialien auf reiner Al-Grundlage (Testproben A bis E von Tabelle 3).

[0038] Fig. 7 ist ein Diagramm zur Darstellung einer mechanischen Eigenschaft eines Al-Kompositmaterials, in dem der Einfluss der Zugabemenge von B bei Raumtemperatur für Kompositmaterialien auf Al-6Fe-Basis dargestellt ist (Testproben H bis L in Tabelle 3).

[0039] Fig. 8 ist ein Diagramm zur Darstellung einer mechanischen Eigenschaft eines Al-Verbundmaterials,

in dem der Einfluss der Zugabemenge von B bei 250°C für Kompositmaterialien auf Al-6Fe-Basis dargestellt ist (Testproben H bis L in Tabelle 3).

[0040] Fig. 9 ist ein Fließdiagramm, das ein Verfahren zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Probe aus einem Al-Kompositmaterial unter Zusatz von Zr zeigt.

[0041] Fig. 10 ist ein Diagramm zur Darstellung einer mechanischen Eigenschaft eines erfindungsgemäßen Al-Kompositmaterials, in dem der Einfluss der Zugabemenge von Zr bei Raumtemperatur dargestellt ist.

[0042] Fig. 11 ist ein Diagramm zur Darstellung einer mechanischen Eigenschaft eines erfindungsgemäßen Al-Verbundmaterials, in dem der Einfluss der Zugabemenge von Zr bei 200°C nach 100-stündigem Belassen bei 200°C dargestellt ist.

[0043] Fig. 12 ist ein Diagramm zur Darstellung der Ergebnisse der Messung des Young-Moduls eines nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Al-Kompositmaterials bei verschiedenen Temperaturen.

[0044] Fig. 13 ist ein Diagramm der Messergebnisse der elektrischen Leitfähigkeit eines nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Al-Kompositmaterials, das die Einflüsse der Zugabemenge von B und Zr für Proben im extrudierten Zustand zeigt.

[0045] Fig. 14 ist ein Diagramm der Messergebnisse der elektrischen Leitfähigkeit eines nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Al-Kompositmaterials, das die Einflüsse der Zugabemenge von B und Zr für Proben, die 100 Stunden bei 200°C belassen wurden, zeigt.

[0046] Fig. 15 ist ein Diagramm zur Darstellung zwischen der Beziehung der elektrischen Leitfähigkeit und der Wärmeleitfähigkeit für verschiedene Al-Materialien.

[0047] Fig. 16 ist eine partielle perspektivische Explosionsansicht zur Darstellung einer herkömmlichen Korbstruktur.

Beschreibung der bevorzugten Ausführungsformen

[0048] Bevorzugte Ausführungsformen eines Herstellungsverfahrens für das Aluminium-Kompositmaterial und eines Korbes und einer Tonne, die unter Verwendung dieses Materials gebildet worden sind, werden nachstehend unter Bezugnahme auf die beigefügte Zeichnung erläutert.

[0049] Das Aluminium-Kompositmaterial enthält in einer Grundphase aus Al oder einer Al-Legierung B oder eine B-Verbindung mit Neutronenabsorptionsvermögen und ein zusätzliches Element zur Erzielung einer hochfesten Beschaffenheit. Das Material ist unter Druck gesintert. Der Anteil an B oder der B-Verbindung, angegeben als Anteil an B, beträgt 1,5 bis 9 Gew.-% und vorzugsweise 2 Gew.-% oder mehr und 5 Gew.-% oder weniger.

[0050] Ferner kann es sich beim zusätzlichen Element zur Erzielung der hochfesten Beschaffenheit um Zr handeln. Dabei beträgt der Anteil an Zr 0,2 bis 2,0 Gew.-% und insbesondere 0,5 Gew.-% oder mehr und 0,8 Gew.-% oder weniger. Alternativ kann es sich beim zusätzlichen Element zur Erzielung der hochfesten Beschaffenheit um Ti handeln. In diesem Fall beträgt der Ti-Gehalt 0,2 bis 4,0 Gew.-%. Es ist darauf hinzuweisen, dass auch die beiden Bestandteile Zr und Ti zugesetzt werden können.

[0051] Ein derartiges Aluminium-Kompositmaterial weist eine hohe Zugabemenge an B oder einer B-Verbindung auf und besitzt daher ein hervorragendes Neutronenabsorptionsvermögen. Da es ferner hervorragende mechanische Eigenschaften aufweist, z. B. Zugeigenschaften und zwar aufgrund eines zusätzlichen Elements, wie Zr oder Ti, ergibt sich eine gute Bearbeitbarkeit. Dieses Aluminium-Kompositmaterial kann somit beispielsweise als Bauteil für Atomenergieanlagen verwendet werden.

[0052] Bei der Herstellung des vorstehend erwähnten Aluminium-Kompositmaterials werden ein Al-Pulver oder ein Al-Legierungspulver, die durch ein Quenchverfestigungsverfahren, z. B. ein Zerstäubungsverfahren, hergestellt worden sind, B oder eine B-Verbindung mit Neutronenabsorptionsvermögen und ein Pulver eines zusätzlichen Elements (beispielsweise Zr und/oder Ti) zur Erzielung einer hochfesten Beschaffenheit miteinander vermischt und unter Druck gesintert.

[0053] Die Zugabemenge an B liegt im Bereich von 1,5 Gew.-% oder mehr bis 9 Gew.-% oder weniger, wobei sie vorzugsweise 2 Gew.-% oder mehr bis 5 Gew.-% oder weniger beträgt. Sofern nur Zr allein zugesetzt wird, liegt dessen Zugabemenge im Bereich von 0,2 Gew.-% oder mehr bis 2,0 Gew.-% oder weniger und vorzugsweise im Bereich von 0,5 Gew.-% oder mehr bis 0,8 Gew.-% oder weniger. Wenn nur Ti zugesetzt wird, liegt die Zugabemenge im Bereich von 0,2 Gew.-% oder mehr bis 4,0 Gew.-% oder weniger. Es können auch die beiden Bestandteile Zr und Ti zugesetzt werden.

[0054] Bei dem als Grundlage zu verwendenden Al-Pulver oder Al-Legierungspulver kann es sich beispielsweise um beliebige reine Aluminium-Ausgangsmaterialien (JIS 1xxx-Reihe), Al-Cu-Aluminiumlegierungen (JIS 2xxx-Reihe), Al-Mg-Legierungen (JIS 5xxx-Reihe), Al-Mg-Si-Aluminiumlegierungen (JIS 6xxx-Reihe), Al-Zn-Mg-Aluminiumlegierungen (JIS 7xxx-Reihe) und Al-Fe-Aluminiumlegierungen (FE-Gehalt 1–10 Gew.-%) sowie um Al-Mn-Aluminiumlegierungen (JIS 3xxx-Reihe) handeln, wobei eine Auswahl unter diesen Materialien je nach den erforderlichen Eigenschaften, wie Festigkeit, Duktilität, Bearbeitbarkeit und Wärmebeständigkeit ohne spezielle Beschränkungen getroffen werden kann.

[0055] Als Al oder Al-Legierung wird ein Quenchverfestigungspulver mit gleichmäßiger feiner Struktur verwendet. Als ein Quenchverfestigungsverfahren zum Erhalt des Quenchverfestigungspulvers können bekannte Verfahren, wie ein Einzelwalzenverfahren, ein Doppelwalzenverfahren und ein Zerstäubungsverfahren, z. B. eine Luftzerstäubung oder eine Gaszerstäubung, herangezogen werden. Ein durch ein derartiges Quenchverfestigungsverfahren erhaltenes Al-Legierungspulver kann beispielsweise einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser innerhalb von 5 bis 150 µm aufweisen.

[0056] Dies ist darauf zurückzuführen, dass in einem Bereich des durchschnittlichen Teilchendurchmessers unter 5 µm die Teilchen sehr fein sind und zur Aggregation neigen und schließlich große Klumpen von Teilchen bilden. Ferner ist dies auf eine Beschränkung auf die Herstellung durch Zerstäubung zurückzuführen. (Die Notwendigkeit zur Abtrennung von feinem Pulver führt zu einer erheblichen Verschlechterung der Ausbeute bei der Pulverherstellung und zu einer sofortigen Kostensteigerung.) Ein Bereich des durchschnittlichen Teilchendurchmessers von mehr als 150 µm ist nicht bevorzugt, was auf eine Beschränkung der Herstellung durch das Atomisierungsverfahren, z. B. auf einen Fehlschlag der Quenchverfestigung, und auf die Schwierigkeit, dass ein gleichmäßiges Vermischen mit zugesetzten feinen Teilchen schwierig wird, zurückzuführen ist. Ein besonders bevorzugter Teilchendurchmesserbereich beträgt 50–120 µm. Die Quenchgeschwindigkeit für die Quenchverfestigung beträgt mehr als 102°C/sec und vorzugsweise 103°C/sec oder mehr.

[0057] B oder die B-Verbindung, die mit dem Al-Pulver oder Al-Legierungspulver zu vermischen sind, weisen ein spezielles Merkmal insofern auf, als sie ein hohes Absorptionsvermögen für Hochgeschwindigkeitsneutronen zeigen. Erfindungsgemäß bevorzugt verwendete B-Verbindungen sind B₄C, B₂O₃ und dergl. Darunter wird B₄C besonders als ein Additivteilchen für einen Konstruktionswerkstoff in der Weise verwendet, dass sich ein hoher B-Anteil pro Einheitsmenge ergibt. Auch bei Zugabe einer geringen Menge kann sich ein hohes Neutronenabsorptionsvermögen ergeben, zusätzlich zu der Tatsache, dass der Werkstoff eine sehr hohe Härte aufweist.

[0058] Die Zugabemenge von B oder B-Verbindungen soll 1,5 Gew.-% oder mehr und 9 Gew.-% oder weniger, angegeben als B-Anteil, und vorzugsweise 2 Gew.-% oder mehr und 5 Gew.-% oder weniger betragen. Die Begründung hierfür wird nachstehend angegeben.

[0059] Unter der Annahme, dass eine Aluminiumlegierung (oder ein Aluminiumradikal-Kompositmaterial) einen Konstruktionswerkstoff in einem Atomenergiefeld darstellt oder insbesondere als Konstruktionswerkstoff eines Lager- und Transportbehälters für gebrauchten nuklearen Brennstoff verwendet wird, muss der Werkstoff notwendigerweise eine Bauteildicke im Bereich von 5 bis 30 mm oder in der Nähe davon aufweisen. Dies ist der Grund dafür, dass die Verwendung einer leichten Aluminiumlegierung keinen Sinn mehr macht, wenn die Bauteildicke diesen Bereich überschreitet und andererseits die Zuverlässigkeit eines Bauteils gewährleistet werden muss. Somit ist eine erhebliche Verringerung der Dicke schwierig, was ersichtlich ist, wenn man die Festigkeit einer üblichen Aluminiumlegierung zugrunde legt.

[0060] Mit anderen Worten, das Neutronenabschirmvermögen einer für einen derartigen Anwendungszweck einzusetzenden Aluminiumlegierung kann ausreichen, wenn es einen erforderlichen und ausreichenden Wert für die Dicke im vorerwähnten Bereich aufweist, wobei die Zugabe von B oder B₄C in einer äußerst großen Menge, wie es gemäß einigen früheren Erfindungen der Fall ist, lediglich eine verschlechterte Bearbeitbarkeit oder eine verringerte Duktilität hervorruft.

[0061] Die Erfinder der vorliegenden Anmeldung haben bei Versuchen festgestellt, dass dann, wenn übliches B_4C , das im Handel kostengünstig erhältlich ist, als B-Quelle verwendet wird, sich optimale Eigenschaften für einen angestrebten Anwendungszweck erreichen lassen, indem man lediglich eine Menge an B_4C im Bereich von 2 bis 12 Gew.-% oder, angegeben als B-Menge, im Bereich von 1,5 bis 9 Gew.-% zusetzt. Sinkt die Menge an B_4C unter diesen Bereich, so gelingt es nicht, das erforderliche Neutronenabsorptionsvermögen zu erreichen, während andererseits bei einer Zugabe, die den vorerwähnten Bereich übersteigt, nicht nur Schwierigkeiten bei der Herstellung aufgrund der Bildung von Brüchen bei der Formgebung, z. B. durch Extrudieren, auftreten, sondern auch ein Material von geringer Duktilität entsteht, weswegen sich nicht mehr die Bildung eines Konstruktionswerkstoffes mit der erforderlichen Zuverlässigkeit gewährleisten lässt.

[0062] Das zu verwendende Pulver aus B oder einer B-Verbindung kann vorzugsweise einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 1–60 μm aufweisen. Dies ist darauf zurückzuführen, dass Teilchen mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser unter 1 μm eine feine Beschaffenheit aufweisen und zur Aggregation neigen, woraus große Klumpen von Teilchen entstehen, so dass eine gleichmäßige Verteilung nicht mehr erreicht werden kann. Dies führt zu einer äußerst starken Beeinträchtigung der Ausbeute. Bei einem Durchmesser über 60 μm stellen die Teilchen an sich eine Behinderung dar, da sie nicht nur die Materialfestigkeit und die Eignung für die Extrusion verringern, sondern auch die Eignung des Materials für eine spanabhebende Bearbeitung beeinträchtigen.

[0063] Zr oder Ti, die dem Al-Pulver oder dem Al-Legierungspulver zuzusetzen sind, besitzen die Eigenschaft, dass sie dem Aluminium-Kompositmaterial eine hochfeste Beschaffenheit sowohl bei Raumtemperatur als auch in einer Hochtemperaturumgebung verleihen. Als Pulver für die Zugabe von Zr oder Ti kann man Pulver von metallischem Zr oder metallischem Ti oder Pulver von Zr- oder Ti-Verbindungen verwenden. Beispielsweise kann man Zr-Oxid als Zr-Verbindung oder Ti-Oxid als Ti-Verbindung verwenden.

[0064] Der Grund für die Zugabemenge von Zr oder Ti im vorerwähnten Bereich wird nachstehend angegeben. Zr bewirkt bei einer Zugabemenge unter 0,2 Gew.-% eine geringe Erhöhung der Festigkeit. Dagegen tritt bei einem Bereich über 2,0 Gew.-% eine Verringerung der Duktilität und der Zähigkeit auf, was dazu führt, dass die Wirkung zur Erhöhung der Festigkeit eine Sättigung erreicht. Im Fall von Ti ergibt sich im Bereich unter 0,2 Gew.-% eine unzureichende Wirkung zur Erhöhung der Festigkeit, während bei einem Anteil über 4,0 Gew.-% die sich ergebende Schwierigkeit bei der Bildung einer feinen metallischen Verbindung zu einer verstärkten Tendenz der Verringerung der Zähigkeit führt, so dass die Wirkung zur Erhöhung der Festigkeit ebenfalls eine Sättigung erreicht.

[0065] Zuzusetzendes Zr kann beispielsweise schwammartig sein, ebenso wie zuzusetzendes Ti.

[0066] Nach Vermischen des Al-Pulvers oder Al-Legierungspulvers, des Pulvers von B oder der B-Verbindung und des Pulvers von Zr oder der Zr-Verbindung (oder des Pulvers von Ti oder der Ti-Verbindung) wird das vermischte Pulver in einer Dose aus einer Al-Legierung eingeschlossen und einer Vakuumentgasung unter Erwärmen unterzogen. Wenn dieser Schritt unterbleibt, ergibt sich eine große Menge an Gas in dem einer Endbearbeitung zu unterziehenden Material, was dazu führt, dass sich die erwartete mechanische Beschaffenheit nicht erzielen lässt oder sich während der thermischen Verarbeitung eine Tendenz zu einer Oberflächenquellung ergibt. Ein angemessener Temperaturbereich für die Vakuumentgasung unter Erwärmung beträgt 350 bis 550°C. Unter der genannten Untergrenze lässt sich eine ausreichende Entgasung nicht erreichen, während bei Einwirkung von über der Obergrenze liegenden Temperaturen es bei einigen Materialien zu einer erheblichen Beeinträchtigung von Eigenschaften kommen kann.

[0067] Nach dem Entgasungsverfahren wird eine Sinterung unter Druck durchgeführt, um ein Aluminiumlegierungs-Kompositmaterial zu erhalten. Als Verfahren zum Sintern unter Druck kann man ein beliebiges der folgenden Verfahren oder eine Kombination davon heranziehen: Heißeextrusion, Heißmahlen, statische Heißwasserdruckpressung (HIP) und Heißpressung. Beim Sintern unter Druck kann man vorzugsweise die Erwärmungstemperatur auf 350 bis 550°C unter Einhaltung einer Behandlungszeit von 5 bis 10 Minuten einstellen.

[0068] Nach dem Sintern unter Druck wird gegebenenfalls eine thermische Behandlung durchgeführt. Beispielsweise wird ein T6-Verfahren gemäß JIS durchgeführt, wenn ein Al-Legierungspulver der Al-Mg-Si-Reihe als Grundlage verwendet wird, sowie dann, wenn ein Al-Legierungspulver der Al-Cu-Reihe als Grundlage verwendet wird. Wird jedoch ein Pulver aus reinem Al oder der Al-Fe-Reihe von Al-Legierungen als Grundlage verwendet, so ist keine thermische Behandlung erforderlich, da diese Fälle einem T1-Verfahren gemäß JIS entsprechen.

[0069] Durch ein derartiges Herstellungsverfahren lässt sich ein Aluminium-Kompositmaterial erhalten, das in einer Grundphase aus Al oder einer Al-Legierung eine Menge an B oder einer B-Verbindung mit Neutronenabsorptionsvermögen in einem Anteil von 1,5 Gew.-% oder mehr und von 9 Gew.-% oder weniger, angegeben als B-Menge, und eine Menge an Zr oder einer Zr-Verbindung von 0,2 Gew.-% oder mehr und 2,0 Gew.-% oder weniger, angegeben als Zr-Menge, enthält und unter Druck gesintert worden ist. Alternativ lässt sich ein Aluminium-Kompositmaterial erhalten, das anstelle von Zr eine Ti-Menge von 0,2 Gew.-% oder mehr und 4,0 Gew.-% oder weniger enthält. Es können auch Zr und Ti gemeinsam enthalten sein.

[0070] Es ist bekannt, dass B oder B-Verbindungen ein hervorragendes Absorptionsvermögen für Hochgeschwindigkeitsneutronen aufweisen. Diesbezüglich kann das Kompositmaterial gegebenenfalls eine geeignete Menge an Gd oder Gd-Verbindungen enthalten, die ein hervorragendes Absorptionsvermögen für langsame Neutronen aufweisen.

[0071] Nachstehend werden Ausführungsformen für einen erfindungsgemäßen Korb und eine erfindungsgemäße Tonne unter Bezugnahme auf die **Fig. 1** bis **3** erläutert. **Fig. 1** ist eine partiell im Schnitt dargestellte perspektivische Ansicht zur Darstellung einer Anordnung der Tonne, wobei das Bezugszeichen **10** die Tonne, **20** den Korb, **30** einen Tonnenkörper und **40** einen Deckel bezeichnen.

[0072] Die dargestellte Tonne **10** stellt einen Aufnahmebehälter dar, der insgesamt zylindrisch geformt ist. Sie umfasst als Hauptbestandteile den Korb **20** zur Aufnahme von gebrauchten nuklearen Brennstoffbauteilen (nachstehend als "nukleare Brennstoffbauteile" bezeichnet) **5** in vorbestimmten Positionen innerhalb der Tonne, den Tonnenkörper **30**, der mit einem Zylinderkörper **31** zum Aufnehmen und Standhalten gegen Druck und einem Neutronenabschirmteil **32**, der dessen Außenseite umgibt, versehen ist, und den Deckel **40**, der so ausgebildet ist, dass er an einer Öffnung **33** im Tonnenkörper **30** angebracht und von dort wieder entfernt werden kann.

[0073] Beim Tonnenkörper **30** handelt es sich um einen hohlen zylindrischen Behälter, in dem der Korb **20** installiert ist. Die Öffnung **33** ist an einem Ende vorgesehen, um die nuklearen Brennstoffbauteile **5** einzuführen und zu entnehmen.

[0074] Beim Korb **20** handelt es sich um einen Konstruktionskörper, der zur Aufnahme einer Mehrzahl von langen, stabartigen, gebrauchten nuklearen Brennstoffbauteilen **5** ausgestaltet ist. Der Korb weist gitterförmige Abschnitte auf, die in axialer Richtung des Tonnenkörpers **30** länglich ausgebildet sind, wobei jeder Korb jeweils eine Aufnahmekammer (als "Zelle" bezeichnet) **21** zur Aufnahme eines entsprechenden nuklearen Brennstoffbauteils **5** definiert.

[0075] Der Korb **20** weist ein der Öffnung **33** des Tonnenkörpers **30** zugewandtes gitterförmiges Ende auf und ist so ausgebildet, dass er die Aufnahme eines nuklearen Brennstoffbauteils **5** in einer entsprechenden Zelle **21** ermöglicht und dieses Bauteil dann, wenn der Deckel **40** entfernt worden ist, entnommen werden kann. Der Korb **20** ist aus dem vorstehend erwähnten Aluminium-Kompositmaterial gefertigt.

[0076] **Fig. 2** zeigt eine erste Ausführungsform der Bauart des Korbes **20**. Bei dieser Ausführungsform werden plattenartige Elemente **22** als Bauelemente des Korbes **20** verwendet. Sie sind als parallele Kreuze unter Bildung eines gitterförmigen Abschnitts kombiniert. Die plattenartigen Elemente **22** weisen an ihren Längsseiten jeweils Eingriffsslitze **23** auf. Benachbarte plattenförmige Elemente sind so ausgebildet, dass sie durch gegenseitigen Eingriff ihrer Slitze **23** miteinander kombiniert werden können. Dabei ist ein plattenförmiges Element **22** aus Aluminium-Kompositmaterial extrudiert, und zwar insgesamt aus einem identischen Kompositmaterial, so dass die Gesamtheit des Korbes **20** Neutronenabsorptionsvermögen besitzt.

[0077] **Fig. 3** zeigt eine zweite Ausführungsform der Bauart des Korbes **20**. Bei dieser Ausführungsform werden röhrenförmige Elemente **24** als extrudierte Formen des Aluminium-Kompositmaterials verwendet, die einen im wesentlichen rechteckigen Querschnitt aufweisen. Eine Mehrzahl der Rohre wird miteinander verbunden, wobei ihre Außenseiten miteinander in Kontakt stehen. Das Verfahren zum Verbinden der Röhrenelemente kann in geeigneter Weise unter bekannten Verfahren ausgewählt werden, z. B. durch Schweißen, Hartlöten oder Befestigung mit Schrauben oder Nieten über Verbindungselemente. Auch in diesem Fall weist der gesamte Korb **20** im wesentlichen eine neutronenabsorbierende Beschaffenheit auf. Bei Anwendung von Hartlöten als Verbindungsverfahren lassen sich in vorteilhafter Weise Deformationen vermeiden.

[0078] Der Tonnenkörper **30** besteht aus dem Zylinderkörper **31** aus Kohlenstoffstahl, rostfreiem Stahl oder dergl., um Druck aufzunehmen oder diesem standzuhalten, und dem Neutronenabschirmteil **32** aus einem

neutronenabschirmenden Material, z. B. einem Harz, das am äußeren Umfang vorgesehen ist. Der Zylinderkörper **31** dient auch zur Abschirmung von gamma-Strahlen. Der Deckel **40** zum Schließen der Öffnung **33** ist für eine Flanschverbindung mit dem Tonnenkörper **30** ausgebildet, wobei zur Befestigung gemäß bekannter Technik Bolzen und eine ausreichende Dichtung verwendet werden. In der Figur ist mit dem Bezugszeichen **11** ein Zapfen bezeichnet, den man beim Anheben der Tonne **10** zu deren Entfernung einhakt.

[0079] Gemäß den beschriebenen Ausführungsformen lässt sich ein Aluminium-Kompositmaterial mit hervorragendem Neutronenabsorptionsvermögen sowie hervorragenden mechanischen Eigenschaften und guter Bearbeitbarkeit als Konstruktionswerkstoff verwenden. Dieses Material wird nach Sintern unter Druck gegebenenfalls thermisch bearbeitet und anschließend durch Extrusion geformt, wodurch man ein Konstruktionselement der angestrebten Konfiguration erhält, z. B. das vorerwähnte plattenförmige Element **22** oder das Röhrenelement **24**. Anschließend wird der Korb **20** mit derartigen plattenförmigen Elementen **22** oder Röhrenelementen **24** hergestellt, ohne dass die herkömmliche Maßnahme der Befestigung eines neutronenabsorbierenden Materials auf einem Grundmaterial erforderlich ist. Dadurch erreicht man eine erhebliche Verringerung an Mannstunden. Da ferner der Korb **20** aus strukturell identischen Elementen gefertigt wird, lassen sich Schwierigkeiten beseitigen, z. B. Schritte, die ansonsten in einer Zelle **21** aufgrund von Konstruktionsteilen ausgeführt werden müssen, oder ein Abblättern von neutronenabsorbierenden Teilen.

[0080] Nachstehend finden sich konkrete experimentelle Beispiele. Zunächst wurde ein Experiment mit einem Aluminium-Kompositmaterial durchgeführt, das in einer Grundphase aus Al oder einer Al-Legierung B oder eine B-Verbindung mit Neutronenabsorptionsvermögen (ohne Zusatz von Zr oder Ti) enthält. Bei diesem Experiment wurde ein Kompositmaterial aus Al-B₄C-Teilchen durch ein pulvermetallurgisches Verfahren hergestellt. Die mechanischen Eigenschaften des Materials wurden geprüft.

Verwendete Materialien

[0081] (1) Als Aluminium- oder Aluminiumlegierungspulver zur Bildung einer Grundlage wurden die folgenden vier Arten verwendet.

[0082] Ein Grundlagenpulver mit einem Durchmesser von 250 µm oder weniger wurde erhalten. Dieses Pulver wurde für die Verwendung zu verschiedenen Teilchengrößen klassiert (nachstehend als "reines Al" bezeichnet).

[0083] Durch ein N₂-Gaszerstäubungsverfahren wurde ein Grundlagenpulver unter Verwendung einer Al-Legierung aus g-0,25 Cr (JIS 6061) erhalten. Dieses Pulver wurde zur Verwendung auf eine Teilchengröße unter 150 µm (durchschnittlich 95 µm) klassiert (nachstehend als "60601Al (Al-Mg-Si-Reihe)" bezeichnet).

[0084] Durch ein N₂-Gaszerstäubungsverfahren wurde ein Grundlagenpulver unter Verwendung einer Al-Legierung aus i-0,1 V-018Zr (JIS 2219) erhalten. Dieses Pulver wurde zur Verwendung auf eine Teilchengröße unter 150 µm (durchschnittlich 95 µm) klassiert (nachstehend als "2219Al (Al-Cu-Reihe)" bezeichnet).

[0085] Durch ein N₂-Gaszerstäubungsverfahren wurde ein Grundlagenpulver unter Verwendung einer Al-Legierung der Fe-Reihe erhalten. Dieses Pulver wurde zur Verwendung auf eine Teilchengröße unter 150 µm (durchschnittlich 95 µm) klassiert (nachstehend als "Fe-Reihe-Al" bezeichnet).

[0086] (2) Als zusätzliche Teilchen wurde handelsübliches B₄C verwendet. Die extrahierten Spezifikationen hierfür sind in den Tabellen 1 und 2 aufgeführt.

Tabelle 1

Spezifikationen für Zusatzteilchen (extrahiert)

B (Gew.-%)	76
C (Gew.-%)	22
Fe (Gew.-%)	0,1
Durchschnittlicher Teilchendurchmesser (μm)	23
Akkumulierter 90 %-Teilchendurchmesser (μm)	44,93
Akkumulierter 95 %-Teilchendurchmesser (μm)	<60

Tabelle 2

	Bezeichnung (Art)	Durchschnittlicher Teilchendurchmesser
(1)	Für die Metallzugabe	23 μm
(2)	Für die Metallzugabe	0,8 μm
(3)	#800 für das Polieren	9 μm
(4)	#280 für das Polieren	59 μm
(5)	#250 für das Polieren	72 μm

Beispiel 1

Verwendete Pulver

[0087] Es wurden reines Al-Pulver (durchschnittlich 118 μm , klassiert auf 250 μm oder weniger und 6061Al, 2219Al und Fe-Reihe-Al-Pulver, klassiert auf 150 μm oder weniger, verwendet. Als zusätzliche Teilchen wurden B_4C -Teilchen für die Metallzugabe mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 23 μm verwendet.

Herstellung der Probe

(1) Herstellung eines Blocks

[0088] In einem ersten Schritt wurden unter Verwendung eines Querrotationsmischers das vorerwähnte Pulver und die Zusatzteilchen 10 bis 15 Minuten vermischt. Bei diesem Experiment wurden 12 Arten von Proben hergestellt, indem man die Grundlagen und die Zugabemengen an B (angegeben als Wert unter Berechnung des gewichtsprozentualen Anteils von B) gemäß der Aufstellung in Tabelle 3 kombinierte.

Tabelle 3

Probe	Pulvergemisch		Thermische Bearbeitung
	Grundlage	B ₄ C-Zugabemenge (umgerechnet in B- Menge, %)	
A	reines Al	0	nein (T1)
B	reines Al	2,3	nein (T1)
C	reines Al	4,7	nein (T1)
D	reines Al	9,0	nein (T1)
E	reines Al	11,3	nein (T1)
F	6061 Al	2,3	ja (T6)
G	2219 Al	2,3	ja (T6)
H	Fe-Reihe-Al	0	nein (T1)
I	Fe-Reihe-Al	2,3	nein (T1)
J	Fe-Reihe-Al	4,7	nein (T1)
K	Fe-Reihe-Al	9,0	nein (T1)
L	Fe-Reihe-Al	11,3	nein (T1)

[0089] Als zweite Stufe wurde zum Eindosen das Gemisch aus dem Grundlagenpulver und den zusätzlichen Teilchen in einer Dose verschlossen. Die Spezifikationen für die Dose sind nachstehend angegeben.

[0090] Material: JIS 6063 (nahtloses Rohr aus einer Aluminiumlegierung mit einer vollständig angeschweißten Bodenplatte aus identischem Material)

Durchmesser: 90 mm

Länge: 300 mm

Dosendicke 2 mm

[0091] Als dritte Stufe wurde eine Vakuumentgasung unter Erwärmen durchgeführt. Bei dieser Stufe wurde das eingedoste Pulvergemisch auf 480°C erwärmt. Das Doseninnere wurde auf ein Vakuum von 1 Torr oder weniger evakuiert. Dieses Vakuum wurde 2 Stunden aufrechterhalten. Durch diese Entgasung wurden Gasbestandteile und Feuchtigkeit, die an den Pulveroberflächen in der Dose adsorbiert waren, entfernt. Dadurch war das zu extrudierende Material fertiggestellt (nachstehend als "Block" bezeichnet).

(2) Extrusion

[0092] Bei dieser Stufe wurde ein nach dem vorstehenden Verfahren hergestellter Block unter Verwendung eines 500-Tonnen-Extruders heiß extrudiert. Die Temperatur betrug in diesem Fall 430°C. Mit einem Extrusionsverhältnis von etwa 12 wurde eine flache extrudierte Form auf die folgende Weise hergestellt.

[0093] Die Extrusionszeit für Formgebung durch Extrusion betrug 430 Sekunden.

[0094] Extrudierte Form (Querschnitt)

Breite: 48 mm

Dicke: 12 mm

(3) Thermisches Verfahren (T6-Verfahren)

[0095] Bei diesem Verfahren wurde nach der Formgebung durch Extrusion ein thermisches Verfahren nur für

die Proben F und G in Tabelle 3 durchgeführt. Beim thermischen Verfahren für die Probe F wurde zur Herstellung einer festen Lösung eine 2-stündige Behandlung bei 530°C durchgeführt. Daran schlossen sich ein Abkühlvorgang mit Wasser, ein 8-stündiger Vergütungsvorgang bei 175°C und ein Abkühlvorgang an der Luft an. Beim thermischen Verfahren für die Probe G wurde zur Herstellung einer festen Lösung eine 2-stündige Behandlung bei 530°C durchgeführt. Daran schlossen sich ein Abkühlvorgang mit Wasser, eine 26-stündige Vergütung bei 190°C und ein Abkühlvorgang an der Luft an. Durch dieses thermische Verfahren wurde die Probenherstellung beendet. Für die übrigen Proben folgte nach der Heißextrusion eine natürliche Vergütung, so dass ein T1-Verfahren vorgenommen wurde.

Bewertung

[0096] Die durch die vorstehenden Schritte hergestellten Proben A bis L wurden auf folgende Weise bewertet. Für die Proben F und G wurden T6-Materialien, die dem vorerwähnten thermischen Verfahren unterzogen worden waren, zur Bewertung herangezogen. Für die übrigen Proben (A bis E, H bis L) wurden T1-Materialien ohne thermische Behandlung für die Bewertung herangezogen.

(1) Mikroskopische Betrachtung der Struktur

[0097] Diese Prüfung wurde für sämtliche Proben A bis L in einem zentralen Teil des extrudierten Materials an einem L-Schnitt (parallel zur Extrusionsrichtung) und einem T-Schnitt (senkrecht zur Extrusionsrichtung) durchgeführt. Die Ergebnisse bestätigten, dass sämtliche Proben eine Struktur aufwiesen, bei der B₄C-Teilchen gleichmäßig fein in einer Matrix aus einer Aluminiumlegierung verteilt waren.

(2) Zugtest

[0098] Dieser Zugtest wurde unter zwei Temperaturbedingungen durchgeführt, nämlich bei Raumtemperatur und bei 250°C. Der Zugtest bei Raumtemperatur wurde an sämtlichen Proben A bis L unter Verwendung von n Prüfkörpern (n = 2) durchgeführt, wobei die beiden Werte gemittelt wurden. Der Zugtest bei 250°C wurde an 8 Proben unter Ausschluss der Proben A und C bis E, an zwei Prüfkörpern (n = 2) durchgeführt. Die beiden Werte wurden gemittelt. Bei jedem Zugtest wurde ein Prüfkörper in Form eines Rundstabes, der einen parallelen Teil aufwies, mit einem Durchmesser von 6 mm herangezogen. Für den Zugtest bei 250°C wurde der Prüfkörper vor Durchführung des Tests 10 Stunden bei 250°C belassen.

[0099] Die Ergebnisse dieses Tests sind in Tabelle 4 aufgeführt.

Tabelle 4

Temperatur	Probe	Thermisches Verfahren	0,2 %-Widerstandskraft (MPa)	Zugfestigkeit (MPa)	Reißdehnung (%)
Raumtemperatur	A	T1	56	105	40
	B	T1	62	112	39
	C	T1	64	114	33
	D	T1	70	117	22
	E	T1	80	110	8
	F	T6	278	307	49
	G	T6	291	426	27
	H	T1	165	262	60
	I	T1	175	271	21
	J	T1	184	270	18
	K	T1	199	281	13
	L	T1	206	267	5
250 °C (nach 100- stündigem Belassen)	B	T1	32	48	36
	F	T6	74	98	23
	G	T6	134	185	13
	H	T1	96	143	23
	I	T1	107	149	20
	J	T1	107	153	12
	K	T1	112	160	12
	L	T1	115	150	10

[0100] Die Versuchsergebnisse von Tabelle 4 zeigen, dass die 0,2 %-Widerstandskraft bei Raumtemperatur im Bereich von 56 MPa (Probe A) bis 291 MPa (Probe G) und bei der hohen Temperatur von 250°C im Bereich von 32 MPa (Probe B) bis 134 MPa (Probe G) liegt.

[0101] Die Zugfestigkeit liegt bei Raumtemperatur im Bereich von 105 MPa (Probe A) bis 426 MPa (Probe G) und bei der hohen Temperatur von 250°C im Bereich von 48 MPa (Probe B) bis 185 MPa (Probe G). Es ist ersichtlich, dass sich die Prüfkörper sowohl bei der hohen Temperatur als auch bei Raumtemperatur in Bezug auf die Zugfestigkeit besser verhalten als Boral, das bei Raumtemperatur einen Wert von 41 MPa aufweist (vergl. Tabelle 5).

[0102] Ferner liegt bei Raumtemperatur die Reißdehnung im Bereich von 5% (Probe L) bis 60% (Probe H) und bei der hohen Temperatur von 250°C im Bereich von 10% (Probe L) bis 36 (Probe B), wobei bei beiden Temperaturen die Dehnung günstiger ist als bei Boral, das einen Wert von 1,2 aufweist (vergl. Tabelle 5).

[0103] Die Fig. 4 und 5 sind Diagramme zur Darstellung des Einflusses der Temperatur auf die Zugeigenschaften, wobei in beiden Fällen die Werte der Testergebnisse für die Proben F, G und I (jeweils ein B-Anteil von 2,3 Gew.-%) von Tabelle 4 dargestellt sind. Aus den Diagrammen ist ersichtlich, dass die Probe G die höchsten Werte sowohl für die 0,2 %-Widerstandskraft als auch für die Zugfestigkeit ergibt, wobei das Material jedoch gegenüber den Einflüssen eines Temperaturanstiegs empfindlich ist, da die Steigung relativ groß ist.

[0104] Die Probe I zeigt unter den drei Proben die geringsten Werte sowohl für die 0,2%-Widerstandskraft als auch für die Zugfestigkeit, wobei aber die temperaturbedingte Steigung am geringsten ist. Bei der hohen Tem-

peratur von 250°C ergibt sich daher eine umgekehrte Lage im Vergleich zur Probe F, was zeigt, dass die Probe I unter den drei Proben den geringsten Temperatureffekt zeigt. Die Probe F weist eine erhöhte Steigung, insbesondere bezüglich der 0,2%-Widerstandskraft, auf, was bedeutet, dass sie gegenüber den Einflüssen eines Temperaturanstiegs empfindlich ist.

[0105] Die Fig. 6 bis 8 sind Diagramme zur Darstellung des Einflusses der Zugabemenge an B (Gew.-%) auf die Ergebnisse des Zugtests. In Fig. 6 sind die Werte (vergl. Tabelle 4) der 0,2%-Widerstandskraft (MPa), der Zugfestigkeit (MPa) und der Reißdehnung (%) für die Proben A bis E aus einer reinen Al-Grundlage aufgeführt, wobei es sich um einen Zustand bei Raumtemperatur handelt. Aus diesem Diagramm ist ersichtlich, dass mit steigender Zugabemenge an B die durch die punktierte Linie dargestellte 0,2%-Widerstandskraft (MPa) und die durch die durchgezogenen Linien dargestellte Zugfestigkeit (MPa) größer werden und dagegen die durch die gestrichelten Linien dargestellte Reißdehnung (%) kleiner wird.

[0106] In Fig. 7 sind die Werte (Tabelle 4) der 0,2%-Widerstandskraft (MPa), der Zugfestigkeit (MPa) und der Reißdehnung (%) für die Proben H bis L auf der Grundlage von Fe-Reihe-Al (Al-6Fe) aufgetragen, wobei die Werte sich auf den Zustand bei Raumtemperatur beziehen. Aus diesem Diagramm ist ersichtlich, dass mit steigender Zugabemenge an B die durch die punktierten Linien wiedergegebene 0,2%-Widerstandskraft (MPa) und die durch die ausgezogenen Linien wiedergegebene Zugfestigkeit (MPa) größer werden, ähnlich wie in Fig. 6. Wenn jedoch 2,3 Gew.-% B zugegeben werden, so sinkt die durch die gestrichelten Linien angegebene Reißdehnung (%) im Vergleich zu einem Zustand ohne Zugabe plötzlich ab, während bei einer Erhöhung der Zugabemenge an B von 2,3 Gew.-% auf 4,7 Gew.-% die damit verbundene Verringerung auf einem kleinen Wert gehalten wird.

[0107] In Fig. 8 sind die Werte (vergl. Tabelle 4) der 0,2%-Widerstandskraft (MPa), der Zugfestigkeit (MPa) und der Reißdehnung (%) für die Proben H bis L auf der Grundlage von Fe-Reihe-Al (Al-6Fe) aufgetragen, ähnlich wie in Fig. 7, wobei es sich bei den Temperaturbedingungen um eine heiße Raumtemperatur von 250°C handelt. Aus dem Diagramm ist ersichtlich, dass mit steigender Zugabemenge an B die durch punktierte Linien dargestellte 0,2%-Widerstandskraft (MPa) und die durch ausgezogene Linien dargestellte Zugfestigkeit (MPa) größer werden, ähnlich wie in den Fig. 6 und 7. Was die durch gestrichelte Linien dargestellte Reißdehnung (%) betrifft, ist zwar die in Fig. 7 auftretende Erscheinung eines plötzlichen Abfalls durch eine Zugabe von B in einer Menge von 2,3 Gew.-% im Vergleich zum zugabefreien Zustand beseitigt und es ergibt sich insgesamt ein niedriger Wert, wobei aber die Tendenz besteht, dass der Wert in mäßiger Weise absinkt, ähnlich wie in Fig. 6, wenn die Menge an B erhöht wird.

[0108] Aus den vorstehenden drei Diagrammen (Fig. 6 bis 8) lässt sich eine unabhängig von der Matrixstruktur bestehende allgemeine Tendenz bestätigen, dass bei einer Zugabemenge von B₄C-Teilchen von mehr als 9% (umgerechnet in B) die Reißdehnung plötzlich abfällt, während die 0,2%-Widerstandskraft praktisch frei von einem Anstieg ist, wobei gleichzeitig damit auch die Zugfestigkeit sinkt. Obgleich die jeweiligen Materialien stärkere Dehnungen als Boral (vergl. Tabelle 5) aufweisen, so ist unter der Annahme einer praxisgerechten Verwendung als Baumaterial für einen Reaktor oder für einen Behälter für gebrauchten nuklearen Brennstoff eine Dehnung von 10% oder mehr bei Raumtemperatur der in Hinsicht auf die Zuverlässigkeit niedrigste notwendige Wert. Es kann der Schluss gezogen werden, dass, um dies zu erreichen, die Zugabemenge an B₄C 9% oder weniger, umgerechnet in B, betragen soll.

[0109] Obgleich derartige geringe Mengen an B keine Schwierigkeiten in Bezug auf Festigkeit und Duktilität verursachen, soll die Untergrenze der Zugabemenge naturgemäß auf der Grundlage des erforderlichen Neutronenabsorptionsvermögens festgelegt werden. Dieser Wert, beträgt wie vorstehend ausgeführt, 1,5 Gew.-%, umgerechnet in B.

[0110] Unter den Testergebnissen von Tabelle 4 werden für sechs Arten von Proben B, C, F, G und J (jeweils eine Menge von B von 2,3 Gew.-% oder 4,7 Gew.-%) die B-Mengen (Gew.-%), Zugfestigkeit (MPa) und Dehnung (%) entnommen und in der nachstehenden Tabelle 5 zum Vergleich mit den Werten von herkömmlichen Gegenständen, die unter Verwendung eines Auflösungsverfahrens hergestellt worden sind, aufgeführt. Die in Tabelle 5 aufgeführten Werte für die Zugfestigkeit und die Dehnung beziehen sich auf Raumtemperatur.

Tabelle 5

Material		Menge an B (Gew.-%)	Zugfestigkeit (MPa)	Dehnung (%)
Komposit- material	Reines Al-Kompositmaterial (B)	2,3	112	39
	Reines Al-Kompositmaterial (C)	4,7	114	33
	Al-Mg-Si-Reihe- Kompositmaterial (F)	2,3	307	49
	Al-Cu-Reihe- Kompositmaterial (G)	2,3	429	27
	Al-Fe-Reihe- Kompositmaterial (I)	2,3	271	21
	Al-Fe-Reihe- Kompositmaterial (J)	4,7	270	18
	Herkömm- liche Gegen- stände	Al-Mg-Reihe-Legierung	0,9	245
Al-Mg-Si-Reihe-Legierung		0,9	270	12
Al-Zn-Mg-Reihe-Legierung		0,9	500	11
Al-Cu-Reihe-Legierung		0,9	370	15
Al-Mn-Reihe-Legierung		0,9	150	11
Boral		27,3	41	1,2

[0111] Zunächst ist aus einem Vergleich der Zugabemenge an B ersichtlich, dass ein nach dem vorerwähnten Herstellungsverfahren hergestelltes Aluminium-Kompositmaterial, bei dem die Zugabemenge 2,3 oder 4,7 Gew.-% beträgt, mit größerer Zugabemenge an B ein um einen entsprechenden Faktor höheres Neutronenabsorptionsvermögen zeigt als entsprechende Al-Legierungen mit einer Zugabemenge von 0,9 Gew.-%. Obgleich bei Boral die Zugabemenge an B mit einem Wert von 27,3 Gew.-% sehr hoch ist, ist ersichtlich, dass dieses Material eine schlechte Bearbeitbarkeit aufweist, da dessen Zugfestigkeit und Dehnung äußerst gering sind, wie nachstehend ausgeführt wird.

[0112] Ferner ist bei einem Vergleich der Zugfestigkeit ersichtlich, dass bei Aluminium-Kompositmaterialien das Kompositmaterial mit reinem Al (Probe B) mit einem B-Anteil von 2,3 Gew.-% den niedrigsten Wert von 112 MPa aufweist, und dass bei herkömmlichen Gegenständen eine Al-Mn-Reihe-Legierung den niedrigsten Wert von 150 MPa besitzt. Jedoch weist die Probe B eine im Vergleich zum herkömmlichen Gegenstand höhere Zugabemenge an B und ein besseres Neutronenabsorptionsvermögen auf. Da die Dehnung ebenfalls einen wesentlichen höheren Wert im Vergleich zu maximal 20 bei herkömmlichen Gegenständen aufweist, sollte das Material auch im Hinblick auf die Bearbeitbarkeit für die Praxis gut geeignet sein. Insbesondere ist aus einem Vergleich mit Boral ersichtlich, dass sich aufgrund der äußerst hohen Zugfestigkeit und Dehnungseigenschaften eine hervorragende Bearbeitbarkeit ergibt.

[0113] Wenn die Grundlage auf eine Al-Legierung beschränkt ist, weist ein Kompositmaterial der Al-Fe-Reihe (Probe J) mit einer B-Menge von 4,7 Gew.-% den geringsten Wert der Zugfestigkeit auf, nämlich 270 MPa.

[0114] Unter den Aluminium-Kompositmaterialien weist das Kompositmaterial der Al-Cu-Reihe (Probe G) mit einem B-Anteil von 2,3 Gew.-% die höchste Zugfestigkeit auf, nämlich einen Wert von 429 MPa. In dieser Hinsicht weist von den herkömmlichen Gegenständen eine Legierung der Al-Zn-Mg-Reihe die beste Zugfestigkeit auf, nämlich 500 MPa, während in diesem Fall die Dehnung nur 11% beträgt, was unter dem niedrigsten Wert

von 18% unter den Aluminium-Kompositmaterialien von Tabelle 5 liegt. Diese Tendenz, d. h. eine Tendenz, dass die Dehnung im Vergleich zur Zugfestigkeit nieder ist (11 bis 20%) ist den herkömmlichen Aluminiumlegierungen mit B-Zusatz gemeinsam. Berücksichtigt man auch den B-Anteil, so kann der Schluss gezogen werden, dass sie durchweg niedrigere Dehnungswerte im Vergleich zu Aluminium-Kompositmaterialien (18–49%) aufweisen.

[0115] Nachstehend wird auf der Grundlage der Tabelle 5 ein Vergleich zwischen einem Aluminium-Kompositmaterial und einer Aluminiumlegierung (herkömmlicher Gegenstand) der identischen Reihe angestellt. Zunächst ergibt sich bei einem Vergleich zwischen dem Kompositmaterial der Al-Mg-Si-Reihe (Probe F) und einer Legierung der Al-Mg-Si-Reihe, dass das Kompositmaterial bei sämtlichen Werten der B-Menge bessere Werte in Bezug auf Zugfestigkeit und Dehnung aufweist. Dies bedeutet, dass die B-Menge 2,3 Gew.-% im Vergleich zu 0,9 Gew.-%, die Zugfestigkeit 307 MPa im Vergleich zu 270 MPa und die Dehnung 49% im Vergleich zu 12% betragen, wobei die Werte für das Kompositmaterial jeweils höher sind.

[0116] Ferner weist bei einem Vergleich zwischen dem Kompositmaterial der Al-Cu-Reihe (Probe G) und der Al-Cu-Legierung das Kompositmaterial bei jeder beliebigen B-Menge günstigere Werte für die Zugfestigkeit und die Dehnung auf. Bei einer B-Menge von 2,3 Gew.-% betragen nämlich die Zugfestigkeit 429 MPa und für die Dehnung 27%, verglichen mit Werten von 370 MPa und 15% bei einer Menge von 0,9 Gew.-%, d. h. die Werte sind für das Kompositmaterial jeweils höher.

[0117] Ferner können Aluminium-Kompositmaterialien eine höhere Zugabemenge an B aufweisen und erweisen sich außerdem in Bezug auf Zugeigenschaften, wie Zugfestigkeit und Dehnung, als hervorragend, so dass sich eine gute Bearbeitbarkeit erreichen lässt. Berücksichtigt man insbesondere die Verwendung als Baumaterial, z. B. für einen Transport- oder Lagerbehälter für gebrauchte nukleare Brennstoffe, so ist es bevorzugt, dass das Material bei 250°C hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften eine Zugfestigkeit von 98 MPa und eine Dehnung von 10% oder mehr aufweist, wobei es sich im wesentlichen aus den bei 250°C erhaltenen Testergebnissen bestätigen lässt, dass diese Werte unter Verwendung von Aluminium-Legierungspulvern, die von einem reinem Al-Pulver abweichen, als Grundlage erhalten lassen.

Beispiel 2

Pulverklassierung

[0118] Pulver der JIS 6N01-Struktur, die durch Luftzerstäubung hergestellt worden waren, wurden mit Sieben verschiedener Größen klassiert. Die verwendeten Siebgrößen und die durchschnittlichen "Minus-Sieb"-Teilchendurchmesser sowie die Ausbeuten der Klassierung in den jeweiligen Fällen sind in Tabelle 6 aufgeführt.

Tabelle 6

Siebgröße (µm)	Durchschnittlicher Teilchendurchmesser unter dem Sieb (µm)	Klassierungsausbeute (%)
355	162	99
250	140	88
180	120	60
105	52	21
45	21	5
32	5	3

[0119] Es lässt sich bestätigen, dass die Klassierungsausbeute durch Verringerung der Siebgröße plötzlich abfällt, obgleich die Teilchengrößenverteilung je nach den Legierungsstrukturen und den Zerstäubungsbedingungen etwas variiert. Unter Annahme der Verwendung im großtechnischen Maßstab ist der Schluss zu ziehen, dass Pulver mit einer Größe von 45 µm oder darunter, eine einstellige Ausbeute ergeben, was unzweckmäßig ist.

Herstellung der Probe

[0120] 6N01-Pulver mit den in Tabelle 6 angegebenen Teilchengrößen und fünf Arten von B_4C -Teilchen gemäß Tabelle 2 wurden gemäß den Angaben in Tabelle 7 vereinigt. Die B_4C -Zugabemengen betragen jeweils 3 Gew.-% (bei Umrechnung in B 2,3 Gew.-%) und die Mischzeit betrug 10 bis 15 Minuten, wie bei der Ausführungsform 1. Das Pulver wurde nach Beendigung des Mischvorgangs entsprechend den Verfahren der Ausführungsform 1 durch Eindosen, Vakuumentgasen unter Erwärmen und Extrudieren verarbeitet. Man erhielt ein extrudiertes Bauteil mit einer Querschnittform von 98 mm × 12 mm. Es wurde kein thermisches Verfahren durchgeführt.

Tabelle 7

Nr.	Durchschnittlicher Teilchendurchmesser des verwendeten 6N01-Pulvers (μm)	Durchschnittlicher Teilchendurchmesser des verwendeten B_4C (μm)
1	5	9
2	5	23
3	5	59
4	21	9
5	21	23
6	21	59
7	100	9
8	100	23
9	100	59
10	149	9
11	149	23
12	149	59
13	5	0,8
14	5	72
15	149	0,8
16	149	72
17	162	9
18	162	59

Auswertung

(1) Mikroskopische Strukturbetrachtung

[0121] Am Kopf, am Mittelteil und am Schwanz jedes extrudierten Elements wurden die zentralen Schnittteile und peripheren Teile (insgesamt 6 Punkte) jeweils einer Bildanalyse der mikroskopischen Struktur eines L-Schnittes (parallel zur Extrusionsrichtung) und einer Prüfung der B_4C -Teilchen, und zwar auf Anwesenheit oder Abwesenheit von lokalen Aggregationen und der Gleichmäßigkeit ihrer Gesamtverteilung, unterzogen.

[0122] Insbesondere wurden an den entsprechenden Betrachtungspunkten jeweils 5 Gesichtsfelder (ein Gesichtsfeld beträgt 1 mm × 1 mm) einer Flächenverhältnismessung von B_4C -Teilchen unterzogen (da B_4C ein spezifisches Gewicht von etwa 2,51 aufweist, lässt sich unter Annahme des Wertes für das spezifische Gewicht von Al zu 2,7 der gewichtsprozentuale Anteil von B_4C in der Al-Legierung grob folgendermaßen berechnen: volumenprozentualer Anteil × 2,51/2,7. Ferner lässt sich annehmen, dass das Flächenverhältnis von B_4C im Schnitt wesentlich dem volumenprozentualen Anteil entspricht. Demzufolge wurde ein Standardwert des

B₄C-Flächenverhältnisses gemäß folgender Beziehung angenommen: $3\% \times 2,7/2,51 = 2,8\%$).

[0123] Ferner wurde eine Beurteilung auf "vorhandene Aggregationen" durchgeführt, wenn das B₄C-Flächenverhältnis in einem einzelnen Gesichtsfeld den Standardwert auch nur an einem einzigen Punkt um den Faktor 2 (d. h. 5,6%) übersteigt, sowie für die "ungleichmäßige Verteilung", wenn der Mittelwert der Flächenverhältnisse der fünf Gesichtsfelder in jeder Position vom Standardwert um $\pm 0,5\%$ abweicht (d. h. ein Bereich von 2,3 bis 3,3%). Die Ergebnisse sind in Tabelle 8 aufgelistet.

Tabelle 8

Nr.	Durchschnittlicher Teilchendurchmesser des verwendeten 6N01-Pulvers (μm)	Durchschnittlicher Teilchendurchmesser des verwendeten B ₄ C (μm)	Beurteilung der B ₄ C-Verteilung	
			Aggregation	Gleichmäßigkeit
1	5	9	nein	gleichmäßig
2	5	23	nein	gleichmäßig
3	5	59	nein	gleichmäßig
4	21	9	nein	gleichmäßig
5	21	23	nein	gleichmäßig
6	21	59	nein	gleichmäßig
7	100	9	nein	gleichmäßig
8	100	23	nein	gleichmäßig
9	100	59	nein	gleichmäßig
10	149	9	nein	gleichmäßig
11	149	23	nein	gleichmäßig
12	149	59	nein	gleichmäßig
13	5	0,8	ja	gleichmäßig
14	5	72	nein	ungleichmäßig
15	149	0,8	ja	gleichmäßig
16	149	72	nein	gleichmäßig
17	162	9	nein	gleichmäßig
18	162	59	nein	gleichmäßig

[0124] Für jede der Legierungen Nr. 1-12, bei denen der durchschnittliche Teilchendurchmesser des 6N01-Pulvers 5–150 μm betrug und der durchschnittliche Durchmesser der B₄C-Teilchen 1–60 μm betrug, wurde eine gute B₄C-Verteilung festgestellt, während bei den Legierungen Nr. 13 und 15, bei denen B₄C-Teilchen in Form eines feinen Produkts mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 0,8 μm verwendet wurden, sich lokale Aggregationen ergaben. Bei der Legierung Nr. 14, bei der grobes B₄C mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 72 μm zu feinem Al-Legierungspulver mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 5 μm gegeben wurde, wurde eine ungleichmäßige Teilchenverteilung zwischen den jeweiligen Positionen im extrudierten Element beobachtet.

(2) Zugtest bei Normaltemperatur

[0125] Extrudierte Elemente wurden jeweils bei Normaltemperatur einem Zugtest unterworfen. Bei der Form des Prüfkörpers handelte es sich um einen Rundstab mit einem parallelen Teil von 6 mm Durchmesser, wie bei der Ausführungsform 1. Die Ergebnisse sind in Tabelle 9 aufgeführt. Unter Annahme einer "Reißdehnung" von 10% oder mehr als kritischer Wert für die Konformität gemäß den Angaben in der Ausführungsform 1 ist ersichtlich, dass dies jeweils von den Legierungen 1–12 erfüllt wird. Dagegen wurde bei Nr. 14 und Nr. 16, bei

denen grobes B_4C mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 72 μm zugesetzt wurde, sowie bei Nr. 17 und Nr. 18, bei denen der durchschnittliche Teilchendurchmesser des Grundpulvers den hohen Wert von 162 μm aufwies, eine signifikante Verringerung der Duktilität beobachtet, was dazu führte, dass das genannte Kriterium nicht erfüllt wurde.

[0126] Bei gemeinsamer Würdigung der vorstehenden Ergebnisse bestätigt sich, dass es zur Erzielung eines Materials, das mit einer gleichmäßigen Struktur versehen ist und frei von B_4C -Aggregationen ist (d. h. gleichmäßiges Neutronenabsorptionsvermögen) und gleichzeitig die erforderliche Duktilität aufweist, um die Zuverlässigkeit als Konstruktionselement zu gewährleisten, erforderlich und unvermeidlich ist, den Teilchendurchmesser des Grundpulvers und den Teilchendurchmesser der zusätzlichen Teilchen innerhalb der erfindungsgemäßen Bereiche einzustellen.

Tabelle 9

Nr.	Durchschnittlicher Teilchendurchmesser des verwendeten 6N01-Pulvers (μm)	Durchschnittlicher Teilchendurchmesser des verwendeten B_4C (μm)	Testergebnisse		
			0,2 %-Widerstandskraft (MPa)	Zugfestigkeit (MPa)	Reißdehnung (%)
1	5	9	83	151	16
2	5	23	80	143	13
3	5	59	73	129	11
4	21	9	81	153	22
5	21	23	79	150	19
6	21	59	71	132	14
7	100	9	75	148	21
8	100	23	76	149	15
9	100	59	76	141	14
10	149	9	70	143	14
11	149	23	68	134	12
12	149	59	62	131	11
13	5	0,8	87	157	21
14	5	72	72	123	7
15	149	0,8	75	147	11
16	149	72	56	129	8
17	162	9	70	142	9
18	162	59	63	125	7

Beispiel 3

Herstellung der Probe

[0127] Blöcke wurden gemäß den Verfahren und Bestandteilen von Tabelle 10 hergestellt und bei 430°C extrudiert. Beim verwendeten reinen Al-Pulver und beim verwendeten Al-6Fe-Legierungspulver handelte es sich um die gleichen Produkte wie bei der Ausführungsform 1, wobei es sich beim erstgenannten Produkt um ein luftzerstäubtes Pulver, das auf 250 μm oder darunter klassiert worden war (durchschnittlich 118 μm) und beim letztgenannten Produkt um mit N_2 -Gas zerstäubtes Pulver, das auf 150 μm oder weniger klassiert worden war

(durchschnittlich 95 µm), handelte. Die verwendeten B₄C-Teilchen wiesen einen durchschnittlichen Durchmesser von 23 µm auf.

[0128] Die Pulver der jeweiligen Komponenten wurden 20 Minuten mit einem Querrotationsmischer vermischt. Anschließend wurde bei den Verfahren A bis E gemäß der gleichen Vorgehensweise wie in den Ausführungsformen 1 und 2 ein Eindosen und Vakuumentgasen unter Erwärmen durchgeführt, um Blöcke herzustellen, die sodann extrudiert wurden. Die Temperatur betrug bei der Vakuumentgasung beim Verfahren A 350°C, bei B 480°C, bei C 550°C, bei D 300°C und bei E 600°C. Die Temperatur bei der Extrusion betrug in sämtlichen Fällen 430°C. Das extrudierte Produkt wies die Abmessungen 48 mm × 12 mm wie in der Ausführungsform 1 auf.

[0129] Im Verfahren F wurde das Pulvergemisch 2 Stunden in einem Ofen unter einem auf 4–5 Torr verminderten Druck auf 200°C erwärmt und anschließend unter atmosphärischer Luft in eine Gummiform gefüllt und durch das CIP-Verfahren verformt (statische Wasserdruckpressung in der Kälte). Der erhaltene Formkörper mit einer Dichte von etwa 75% (Hohlraumanteil 25%) wurde an atmosphärischer Luft auf 430°C erwärmt und einer Extrusion unterworfen. Das extrudierte Produkt wies die Abmessungen 48 mm × 12 mm auf. Im Verfahren G wurde das Pulvergemisch direkt durch CIP geformt und an atmosphärischer Luft auf 430°C erwärmt und sodann extrudiert. Das extrudierte Produkt wies die Abmessungen 48 mm × 12 mm auf.

Tabelle 10

Verwendetes Pulver	Zugabemenge an B ₄ C (gewichtsprozentualer Anteil)	Verfahren
Reines Al (<250 µm)	3	A (Entgasung bei 350 °C)
	3	B (Entgasung bei 480 °C)
	3	C (Entgasung bei 550 °C)
Al-6Fe (<150 µm)	3	A (Entgasung bei 350 °C)
	3	B (Entgasung bei 480 °C)
	3	C (Entgasung bei 550 °C)
Reines Al (<250 µm)	3	D (Entgasung bei 300 °C)
	3	F (Entgasung ohne Eindosen)
	3	G (ohne Entgasung)
Al-6Fe (<150 µm)	3	D (Entgasung bei 300 °C)
	3	E (Entgasung bei 600 °C)

Bewertung

[0130] Die einzelnen extrudierten Elemente wurden einer Oberflächenbegutachtung, einem Zugtest bei normaler Temperatur in Längsrichtung und einer Messung der Menge an Wasserstoffgas unterzogen. Die Messung der Gasmenge wurde in einem Vakuum-Schmelzextraktions-Massenspektrographen gemäß LIS A06 durchgeführt.

[0131] Die Ergebnisse sind in Tabelle 11 aufgeführt. Bei den Materialien, die unter Anwendung der Verfahren A–C, die unter den Schutzzumfang der Ansprüche der vorliegenden Erfindung fallen, hergestellt worden waren, wurden bei der Menge des Wasserstoffgases und dem Oberflächenzustand sowie bei den mechanischen Eigenschaften des extrudierten Elements jeweils gute Ergebnisse erhalten. Dagegen traten bei den Verfahren, die vom Schutzzumfang der Ansprüche der vorliegenden Anmeldung abwichen, die folgenden Schwierigkeiten auf.

[0132] Im Verfahren D, bei dem die Entgasung bei einer im Vergleich zum Schutzzumfang der Erfindung niedrigeren Temperatur durchgeführt wurde, wurde Wasserstoff, der nicht von der Pulveroberfläche entfernt werden konnte, beim Extrudieren freigesetzt, was zur Bildung von Bläschen unmittelbar unter der Haut des extru-

derten Elements führte und den sogenannten "Quellungsdefekt" hervorrief.

[0133] Legierungen der Al-Fe-Reihe weisen eine hohe Festigkeit auf, die mit feinen Teilchen von intermetallischen Verbindungen, die durch eine Quenchverfestigungswirkung gleichmäßig verteilt sind, zu erreichen ist. Jedoch ergaben sich beim Verfahren E, bei dem die Entgasung bei einer äußerst hohen Temperatur durchgeführt wurde, große und grobe Verbindungen, die eine plötzliche Verringerung der Festigkeit und der Duktilität hervorriefen.

[0134] Beim Verfahren F, bei dem die Entgasung ohne Eindosen durchgeführt wurde, da dies unvermeidlich war, um die Schritte bis zur Extrusion an der Luft durchzuführen, und bei dem die Entgasungstemperatur äußerst nieder war, lag die Menge des Wasserstoffgases nahe bei dem "ohne Entgasung" erzielten Wert und es kam zu einer Oberflächenquellung am extrudierten Element, wobei zusätzlich die Festigkeit und die Duktilität niedere Werte aufwiesen.

[0135] Beim Verfahren G, bei dem keine Entgasung durchgeführt wurde, ergab sich ein sehr hoher Anteil an restlichem Wasserstoffgas, so dass es zu einer Quellung kam und sich geringe Werte für Festigkeit und Duktilität ergaben.

[0136] Aus den vorstehenden Ausführungen ergibt sich, dass es zur Erzielung eines Al-Kompositmaterials mit günstigen Eigenschaften selbst bei Verwendung von beliebigen Matrixlegierungen erforderlich und unabdinglich ist, das erfindungsgemäß beschriebene Herstellungsverfahren anzuwenden.

Tabelle 11

Grundlage	Verfahren	Oberfläche des extru- dierten Elements	Zugeigenschaften			Menge des Wasser- stoffgases (cm ³ /100 g)
			Wider- stands- kraft (MPa)	Zug- festig- keit (MPa)	Reiß- dehnung (%)	
Reines Al	A (Entgasung bei 350 °C)	gut	58	105	21	9,0
	B (Entgasung bei 480 °C)	gut	62	112	39	3,1
	C (Entgasung bei 550 °C)	gut	63	114	41	2,9
Al-6Fe	A (Entgasung bei 350 °C)	gut	201	279	10	8,8
	B (Entgasung bei 480 °C)	gut	199	281	13	3,0
	C (Entgasung bei 550 °C)	gut	195	282	15	2,9
Reines Al	D (Entgasung bei 300 °C)	Quellung	49	88	11	17,1
	F (Entgasung ohne Eindosen)	Quellung	43	79	17	31,0
	G (ohne Entgasung)	Quellung	41	78	7	39,2
Al-6Fe	D (Entgasung bei 300 °C)	Quellung	224	291	8	16,8
	E (Entgasung bei 600 °C)	gut	91	127	7	2,9

Experiment 4

[0137] Reines Al-Pulver, das durch Luftzerstäubung hergestellt und auf 250 µm oder darunter klassiert worden war, wurde mit 3 Gew.-% (2,3 Gew.-% bei Umrechnung in B) B₄C-Teilchen mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 23 µm versetzt und auf gleiche Weise wie bei den Ausführungsformen 1 und 2 zu einem extrudierten Element mit einer Querschnittform von 48 mm × 12 mm verarbeitet. Das auf diese Weise erhaltene extrudierte Element wies folgende Zugeigenschaften auf: Widerstandskraft 62 MPa, Zugfestigkeit 112 MPa und Reißdehnung 39%.

[0138] Geschmolzenes reines Al mit einer Reinheit von 99,7%, das in einem Hochfrequenz-Schmelzofen geschmolzen worden war, wurde mit 3 Gew.-% B_4C -Teilchen, die in Aluminiumfolien eingewickelt waren, versetzt und sofort gerührt, wobei versucht wurde, ein Kompositmaterial herzustellen, wobei die Teilchen jedoch aufgrund der Tatsache, dass sie sehr schwer zu benetzen waren, größtenteils zur Oberfläche der Schmelze gelangten. Daraus wurde der Schluss gezogen, dass die Herstellung eines Al- B_4C -Kompositmaterials durch ein Rührverfahren in der Schmelze mit Schwierigkeiten verbunden war.

[0139] Reines Al-Ausgangsmaterial mit einer Reinheit von 99,7% und reines B wurden so vermischt, dass der B-Anteil 2,3 Gew.-% betrug, in einem Hochfrequenz-Schmelzofen geschmolzen und zu Blöcken von 90 mm Durchmesser für die Extrusion gegossen. Die extrudierte Form wies die Abmessungen 48 mm × 12 mm auf. Da der Schmelzpunkt von B jedoch den hohen Wert von 2092°C aufweist, wurde der Schluss gezogen, dass in üblichen, auf Al-Legierungen abgestellten Anlagen die Handhabung schwierig ist (auch bei Verwendung einer Al-B-Zwischenlegierung sollten die gleichen Schwierigkeiten mehr oder weniger stark auftreten). Ein auf diese Weise extrudiertes Element wies eine geringe Dehnung von 3,1% auf. Die Verwendung als Konstruktionsmaterial wurde als schwierig angesehen.

[0140] Durch die vorstehenden Ergebnisse wurde bestätigt, dass es zur Erzielung eines Materials, das eine hohe Konzentration an B enthält und hohe Werte in Bezug auf Festigkeit und Duktilität aufweist, die Herstellung eines Verbundmaterials durch ein Pulververfahren in optimaler Weise gemäß der Erfindung erfolgen soll.

Experiment 5

[0141] Anschließend wurden Experimente mit einem Kompositmaterial durchgeführt, das aus dem vorerwähnten Aluminium-Kompositmaterial und einem Zr-Zusatz zusammengesetzt war. Bei den Experimenten wurde ein mit Zr versetztes Al- B_4C -Teilchen-Kompositmaterial und ein Al- B_4C -Teilchen-Kompositmaterial (ohne Zr-Zusatz) durch ein pulvermetallurgisches Verfahren hergestellt. Die mechanischen Eigenschaften wurden verglichen.

Verwendetes Pulver

[0142] Zur Herstellung des mit Zr versetzten Al- B_4C -Teilchen-Kompositmaterials wurde ein Pulver (Probe P) aus JIS 6N01-Komponenten mit einem Zr-Zusatz in einem Anteil von 0,8 Gew.% und ein Pulver (Probe Q) mit einer Zugabemenge von 0,5 Gew.-% durch Luftzerstäubung hergestellt und zur Verwendung auf 250 µm oder darunter klassiert. Die Ergebnisse einer Benetzungsanalyse für diese Pulver sind in Tabelle 12 aufgeführt. Zu Vergleichszwecken sind die Ergebnisse einer Benetzungsanalyse von Pulver (Probe R) aus JIS 6N01-Komponenten ebenfalls in Tabelle 12 aufgeführt. Als einem derartigen Pulver zuzusetzende Teilchen wurde B_4C mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 8,7 µm verwendet.

Tabelle 12

Probe Nr.	Si	Mg	Zr	Fe	Mn	Cu	Cr	Zn	Ti	Al
P	0,76	0,52	0,79	0,18	0,04	0,03	<0,01	<0,01	0,02	Rest
Q	0,74	0,51	0,48	0,18	0,04	0,02	0,01	<0,01	0,02	Rest
R	0,56	0,54	-	0,08	0,04	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	Rest

Herstellung der Probe

[0143] Fig. 9 zeigt ein Verfahren für die Probenherstellung.

(1) Herstellung eines Blockes

[0144] In einer ersten Stufe wurden unter Verwendung eines Querrotationsmischers das vorerwähnte Pulver und zuzusetzende Teilchen 10 bis 15 Minuten vermischt. Bei diesem Experiment wurden 5 Arten von Proben hergestellt, indem man die in Tabelle 13 aufgeführten Matrices und die B-Zugabemengen (angegeben als auf den gewichtsprozentualen Anteil von B umgerechneter Wert) kombiniert.

Tabelle 13

Probe Nr.	Matrix	B ₄ C-Zugabemenge
P3	6N01+0,8 Zr	3 Masse-%
P5		5 Masse-%
Q5	6N01+0,5 Zr	5 Masse-%
R3	6N01	3 Masse-%
R5		5 Masse-%

[0145] Als zweiter Schritt wurde zum Eindosen das Gemisch aus Matrixpulver und zuzusetzenden Teilchen in einer Dose eingeschlossen. Nachstehend sind die Spezifikationen für die Dose angegeben.

[0146] Material: JIS 6063 (nahtloses Rohr aus einer Aluminiumlegierung mit einer vollständig angeschweißten Bodenplatte aus identischem Material)
 Durchmesser: 90 mm
 Länge: 300 mm
 Dosedicke: 2 mm

[0147] Als dritter Schritt wurde eine Vakuumentgasung unter Erwärmen durchgeführt. Bei diesem Schritt wurde das eingedoste Pulvergemisch auf 480°C erwärmt. Das innere der Dose wurde auf 1 Torr oder darunter evakuiert. Dieses Vakuum wurde 2 Stunden aufrechterhalten. Durch diese Entgasung wurden Gaskomponenten und Feuchtigkeit, die an der Pulveroberfläche adsorbiert waren, in der Dose entfernt.

[0148] Als vierte Stufe wurde ein Heißpressvorgang durchgeführt. Der Heißpressvorgang erfolgte 30 Sekunden bei 400–450°C mit einem Druck von 6 000 Tonnen. Nach dem Heißpressen wurde die Dose entnommen. Man erhielt einen Rundstab mit einem Durchmesser von im wesentlichen 85 mm und einer Länge von 150 mm. Auf diese Weise wurde die Herstellung eines zu extrudierenden Materials, d. h. eines Blockes, abgeschlossen.

(2) Extrusion

[0149] In dieser Stufe wurde der gemäß dem vorstehend beschriebenen Verfahren hergestellte Block unter Verwendung eines 500-Tonnen-Extruders heißextrudiert. Die Temperatur dabei betrug 510–550°C. Mit einem Extrusionsverhältnis von etwa 25 wurde ein Rundstab mit einem Durchmesser von 20 mm geformt.

Bewertung

[0150] Die Proben P3, P5, Q5, R3 und R5, die durch die vorstehend beschriebenen Schritte hergestellt worden waren, wurden auf folgende Weise bewertet.

(1) Mikroskopische Strukturbetrachtung

[0151] Dieser Vorgang wurde für sämtliche Proben A bis L in einem zentralen Teil des extrudierten Materials an einem T-Schnitt (senkrecht zur Extrusionsrichtung) ohne Ätzung als vorherige Bearbeitung durchgeführt. Die Ergebnisse bestätigten, dass sämtliche Proben eine Struktur aufwiesen, bei denen B₄C-Teilchen gleichmäßig fein in der Matrix dispergiert waren.

(2) Zugtest

[0152] Der Zugtest wurde unter zwei Temperaturbedingungen, nämlich bei Raumtemperatur und bei 200°C, nach einer 100-stündigen Wartezeit bei 200°C durchgeführt. Bei den Proben P3, Q5 und R5 wurden die Zug-

tests bei einer Temperatur von 180°C nach einer 100-stündigen Wartezeit bei 180°C sowie bei 200°C nach einer 100-stündigen Wartezeit bei 350°C durchgeführt. Bei sämtlichen Zugtests wurde ein Prüfkörper in Form eines Rundstabs mit einem Durchmesser von 8 mm an einem parallelen Teil verwendet. Der Abstand zwischen den Markierungen wurde für diesen Test auf 30 mm eingestellt. Die Ergebnisse dieses Tests sind in Tabelle 14 aufgeführt.

Tabelle 14

	Zr	B ₄ C	Raumtemperatur				100-stündiges Belassen bei 180 °C → Zugtest bei 180 °C				100-stündiges Belassen bei 200 °C → Zugtest bei 200 °C				100-stündiges Belassen bei 200 °C → Zugtest bei 200 °C			
			0,2 %- Wider- stands- kraft (MPa)	Zug- festig- keit (MPa)	Reiß- deh- nung (%)	0,2 %- Wider- stands- kraft (MPa)	Zug- festig- keit (MPa)	Reiß- deh- nung (%)	0,2 %- Wider- stands- kraft (MPa)	Zug- festig- keit (MPa)	Reiß- deh- nung (%)	0,2 %- Wider- stands- kraft (MPa)	Zug- festig- keit (MPa)	Reiß- deh- nung (%)	0,2 %- Wider- stands- kraft (MPa)	Zug- festig- keit (MPa)	Reiß- deh- nung (%)	
P3	0,8	3	143	209	23,7	110	133	34,7	92	112	35,0	94	115	37,3				
P5	0,8	5	151	215	25,0				99	116	39,0							
Q5	0,5	5	135	201	23,7	101	124	41,7	90	110	33,7	91	112	41,7				
R3	0	3	81	157	30,3				62	78	48,7							
P5	0	5	79	157	31,7	72	93	46,7	62	80	46,7	52	73	53,7				

[0153] Aus den Versuchsergebnissen von Tabelle 14 ist den Daten über die 0,2%-Widerstandskraft folgendes zu entnehmen. Bei Raumtemperatur liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3, P5 und Q5) im Bereich von

135–151 MPa und die Proben ohne Zr-Zusatz (Proben R3 und R5) im Bereich von 79–81 MPa. Bei 180°C nach 100-stündigem Belassen bei 180°C liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3 und Q5) im Bereich von 101–110 MPa und die Probe ohne Zr-Zusatz (Probe R5) bei 72 MPa. Bei 200°C nach 100-stündigem Belassen bei 200°C liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3, P5 und Q5) im Bereich von 90–99 MPa und die Proben ohne Zr-Zusatz (Proben R3 und R5) bei 62 MPa. Bei 200°C nach 100-stündigem Belassen bei 350°C liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3 und Q5) im Bereich von 91 MPa–94 MPa und die Probe ohne Zr-Zusatz (Probe R5) bei 52 MPa.

[0154] In sämtlichen Fällen weisen Proben mit Zr-Zusatz eine bessere 0,2%-Widerstandskraft auf und erfüllen voll die an einen Korb gestellten Anforderungen.

[0155] Für die Zugfestigkeit kommt es zu folgenden Ergebnissen. Bei Raumtemperatur liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3, P5 und Q5) im Bereich von 201–215 MPa und die Proben ohne Zr-Zusatz (Proben R3 und R5) im Bereich von 157 MPa. Bei 180°C nach 100-stündigem Belassen bei 180°C liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3 und Q5) im Bereich von 124–133 MPa und die Probe ohne Zr-Zusatz (Probe R5) bei 93 MPa. Bei 200°C nach 100-stündigem Belassen bei 200°C liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3, P5 und Q5) im Bereich von 110–116 MPa und die Proben ohne Zr-Zusatz (Proben R3 und R5) bei 78–80 MPa. Bei 200°C nach 100-stündigem Belassen bei 350°C liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3 und Q5) im Bereich von 112–115 MPa und die Probe ohne Zr-Zusatz bei 73 MPa.

[0156] In sämtlichen Fällen zeigen die Proben mit Zr-Zusatz eine günstigere Zugfestigkeit und erfüllen voll die an einen Korb gestellten Anforderungen.

[0157] Für die Reißdehnung kommt es zu folgenden Ergebnissen. Bei Raumtemperatur liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3, P5 und Q5) im Bereich von 23,7–25,0% und die Proben ohne Zr-Zusatz (Proben R3 und R5) im Bereich von 30,3–31,7%. Bei 180°C nach 100-stündigem Belassen bei 180°C liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3 und Q5) im Bereich von 34,7–41,7% und die Probe ohne Zr-Zusatz (Probe R5) bei 46,7%. Bei 200°C nach 100-stündigem Belassen bei 200°C liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3, P5 und Q5) im Bereich von 33,7–39,0% und die Proben ohne Zr-Zusatz (Proben R3 und R5) bei 46,7–48,7%. Bei 200°C nach 100-stündigem Belassen bei 350°C liegen die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3 und Q5) im Bereich von 37,3–41,7% und die Probe ohne Zr-Zusatz (Probe R5) bei 53,7%.

[0158] Bei sämtlichen Temperaturbedingungen weisen Proben mit Zr-Zusatz einen günstigeren Wert für die Reißdehnung als Boral auf, das einen Wert von 1,2% zeigt (Tabelle 5).

[0159] Die **Fig. 10** und **11** sind Diagramme, die den Einfluss der Zr-Zugabemenge (Gew.-%) auf die Zugeigenschaften zeigen. In **Fig. 10** sind die Werte (vergl. Tabelle 14) der 0,2%-Widerstandskraft (MPa), der Zugfestigkeit (MPa) und der Reißdehnung (%) für die Proben P3, Q5 und R3 bei Raumtemperatur angegeben. Aus diesem Diagramm ist ersichtlich, dass mit steigender Zr-Zugabemenge die 0,2%-Widerstandskraft (MPa) und die Zugfestigkeit (MPa) zunehmen, während zwischen der Probe Q5, bei der die Zr-Zugabemenge 0,5 Gew.-% beträgt, und der Probe P3, bei der die Zr-Zugabemenge 0,8 Gew.-% beträgt, der Unterschied gering ist. Die Reißdehnung (%) wird durch die Zugabe von Zr verkleinert, wobei kein Unterschied zwischen einer Zr-Zugabemenge von 0,5 Gew.-% und einer Menge von 0,8 Gew.-% besteht.

[0160] In **Fig. 11** sind die Werte (vergl. Tabelle 14) für die 0,2%-Widerstandskraft (MPa), die Zugfestigkeit (MPa) und die Reißdehnung (%) für die Proben P3, Q5 und R3 bei 200°C nach 100-stündigem Belassen bei 200°C aufgetragen. Aus diesem Diagramm ist ersichtlich, dass mit steigender Zr-Zugabemenge die 0,2%-Widerstandskraft (MPa) und die Zugfestigkeit (MPa) zunehmen, wie in **Fig. 10**. Die Reißdehnung (%) wird durch die Zr-Zugabe verringert, wobei bei einer Zr-Zugabemenge von 0,8 Gew.-% der Wert größer als bei einer Menge von 0,5 Gew.-% ist. Es ist jedoch ersichtlich, dass zwischen der Probe Q5, bei der die Zr-Zugabemenge 0,5 Gew.-% beträgt und dem Wert für die Probe P3, bei der die Zr-Zugabemenge 0,8 Gew.-% beträgt, der Unterschied gering ist.

(3) Young-Modul und Messung des Poisson-Verhältnisses

[0161] Der Young-Modul und das Poisson-Verhältnis wurden für die Proben P5, Q5 und R3 unter Anwendung eines entsprechenden Vibrationsresonanzverfahrens gemessen. Die Prüfkörper wiesen eine Breite von 10 mm, eine Länge von 60 mm und eine Dicke von 2 mm auf. Sie wurden aus Proben, die 100 Stunden bei 200°C belassen worden waren, gewonnen. Die Messtemperatur wurde auf Raumtemperatur (25°C), 150°C, 180°C, 200°C und 250°C eingestellt. Die Messergebnisse sind in Tabelle 15 aufgeführt. Die Messergebnisse für den

Young-Modul sind in Tabelle 12 dargestellt. In Tabelle 15 sind die Poisson-Verhältnisse in Klammern angegeben.

Tabelle 15

			Young-Modul (GPa) [Poisson-Verhältnis]				
	Zr	B ₄ C	25 °C	150 °C	180 °C	200 °C	250 °C
P5	0,8	5	80,3 [0,29]	77,8 [0,29]	75,0 [0,29]	72,6 [0,30]	66,6 [0,30]
Q5	0,5	5	80,5 [0,27]	77,0 [0,27]	75,5 [0,28]	74,3 [0,29]	71,5 [0,29]
R3	0	3	76,1 [0,29]	73 [0,29]	70,8 [0,30]	68,9 [0,30]	65,7 [0,30]

[0162] Aus Tabelle 15 und dem Diagramm von Fig. 12 ist ersichtlich, dass bei sämtlichen Temperaturen die Proben mit Zr-Zusatz (P5 und Q5) einen höheren Wert des Young-Modul aufweisen als die Probe ohne Zr-Zusatz (Probe R3). Jedoch besteht im Temperaturbereich bis zu 180°C fast kein Unterschied zwischen der Probe Q5, bei der die Zr-Zugabemenge 0,5 Gew.-% beträgt, und der Probe P5, bei der die Zr-Zugabemenge 0,8 Gew.-% beträgt, während sich in einem höheren Temperaturbereich der Young-Modul der Probe P5 mit einem Zusatz von 0,8 Gew.-% verringert. Aus Tabelle 15 geht hervor, dass das Poisson-Verhältnis unabhängig von der Anwesenheit oder Abwesenheit von Zr im wesentlichen gleich bleibt.

(4) Messung der elektrischen Leitfähigkeit

[0163] Für die Proben P3, P5, Q5, R3 und R5 wurde als eine einfache Bewertung der Wärmeleitfähigkeit die elektrische Leitfähigkeit an einem T-Schnitt (senkrecht zur Extrusionsrichtung) in einem zentralen Teil des extrudierten Materials unter Verwendung eines Messgeräts für die elektrische Leitfähigkeit vom Wirbelstromtyp gemessen. Für jede Probe wurde die elektrische Leitfähigkeit bei Normaltemperatur in einem Zustand unmittelbar nach der Extrusion und bei Normaltemperatur nach 100-stündigem Belassen bei 200°C gemessen. Die Messergebnisse sind in Tabelle 16 aufgeführt und graphisch in den Fig. 13 und 14 dargestellt.

Tabelle 16

			Elektrische Leitfähigkeit (IACS %)	
	Zr	B ₄ C	Im extrudierten Zustand	Nach 100-stündigem Belassen bei 200 °C
P3	0,8	3	49,2	51,6
P5	0,8	5	48,0	49,0
Q5	0,5	5	47,5	48,2
R3	0	3	50,9	53,0
R5	0	5	48,8	50,7

[0164] Aus der Tabelle 16 und den Diagrammen der Fig. 13 und 14 geht hervor, dass die elektrische Leitfähigkeit für die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3, P5 und Q5) im Bereich von 47,5–51,6 IACS% liegt und für die Proben ohne Zr-Zusatz (Proben R3 und R5) im Bereich von 48,8–53,0 IACS% liegt. Ferner ist ersichtlich, dass die elektrische Leitfähigkeit durch Zugabe von B oder Zr verringert wird, unabhängig davon, ob die Messung im Zustand nach der Extrusion oder nach 100-stündigem Belassen bei 200°C durchgeführt wird. Insbesondere ist der Einfluss des Zusatzes von B größer als der von Zr.

[0165] Fig. 15 ist ein Diagramm, das die Beziehung zwischen der Wärmeleitfähigkeit und der elektrischen Leitfähigkeit verschiedener Al-Materialien zeigt. Gemäß diesem Diagramm und gemäß den Ergebnissen von Tabelle 16 liegt die Wärmeleitfähigkeit in einem Bereich von 0,18–0,19 kW/m·°C für die Proben mit Zr-Zusatz (Proben P3, P5 und Q5) und im Bereich von 0,19–0,20 kW/m·°C für die Proben ohne Zr-Zusatz (Proben R3 und R5). Daher lässt sich bezüglich der Wärmeleitfähigkeit feststellen, dass es im wesentlichen keinen Unterschied ausmacht, ob Zr zugesetzt wird oder nicht. Dies bedeutet, dass die Wärmeleitfähigkeit durch Zugabe von Zr nicht verringert wird.

[0166] Gleichermaßen ermöglicht das vorerwähnte Aluminium-Kompositmaterial mit Zr-Zusatz die Zugabe einer großen Menge an B, so dass es ein hervorragendes Neutronenabsorptionsvermögen zeigt und sich außerdem in Bezug auf Zugfestigkeit und Dehnung hervorragend verhält und somit eine gute Bearbeitbarkeit zeigt. Daher wird es vorzugsweise als Konstruktionsmaterial zum Bau eines Korbes zur Aufnahme von verbrauchten nuklearen Brennstoffbauteilen und einer mit dem Korb versehenen Tonne verwendet.

[0167] Ein Aluminium-Kompositmaterial und ein Verfahren zur seiner Herstellung gemäß der vorliegenden Erfindung haben die folgenden Wirkungen.

[0168] Ein Aluminium-Kompositmaterial, das nach einem pulvermetallurgischen Verfahren aus Al-Pulver oder Al-Legierungspulver und Pulver von B oder einer B-Verbindung mit Neutronenabsorptionsvermögen und anschließendes Sintern unter Druck hergestellt wird, ermöglicht die Zugabe einer größeren Menge an B oder einer B-Verbindung (1,5–9 Gew.-%) als bei einem herkömmlichen Lösungsverfahren. Somit lässt sich durch eine erhöhte Zugabemenge an B das Absorptionsvermögen, insbesondere für Hochgeschwindigkeitsneutronen, verbessern.

[0169] Außerdem weist das Aluminium-Kompositmaterial zusätzliche Elemente, wie Zr und Ti, auf, die zur Erzielung hoher Festigkeitseigenschaften zugesetzt werden, so dass das Material nicht nur ein hohes Neutronenabsorptionsvermögen besitzt, sondern auch ein ausgewogenes Verhalten in Bezug auf Festigkeit und Duktilität aufweist. Somit wird ein Aluminium-Kompositmaterial, das vorzugsweise als Konstruktionselement verwendet wird, bereitgestellt.

[0170] Ferner kann bei Verwendung eines erfindungsgemäßen Aluminium-Kompositmaterials als Konstruktionsmaterial für einen Korb der Korb selbst mit einem hohen Neutronenabsorptionsvermögen ausgestattet werden. Ein derartiger Korb lässt sich in einer verringerten Anzahl an Mannstunden herstellen, was eine Kostensenkung ermöglicht. Durch Bereitstellung eines Korbes mit hervorragendem Neutronenabsorptionsvermögen, der sich kostengünstig herstellen lässt, wird es möglich, eine Tonne bereitzustellen, die in Bezug auf Leistungsmerkmale und Zuverlässigkeit verbessert ist und zudem kostengünstiger herzustellen ist.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines neutronenabsorbierenden Aluminiumkompositmaterials, das die folgenden Schritte umfasst:

- (i) Herstellung eines Aluminium- oder Aluminiumlegierungspulvers durch Quenchverfestigung;
- (ii) Mischen des quenchverfestigten Aluminium- oder Aluminiumlegierungspulvers mit pulverisiertem Bor oder einer Borverbindung und pulverisiertem Zirkon und/oder Titan;
- (iii) Entgasen der gemischten Pulver durch Vakuumentgasung; und
- (iv) Sintern der entgasten Mischung unter Druck bei einer Temperatur von 350–550°C, das Aluminiumkompositmaterial umfasst 1,5–9 Gew.-% einer Menge an B und 0,2–2,0 Gew.-% Zr und/oder 0,2–4,0 Gew.-% Ti.

2. Verfahren gemäss Anspruch 1, worin die Borverbindung B₄C ist.

3. Verfahren gemäss Anspruch 1 oder 2, worin der Sinterschritt Heissextrusion, Heissmahlen, statische Heisswasserdruckpressung oder Heisspressung umfasst.

4. Verfahren gemäss mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, worin das Aluminium- oder Aluminiumlegierungspulver einen durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 5–150 µm aufweist, und das Borverbindungspulver umfasst B₄C-Teilchen mit einem durchschnittlichen Teilchendurchmesser von 1–60 µm.

5. Verfahren gemäss mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, worin der Entgasungsschritt bei 350–550°C durchgeführt wird.

6. Verfahren gemäss mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, worin der Sinterschritt durchgeführt wird, während die gemischten Pulver im Vakuum abgefüllt werden.

7. Verfahren gemäss mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, das ferner die thermische Behandlung des gesinterten Materials umfasst.

8. Verfahren zum Aufbau eines Korbes mit gitterförmigem Abschnitt zur Aufnahme einzelner gebrauchter

DE 600 08 655 T2 2005.02.10

nuklearer Brennstoffbauteile, das die Schritte der Herstellung eines Aluminiumkompositmaterials gemäss mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche und Formung des Kompositmaterials zu dem Korb umfasst.

Es folgen 12 Blatt Zeichnungen

FIG.1

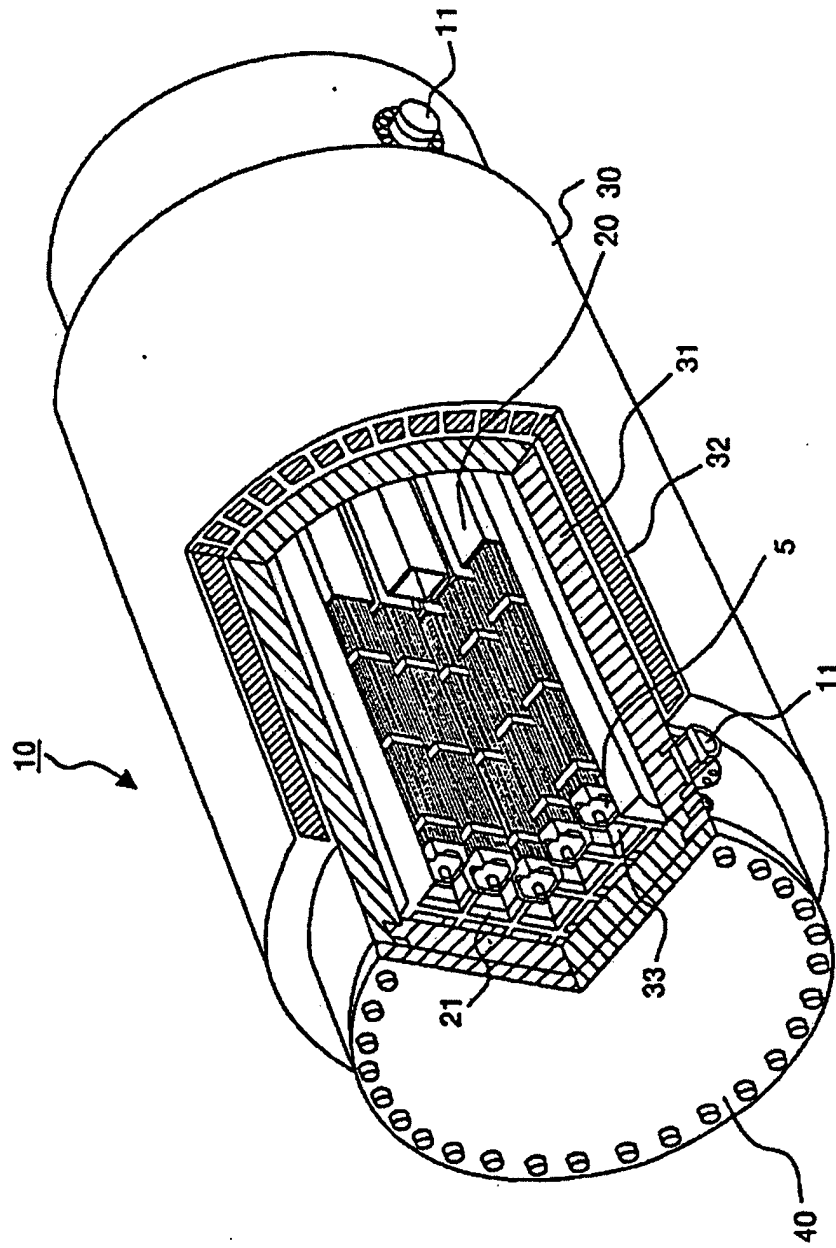


FIG.2

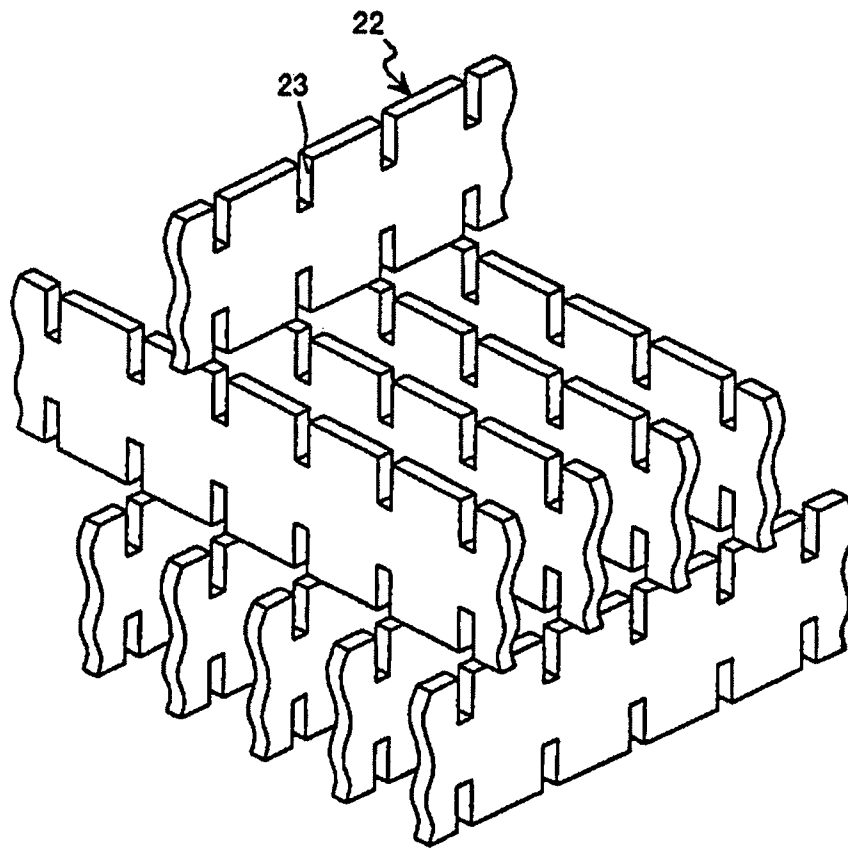


FIG.3

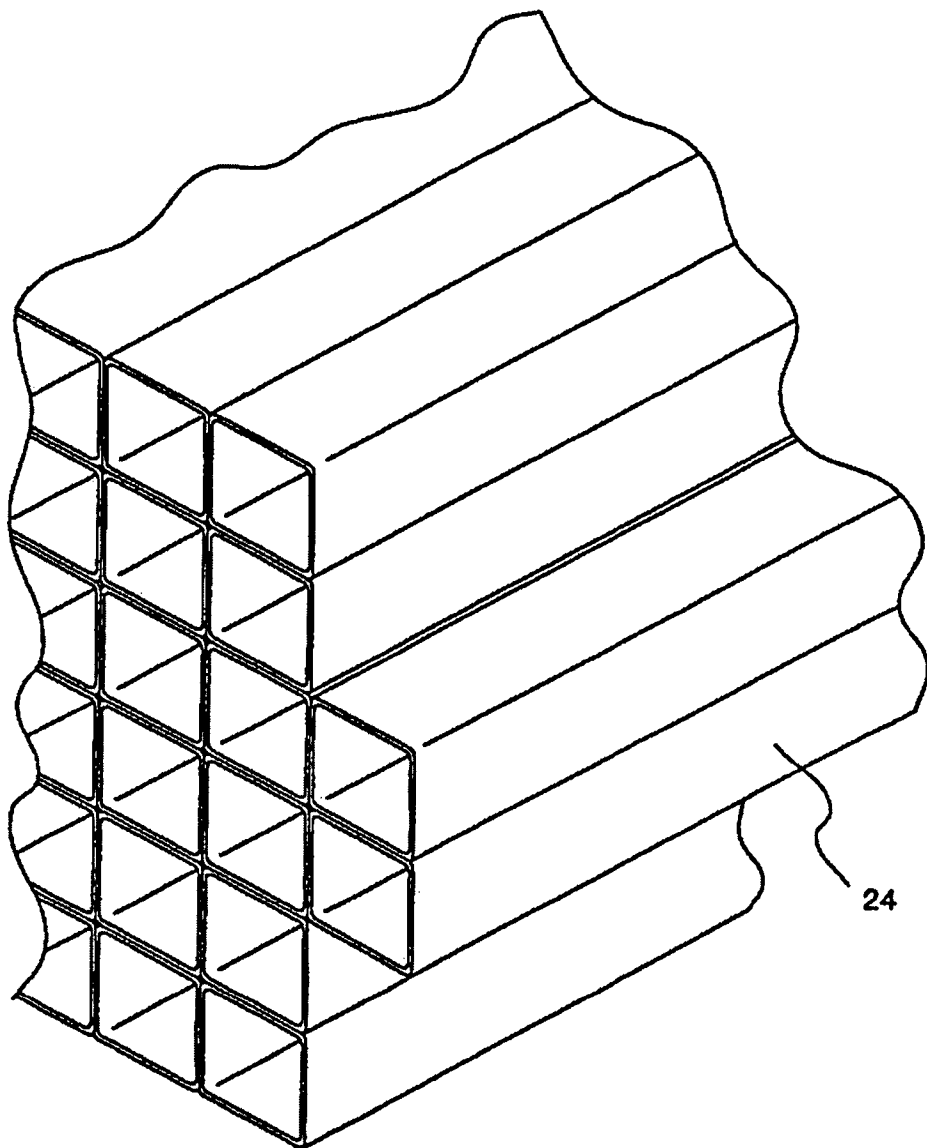


FIG.4

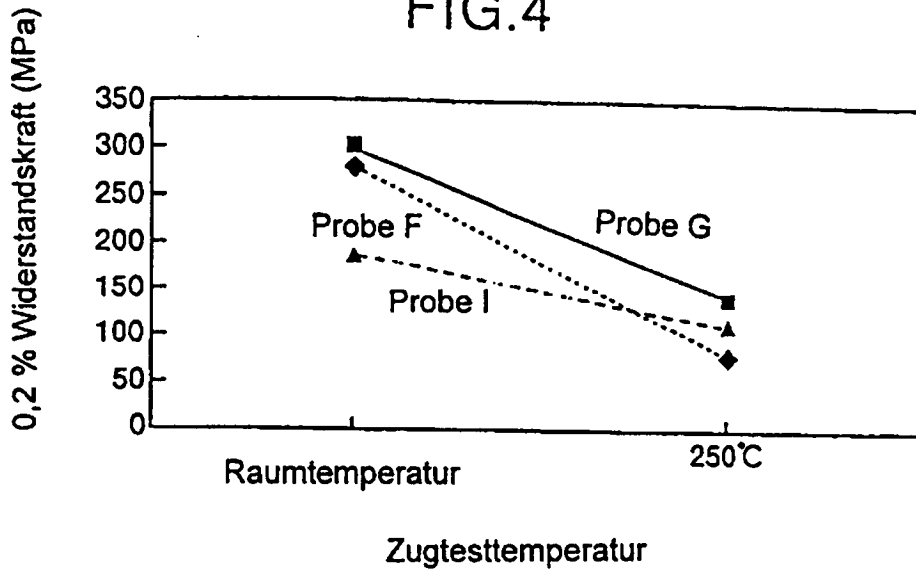


FIG.5

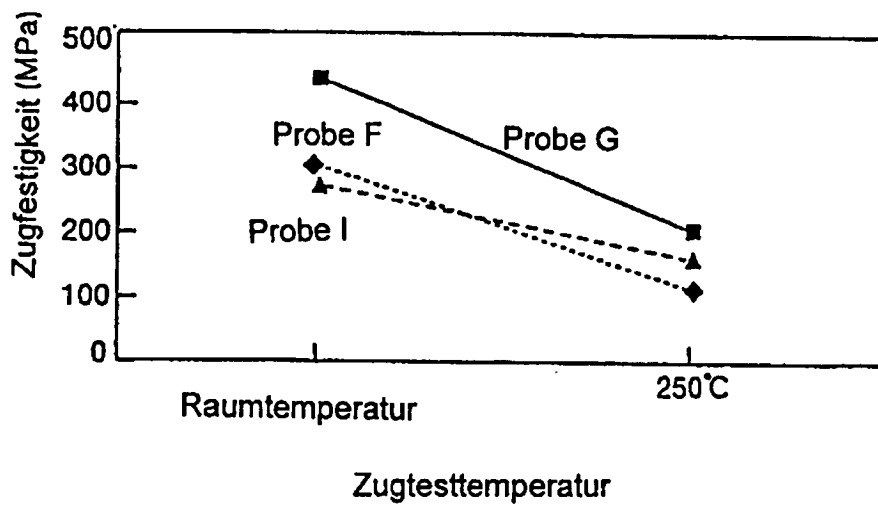


FIG.6

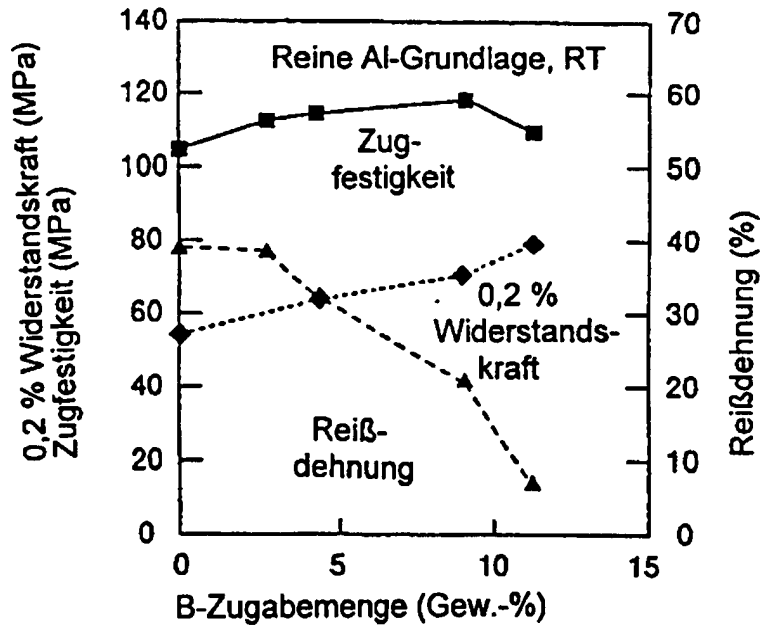


FIG.7

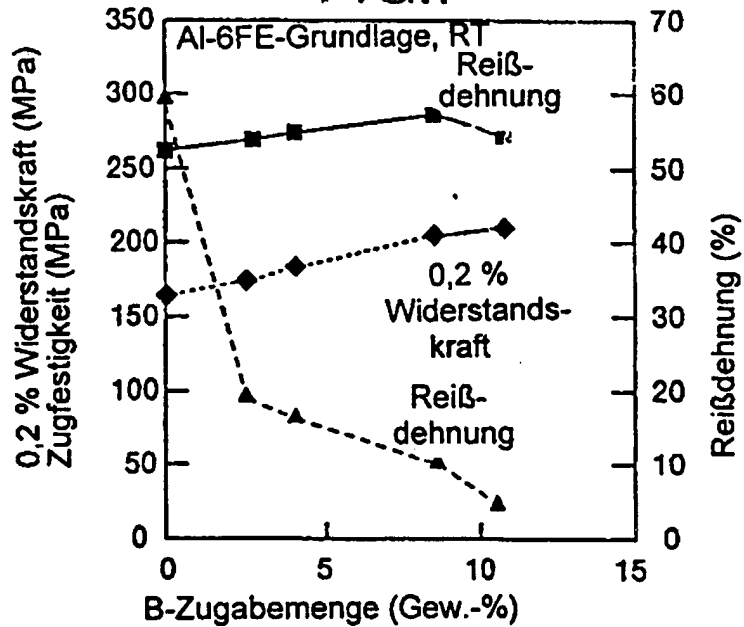


FIG.8

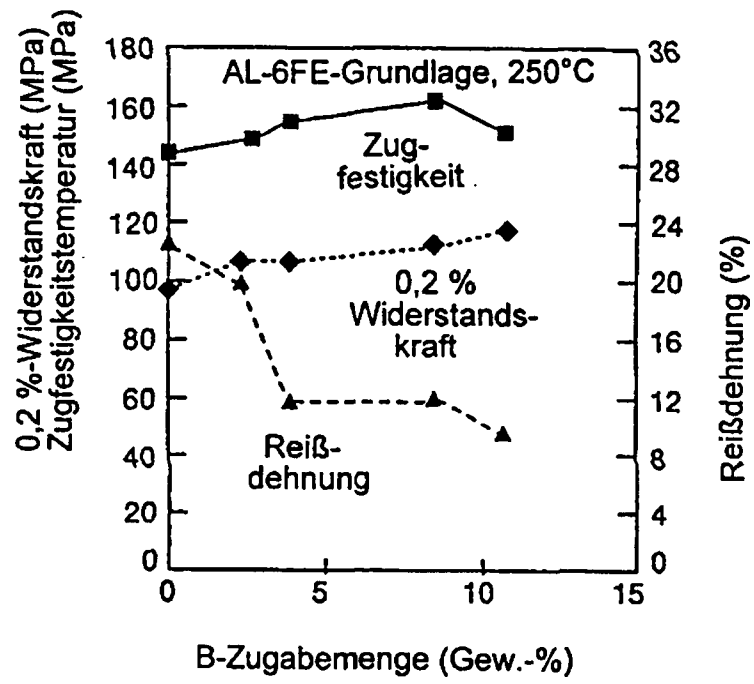


FIG.9

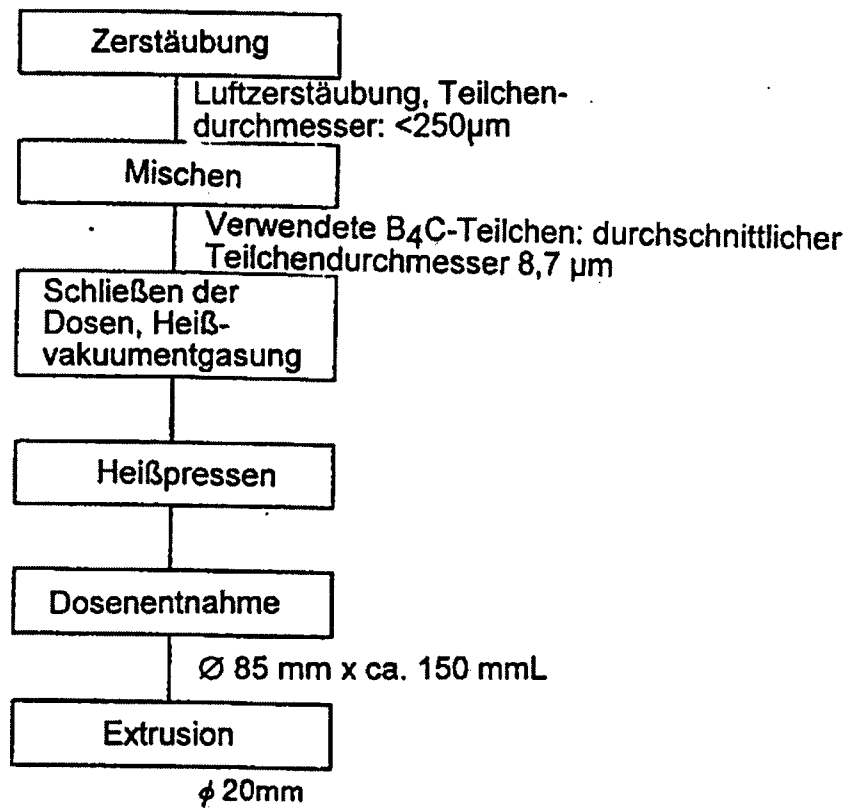


FIG.10

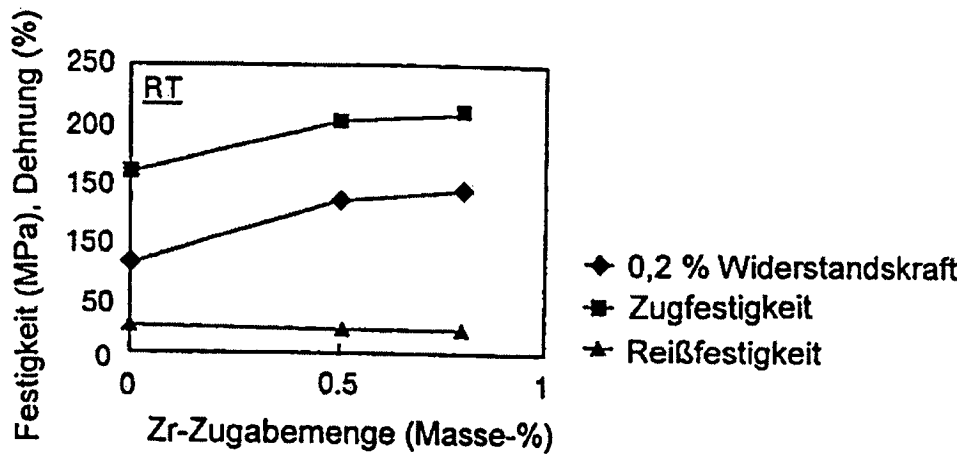


FIG.11

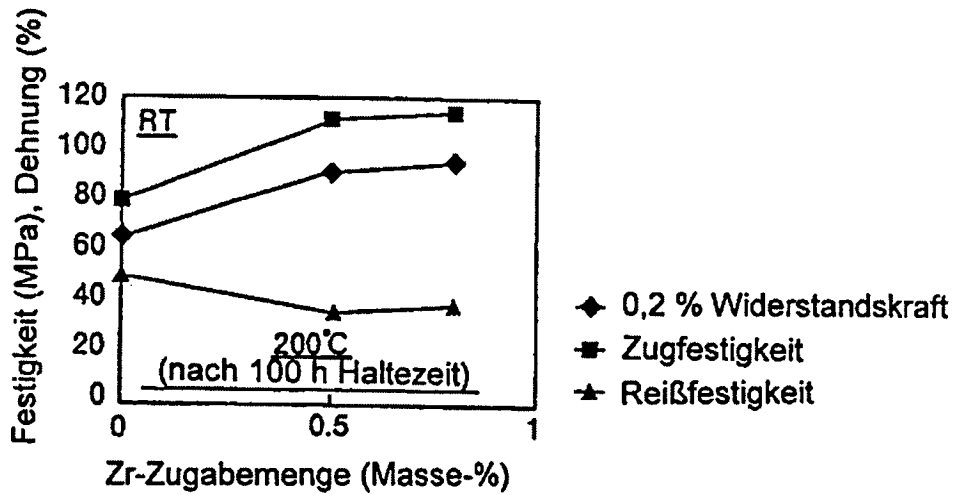


FIG.12

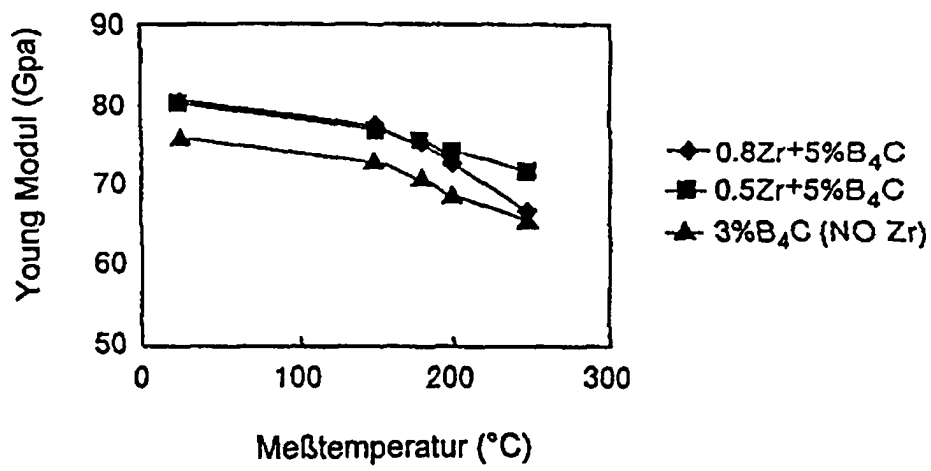


FIG.13

im Zustand nach der Extrusion

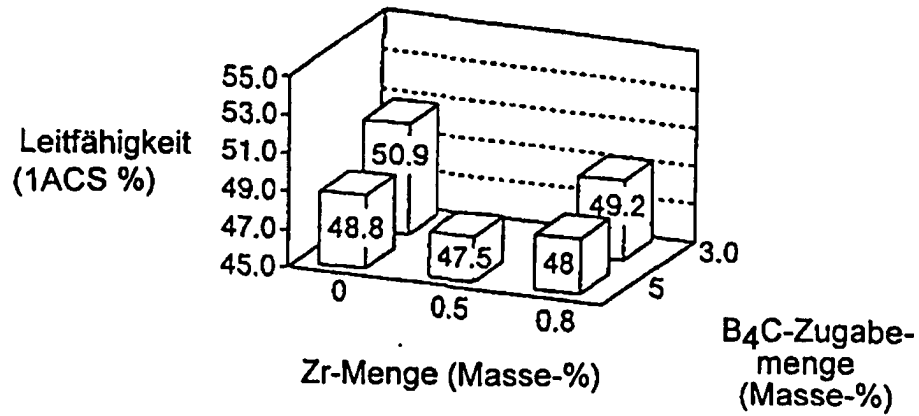


FIG.14

nach 100 Std. bei 200 °C

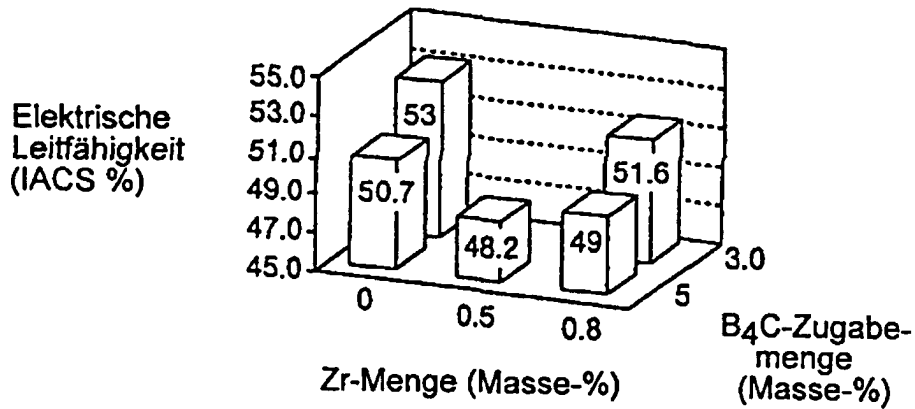


FIG.15

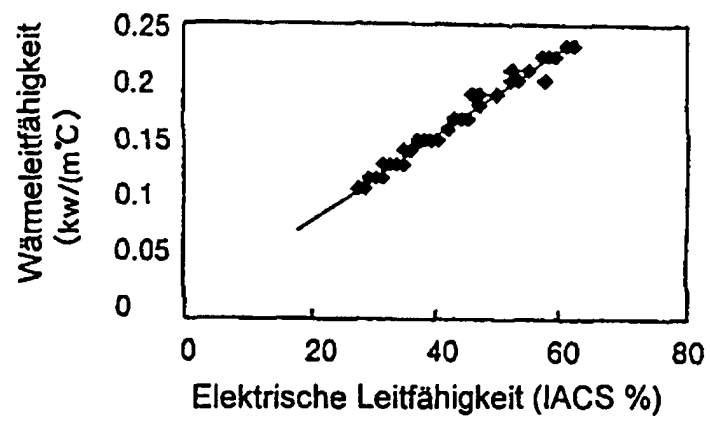


FIG.16

