



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **102387** (13) **C2**

(51) МПК (2013.01)

B22F 9/02 (2006.01)**B22F 9/22** (2006.01)**C22B 7/00****C22B 34/12** (2006.01)**C22B 34/14** (2006.01)**C22C 1/04** (2006.01)**C22C 14/00****C22C 16/00****C01B 6/00****C01G 23/04** (2006.01)**C01G 25/02** (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки:	а 2010 11549	(72) Винахідник(и):	Карака Ахмет (TR/DE), Сермонд Бернд (DE), Вільфінг Герхард (DE)
(22) Дата подання заявки:	27.02.2009	(73) Власник(и):	ХЕМЕТАЛЛЬ ГМБХ, Trakehner Strasse 3, D-60487 Frankfurt, Germany (DE)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід:	10.07.2013	(74) Представник:	Пахаренко Олександр Володимирович, реєстр. №136
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	10 2008 000 433.2	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	WO 2005/007906 A1, 27.01.2005 WO 2006/089222 A2, 24.08.2006 US 2004/0022722 A1, 05.02.2004
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	28.02.2008		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	DE		
(41) Публікація відомостей про заявку:	10.11.2010, Бюл.№ 21		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	10.07.2013, Бюл.№ 13		
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	РСТ/EP2009/052336, 27.02.2009		

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ПОРОШКІВ СПЛАВІВ НА ОСНОВІ ТИТАНУ, ЦИРКОНІЮ ТА ГАФНІЮ, ЛЕГОВАНИХ ЕЛЕМЕНТАМИ Ni, Cu, Ta, W, Re, Os ТА Ir**(57) Реферат:**

Описаний спосіб виготовлення порошків сплавів на основі титану, цирконію та гафнію, легованих елементами Ni, Cu, Ta, W, Re, Os та Ir, за яким оксид Ti та/або Zr, та/або Hf змішують з металевим порошком вказаних елементів та відновлювальним засобом і цю суміш нагрівають у печі, в разі потреби в атмосфері водню (в цьому випадку утворюються гідриди металів), поки не почнеться реакція відновлення, продукт реакції вилугуюють, а потім промивають і висушують, причому середній розмір зерен використовуваного оксиду становить від 0,5 до 20

UA 102387 C2

мкм, питома площа поверхні, визначена методом БЕТ, становить від 0,5 до 20 м²/г, а мінімальний вміст дорівнює 94 мас. %.

Винахід стосується способу виготовлення порошків сплавів на основі титану, цирконію та гафнію, легованих елементами Ni, Cu, Ta, W, Re, Os та Ir.

Порошки сплавів на основі титану, цирконію та гафнію, використовують у піротехнічній промисловості, для виготовлення електрозапальників, наприклад у надувних подушках безпеки, та уповільнювачів запалювання, як газопоглинальні матеріали у вакуумних трубках, у лампах, у вакуумній апаратурі та в газоочисних установках. Оскільки рівень вимог щодо надійності вищенаведених продуктів, наприклад запальників надувних подушок безпеки, є дуже високим, бажано виготовляти порошки сплавів з відтворюваними, незмінними від партії до партії параметрами, зокрема стосовно тривалості горіння, температури займання, середнього розміру зерен, гранулометричного складу та окиснювального числа. Крім цього, бажано забезпечити можливість попереднього встановлення певних значень наведених параметрів.

Для виготовлення порошків сплавів може бути застосований комбінований спосіб відновлення та сплавлення. Для цього оксид титану (TiO_2), цирконію (ZrO_2) або гафнію (ZrO_2) піддають відновленню разом із порошкоподібними легуючими елементами та відновлювальним засобом, таким як кальцій та/або гідрид кальцію, та/або магній, та/або барій. Відновлення здійснюють у закритій ємності, в якій може бути утворена атмосфера інертного газу. Один чи кілька відновлювальних засобів, як правило, додають у надлишку. По завершенні процесу відновлення утворені оксиди відновлювальних засобів видаляють шляхом вилуговування кислотою і наступного промивання водою. Вміст кисню в одержаних цим способом порошках сплавів металів становить від 1 до 5 мас. %.

Альтернативно порошки сплавів на основі Ti, Zr, Hf можуть бути виготовлені з відповідного металу шляхом гідрування та дегідрування (метод ГДГ). Відповідний метал піддають гідруванню, і в цій вже крихкій формі він може бути подрібнений механічним способом у порошок бажаного ступеня дисперсності. Для уникнення пошкодження внаслідок поглинання кисню та азоту для гідрування слід застосовувати високочистий водень. Подрібнення гідрованого металу до зерен бажаного розміру також слід здійснювати в чистій атмосфері захисного газу, наприклад гелію чи аргону. Для наступного видалення водню та одержання сплаву порошок гідриду титану, цирконію або гафнію і відповідний порошок гідриду металу або порошок металу, який має бути підданий легуванню, при підвищеній температурі розкладають у вакуумі та водночас сплавляють.

Недоліком виготовлених у такий спосіб порошків сплавів зокрема є те, що значення їх тривалості горіння, питомої площі поверхні, гранулометричного складу та температури займання не є відтворюваними.

Задачею винаходу є подолання недоліків рівня техніки.

Представлений порошок цирконієвого сплаву, тривалість горіння якого становить від 4 с/50 см (секунд на 50 см) до 2000 с/50 см, а температура займання - від 160 °C до 400 °C і вище в окремих випадках. При цьому тривалість горіння, вимірювану в с/50 см, визначають таким чином: досліджувану речовину для видалення заважаючих агломератів спочатку просіюють крізь двоє сит із розміром чарунок 250 мкм та 45 мкм. При цьому в разі потреби пробу можна обережно ворухити пензлем. Для визначення тривалості горіння застосовують дрібну фракцію, яка пройшла крізь сито з розміром чарунок 45 мкм. 15 г проби висипають у металевий жолоб, опис якого наведений далі, та розрівнюють поверхню матеріалу картоною картою, в такий спосіб видаляючи надлишок. На металевому жолобі нанесені дві позначки, відстань між якими становить 500 мм. Перед позначкою, яка відповідає початку ділянки, всипають додаткову кількість речовини об'ємом приблизно з горошину та підпалюють її пальником. Шляхом хронометрування визначають тривалість процесу горіння речовини на ділянці між позначками, які відповідають її початку та кінцю. Визначену тривалість горіння відображають в одиницях [с/50 см] (секунд на 50 см). Жолоб для горіння речовини, розміри якого становлять 3 мм × 2 мм, вмонтований у сталеву штабу розмірами 40 мм × 9,4 мм × 600 мм.

При цьому температуру займання визначають таким чином: 10 г досліджуваної речовини закладають у попередньо нагрітий так званий "блок запалювання" і вимірюють температуру самозаймання. Блок запалювання в формі залізного кубика, довжина ребра якого становить 70 мм, з отворами для матеріалу та термоелементів (діаметром 20 мм та 8 мм, кожний отвір завглибшки 35 мм, відстань між центрами отворів: 18 мм), зі вставленим у передбачений в ньому отвір термометром або термоелементом, піддають попередньому нагріванню за допомогою паяльного пальника до температури, трохи нижчої ніж температура займання. Цю температуру визначають шляхом попереднього випробування. Потім в отвір для матеріалу в попередньо нагрітому блоці запалювання закладають досліджуваний порошок металу або гідриду в кількості на кінчику шпателя (10 г) і нагрівають блок при максимальному полум'ї

пальника до моменту самозаймання порошку. Досягнута при цьому температура є температурою займання.

Бажано також, щоб порошки сплавів металів містили принаймні 75 мас. % металу або гідриду металу, переважно принаймні 88 мас. %, особливо переважно принаймні 90 мас. %, середній діаметр зерен становив від 1 до 15 мкм, переважний гранулометричний склад d50 (виміряний за допомогою лазерного дифрактометра) становив від 1 до 20 мкм і питома площа поверхні, визначена методом БЕТ (метод Брунауера-Еммета-Теллера, Brunauer-Emmett-Teller), становила від 0,2 до 5 м²/г.

Середній діаметр зерен визначали за допомогою аналізатора гранулометричного складу методом Фішера (Fisher Sub-Sieve Size, далі - FSSS). Опис цього методу вимірювання наведений у публікації "Instructions, Fisher Model 95 Sub-Sieve Sizer, Catalog No. 14-311, Part No. 14579 (Rev. C), published 01-94" Fisher Scientific. На цей опис процесу вимірювання дається однозначне посилання.

Задачу винаходу вирішено у способі виготовлення порошків сплавів на основі титану, цирконію та гафнію, легованих елементами Ni, Cu, Ta, W, Re Os та Ir, в якому оксид основних елементів змішують з відновлювальним засобом і додають до металу, що має бути підданий легуванню, і цю суміш нагрівають в печі в атмосфері аргону, в разі потреби в атмосфері водню (в цьому випадку утворюються гідриди металів), поки не почнеться реакція відновлення, продукт реакції вилугують, після чого промивають і висушують, причому розмір зерен використовуюваного оксиду становить від 0,5 до 20 мкм, переважно від 1 до 6 мкм, питома площа поверхні, визначена методом БЕТ, становить від 0,5 до 20 м²/г, переважно від 1 до 12 м²/г і особливо переважно від 1 до 8 м²/г, а мінімальний вміст металу в сплаві становить 94 мас. %, переважно 96 мас. % і особливо переважно 99 мас. %.

Частка кожної з Fe- та Al-вмісних сторонніх домішок в оксиді становить переважно < 0,2 мас. %, особливо переважно < 0,08 мас. % (в розрахунку на оксид). Частка Si-вмісних сторонніх домішок в оксиді становить переважно < 1,5 мас. %, особливо переважно < 0,1 мас. % (в розрахунку на SiO₂). Частка Na-вмісних сторонніх домішок в оксиді становить переважно < 0,05 мас. % (в розрахунку на Na₂O). Частка P-вмісних сторонніх домішок в оксиді становить < 0,2 мас. % (в розрахунку на P₂O₅). Втрата оксиду при прожарюванні при температурі 1000 °C (сталість маси) становить переважно < 1 мас. %, особливо переважно < 0,5 мас. %. Набивна густина оксиду згідно зі стандартом EN ISO 787-11 (раніше DIN 53194) становить переважно від 800 до 1600 кг/м³. Частка оксиду до 15 мас. % може бути заміщена добавками MgO, CaO, Y₂O₃ або CeO₂.

Було виявлено, що при цілеспрямованому виборі оксидної сировини з описаними параметрами і наступному здійсненні способу одержують продукти, тривалість горіння яких становить від 10 с/50 см до 3000 с/50 см, необхідна для займання енергія - від 1 мкДж до 10 мДж, середній розмір зерен - від 1 до 8 мкм, визначена методом БЕТ питома площа поверхні - від 0,2 до 5 м²/г, температура займання - від 160 °C до 400 °C і вище в окремих випадках, причому одержують продукти з відтворюваним гранулометричним складом. Комбінація середнього розміру зерен та питомої площі поверхні в межах відповідних зазначених діапазонів параметрів вихідної оксидної сполуки разом із наведеним мінімальним вмістом дозволяє одержати бажаний продукт.

Як відновлювальні засоби переважно можуть бути застосовані лужноземельні та лужні метали, а також їх відповідні гідриди. Особливо переважно застосовують магній, кальцій, гідрид кальцію та барій або певні суміші цих речовин. Переважно мінімальна чистота відновлювального засобу становить щонайменше 99 мас. %, особливо переважно 99,5 мас. %.

Залежно від вмісту легувального засобу одержують порошкоподібні чисті сплави металів, частково гідровані порошки сплавів металів або порошки сплавів гідридів металів. Чим вище вміст водню і чим більше вміст легуючого елемента в продукті, одержаному цим способом, тим довшою є тривалість горіння, тобто порошок сплаву металів горить повільніше, і тим вищою є температура займання (порошок сплаву металів займається при вищій температурі), і навпаки.

Вилуговування продукту реакції переважно здійснюють із застосуванням концентрованої соляної кислоти, яку особливо переважно застосовують у невеликому надлишку.

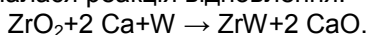
Далі винахід пояснюється детальніше за допомогою прикладів:

Приклад 1: Виготовлення порошку сплаву цирконій/вольфрам, цільовий склад 50/50 (Zr/W)

21,6 кг ZrO₂ (порошкоподібний оксид цирконію, природний баделеїт) із такими параметрами: ZrO₂+HfO₂ мін. 99,0 мас. %, HfO₂ від 1,0 до 2,0 мас. %, SiO₂ макс. 0,5 мас. %, TiO₂ макс. 0,3 мас. %, Fe₂O₃ макс. 0,1 мас. %, втрати при прожарюванні макс. 0,5 мас. %, середній розмір зерен (FSSS) від 4 до 6 мкм, частка моноклінної кристалічної структури мін. 96 мас. %, питома площа поверхні (визначена методом БЕТ) від 0,5 до 1,5 м²/г, та

16,0 кг порошку металевого вольфраму з такими параметрами: W мін. 99,95 мас. % (без кисню), кисень макс. 0,5 мас. %, Al макс. 10 м.ч., Cr макс. 80 м.ч., Cu макс. 5 м.ч., Fe макс. 100 м.ч., Mo макс. 100 м.ч., Na макс. 20 м.ч., Ni макс. 100 м.ч., Si макс. 30 м.ч., середній розмір частинок (FSSS) 0,7 мкм \pm 0,1 мкм, набивна густина від 0,150 до 0,220 дм³/кг, насипна густина від 0,570 до 0,740 г/л, та

31,5 кг кальцію в формі грануляту з такими параметрами: Ca мін. 99,3 мас. %, Mg макс. 0,7 мас. %, перемішували з ZrO₂ і W разом у змішувачі протягом 20 хвилин в атмосфері аргону. Потім суміш заклали в контейнер. Контейнер встановили в піч, яку потім зачинили і заповнили аргонном до досягнення надлишкового тиску 100 гПа. За годину реакційну піч нагріли до температури близько 1250 °C. Як тільки температура реакційної маси досягла температури печі, почалася реакція відновлення:



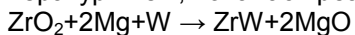
Через шістдесят хвилин після вмикання підігріву печі його вимкнули. Після зниження температури до значення менше 50 °C реакційну масу видалили з тигля і піддали вилугуванню із застосуванням концентрованої соляної кислоти. Одержали металевий порошок сплаву цирконій/вольфрам такого складу мас. %: 96,1 % Zr+Hf+W, 2,2 % Hf, 0,7 % O, 0,06 % N, 0,38 % Mg, 0,076 % Fe, 0,25 % Al, середній розмір зерен 1,2 мкм, гранулометричний склад d50: 2,8 мкм, питома площа поверхні: 0,5 м²/г, температура займання: 220 °C, тривалість горіння: 55 с/50 см.

Приклад 2: Виготовлення порошку сплаву цирконій/вольфрам, цільовий склад 50/50 (Zr/W)

16,2 кг ZrO₂ (порошкоподібний оксид цирконію) з такими параметрами: ZrO₂ + HfO₂ мін. 99,0 мас. %, HfO₂ від 1,0 до 2,0 мас. %, SiO₂ макс. 0,2 мас. %, TiO₂ макс. 0,25 мас. %, Fe₂O₃ макс. 0,02 мас. %, втрати при прожарюванні макс. 0,4 %, середній розмір зерен (FSSS) від 3 до 5 мкм, частка моноклінної кристалічної структури мін. 96 %, питома площа поверхні (визначена методом BET) від 3,0 до 4,0 м²/г, та

12,0 кг порошку металевого вольфраму з такими параметрами: W мін. 99,95 мас. % (без кисню), кисень макс. 0,5 мас. %, Al макс. 10 м.ч., Cr макс. 80 м.ч., Cu макс. 5 м.ч., Fe макс. 100 м.ч., Mo макс. 100 м.ч., Na макс. 20 м.ч., Ni макс. 100 м.ч., Si макс. 30 м.ч., середній розмір частинок (FSSS) 0,7 \pm 0,1 мкм, набивна густина від 0,150 до 0,220 дм³/кг, насипна густина від 0,570 до 0,740 г/л, та

7,2 кг Mg (магнію в формі стружок) з такими параметрами: Mg мін. 99,5 мас. %, насипна густина макс. від 0,3 до 0,4 г/см³, закладали в контейнер та аналогічно Прикладу 1 вставляли у піч. Піч нагрівали до температури 1050 °C. Як тільки температура реакційної суміші досягла температури печі, почалася реакція відновлення:



Підігрів печі вимкнули через 20 хвилин після початку реакції. Після зниження температури до значення < 50 °C реакційну масу вийняли з тигля і піддали вилугуванню із застосуванням концентрованої соляної кислоти. Одержали металевий порошок сплаву цирконій/вольфрам такого складу мас. %: 97,9 % Zr+Hf+W, 53 % Zr, 0,9 % Hf, 44 % W, 0,083 % Fe, 0,075 % Al, 0,19 % Mg, 0,087 % Si, 0,04 % N, середній розмір частинок 1,2 мкм, гранулометричний склад d50: 2,6 мкм, температура займання: 200 °C, тривалість горіння: 44 с/50 см.

Приклад 3:

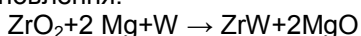
Виготовлення порошку сплаву цирконій/вольфрам, цільовий склад 40/60 (Zr/W)

13,0 кг ZrO₂ (порошкоподібний оксид цирконію) з такими параметрами: ZrO₂ + HfO₂ мін. 99,0 мас. %, HfO₂ від 1,0 до 2,0 мас. %, SiO₂ макс. 0,2 мас. %, TiO₂ макс. 0,25 мас. %, Fe₂O₃ макс. 0,02 мас. %, втрати при прожарюванні макс. 0,4 мас. %, середній розмір зерен (FSSS) від 3 до 5 мкм, частка моноклінної кристалічної структури мін. 96 мас. %, питома площа поверхні (визначена методом BET) від 3,0 до 4,0 м²/г, та

14,4 кг порошку металевого вольфраму з такими параметрами: W мін. 99,95 мас. % (без кисню), кисень макс. 0,5 мас. %, Al макс. 10 м.ч., Cr макс. 80 м.ч., Cu макс. 5 м.ч., Fe макс. 100 м.ч., Mo макс. 100 м.ч., Na макс. 20 м.ч., Ni макс. 100 м.ч., Si макс. 30 м.ч., середній розмір частинок (FSSS) 0,7 \pm 0,1 мкм, набивна густина від 0,150 до 0,220 дм³/кг, насипна густина від 0,570 до 0,740 г/л, та

5,8 кг Mg (магній у формі стружок) із такими параметрами: Mg мін. 99,5 мас. %, насипна густина макс. від 0,3 до 0,4 г/см³

аналогічно Прикладу 1 заклали в контейнер і встановили в піч. Піч нагріли до температури 1050 °C. Як тільки температура реакційної суміші досягла температури печі, почалася реакція відновлення:



Підігрів печі вимкнули через 20 хвилин після початку реакції. Після зниження температури до значення $< 50^{\circ}\text{C}$ реакційну масу вийняли з тигля і піддали вилугуванню із застосуванням концентрованої соляної кислоти. Одержали металевий порошок сплаву цирконій/вольфрам такого складу мас. %: 97,8 % Zr+Hf+W, 41 % Zr, 0,78 % Hf, 56 % W, 0,028 % Fe, 0,090 % Al, 0,14 % Mg, 0,097 % Si, 0,14 % H, середній розмір частинок 1,2 мкм, гранулометричний склад d50: 2,2 мкм, температура займання: 200°C , тривалість горіння: 37 с/50 см.

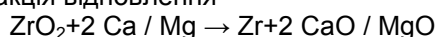
Приклад 4: Виготовлення порошку сплаву цирконій/нікель, цільовий склад 70/30 (Zr/Ni)

36 кг ZrO_2 (порошкоподібний оксид цирконію) з такими параметрами: $\text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2$ мін. 98,5 мас. %, HfO_2 від 1,0 до 2,0 мас. %, SiO_2 макс. 0,6 мас. %, TiO_2 макс. 0,15 мас. %, Fe_2O_3 макс. 0,05 мас. %, Na_2 до макс. 0,3 мас. %, втрати при прожарюванні макс. 0,5 мас. %, середній розмір зерен (FSSS) від 1,7 до 2,3 мкм, та

26,4 кг Ca (кальцій у формі стружок) із такими параметрами: Ca мін. 98,5 мас. %, Mg макс. 0,5 мас. %, та

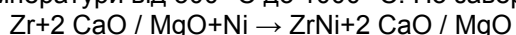
2,0 кг Mg (магній у формі стружок) із такими параметрами: Mg мін. 99,5 мас. %, насипна густина макс. від 0,3 до 0,4 г/см³

перемішували разом у змішувачі протягом 20 хвилин в атмосфері аргону. Потім суміш заклали в резервуар. Резервуар встановили в піч, яку потім зачинили і заповнили аргonom до досягнення надлишкового тиску 100 гПа. Через годину реакційну піч нагріли до температури близько 1250°C . Як тільки температура реакційної маси досягла температури печі, почалася реакція відновлення



Через шістьдесят хвилин після вмикання підігріву печі його вимкнули. Після зниження температури до значення менше 50°C реакційну масу видалили з тигля і разом із 13 кг Ni (порошок) із такими параметрами: C макс. 0,1 мас. %, Fe макс. 0,01 мас. %, O макс. 0,15 мас. %, S макс. 0,002 мас. %, середній розмір зерен (FSSS) від 4 до 6 мкм змішували в змішувачі протягом 30 хвилин.

Потім суміш заклали в резервуар. Резервуар встановили в піч, яку потім зачинили і заповнили аргonom до досягнення надлишкового тиску 100 гПа. Реакційну піч нагрівали до температури від 500°C до 1000°C . По завершенні реакції легування:



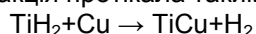
реакційну масу вийняли з тигля і піддали вилугуванню із застосуванням концентрованої соляної кислоти. Одержали металевий порошок сплаву цирконій/нікель такого складу: 98,3 мас. % Zr+Ni (вкл. Hf), Zr 70,2 мас. %, Ni 28,1 мас. %, Hf 1,4 мас. %, Ca 0,09 мас. %, Fe 0,046 мас. %, Al 0,13 %, S 0,003 %, тривалість горіння: 210 с/50 см, температура займання: 40°C , середній розмір зерен (FSSS): 4,2 мкм.

Приклад 5: Виготовлення порошку сплаву титан/мідь, цільовий склад 75/25 (Ti/Cu)

1,2 кг TiH_2 (порошкоподібний гідрид титану) з такими параметрами: TiH_2 мін. 98,8 мас. %, H мін. 3,8 мас. %, N макс. 0,3 мас. %, Mg макс. 0,04 мас. %, Fe макс. 0,09 мас. %, Cl макс. 0,06 мас. %, Ni макс. 0,05 мас. %, Si макс. 0,15 мас. %, C макс. 0,03 мас. %, середній розмір зерен (FSSS) від 3 до 6 мкм, та

10,0 кг Cu (мідь у формі порошку) з такими параметрами: Cu мін. 99,3 мас. %, насипна густина від 2,6 до 2,8 кг/дм³, розмір частинок за даними ситового аналізу (розмір чарунок сита 325) від 50 до 65 мкм, розмір частинок за даними ситового аналізу (розмір чарунок сита 150) від 10 до 20 мкм,

перемішували разом у змішувачі протягом 20 хвилин в атмосфері аргону. Потім суміш порціями 5 кг нанесли на металеві листи. Металеві листи вставили в піч, яку потім зачинили і заповнили аргonom до досягнення надлишкового тиску 100 гПа. Після цього піч вакуумували. Реакційну піч у кілька стадій нагрівали протягом 6 годин до макс. температури близько 800°C . Реакція протікала таким чином:



Приблизно через 4 години (залежно від тиску в печі) підігрів печі вимкнули. Після охолодження печі до кімнатної температури вийняли масу і подрібнили агломерати. Одержали сплав TiCu з такими параметрами, мас. %: 72,4 % Ti, 25,3 % Cu, 1,4 % O, 0,02 % H, 0,05 % Al, 0,02 % Fe, 0,005 % Mg, Cd $< 0,001$ %, Zn $< 0,002$ %, Hg $< 0,0002$ %, гранулометричний склад d50: 17,7 %, середній розмір зерен (FSSS): 9,4 мкм.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб виготовлення порошків сплавів на основі титану, цирконію та гафнію, легованих елементами Ni, Cu, Ta, W, Re, Os та Ir, за яким оксид Ti та/або Zr, та/або Hf змішують з металевим порошком вищезазначених легуючих елементів та відновлювальним засобом і цю суміш нагрівають у печі в атмосфері аргону, поки не почнеться реакція відновлення, продукт реакції піддають вилугуванню, після чого промивають і висушують, який **відрізняється** тим, що використовуваний оксид має середній розмір зерен (FSSS) від 0,5 до 20 мкм, питому площу поверхні, визначену методом BET, від 0,5 до 20 м²/г і мінімальний вміст 94 мас. % оксиду Ti та/або Zr, та/або Hf.
2. Спосіб за пунктом 1, який **відрізняється** тим, що нагрівання суміші здійснюють в присутності водню.
3. Спосіб за будь-яким з пунктів 1, 2, який **відрізняється** тим, що розмір зерен використовуваних легуючих елементів становить від 0,5 до 15 мкм.
4. Спосіб за будь-яким з пунктів 1, 3, який **відрізняється** тим, що мінімальна чистота легуючих елементів становить 99,5 мас. %.
5. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-4, який **відрізняється** тим, що частка Si-, Fe- та Al-вмісних сторонніх домішок у легуючих елементах становить <0,1 мас. %.
6. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-5, який **відрізняється** тим, що суміш нагрівають у печі до температури від 800 до 1400 °C.
7. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-6, який **відрізняється** тим, що нагрівання і відновлення суміші здійснюють в атмосфері He та/або Ar, та/або H₂, та/або N₂.
8. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-7, який **відрізняється** тим, що середній розмір зерен використовуваного оксиду становить від 1 до 6 мкм.
9. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-8, який **відрізняється** тим, що питома площа поверхні використовуваного оксиду, визначена методом BET, становить від 1 до 12 м²/г.
10. Спосіб за пунктом 9, який **відрізняється** тим, що питома площа поверхні використовуваного оксиду, визначена методом BET, становить від 1 до 8 м²/г.
11. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-10, який **відрізняється** тим, що мінімальна чистота використовуваного оксиду становить 96 мас. %.
12. Спосіб за пунктом 11, який **відрізняється** тим, що мінімальна чистота використовуваного оксиду становить 99 мас. %.
13. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-12, який **відрізняється** тим, що частка кожної з Fe- та Al-вмісних сторонніх домішок в оксиді становить <0,2 мас. % (в розрахунку на оксид).
14. Спосіб за пунктом 13, який **відрізняється** тим, що частка кожної з Fe- та Al-вмісних сторонніх домішок в оксиді становить <0,1 мас. % (в розрахунку на оксид).
15. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-14, який **відрізняється** тим, що частка Si-вмісних сторонніх домішок в оксиді становить <1,5 мас. % (в розрахунку на SiO₂).
16. Спосіб за пунктом 15, який **відрізняється** тим, що частка SiO₂-вмісних сторонніх домішок в оксиді становить <0,3 мас. % (в розрахунку на SiO₂).
17. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-16, який **відрізняється** тим, що частка Na-вмісних сторонніх домішок в оксиді становить <0,05 мас. % (в розрахунку на Na₂O).
18. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-17, який **відрізняється** тим, що частка P-вмісних сторонніх домішок в оксиді становить <0,2 мас. % (в розрахунку на P₂O₅).
19. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-18, який **відрізняється** тим, що втрата оксиду при додатковому прожарюванні при температурі 1000 °C становить <1 мас. %.
20. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-19, який **відрізняється** тим, що набивна густина оксиду згідно зі стандартом EN ISO 787-11 становить від 800 до 1600 кг/м³.
21. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-20, який **відрізняється** тим, що частка оксиду до 15 мас. % заміщена добавками MgO, CaO, Y₂O₃ або CeO₂.
22. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-21, який **відрізняється** тим, що як відновлювальний засіб застосовують лужноземельні та/або лужні метали, та/або їх гідриди.
23. Спосіб за пунктом 22, який **відрізняється** тим, що як відновлювальний засіб застосовують Mg, Ca, CaH₂ або Ba.
24. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-23, який **відрізняється** тим, що мінімальна чистота відновлювального засобу становить 99 мас. %.
25. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-24, який **відрізняється** тим, що відновлення продукту реакції здійснюють з застосуванням соляної кислоти.

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601