



УКРАЇНА

(19) UA (11) 52583 (13) U  
(51) МПК (2009)  
С30В 1/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ МЕТАЛЕВИХ МОНОКРИСТАЛІВ

1

2

(21) u201004809

(22) 21.04.2010

(24) 25.08.2010

(46) 25.08.2010, Бюл.№ 16, 2010 р.

(72) ЛОБОДЮК ВАЛЕНТИН АНДРІЙОВИЧ, ЛИТ-  
ВИНЕНКО ЮРІЙ МИХАЙЛОВИЧ, СИЧ ТЕТЯНА  
ГРИГОРІВНА

(73) ІНСТИТУТ МЕТАЛОФІЗИКИ ІМ. Г.В. КУРДЮ-  
МОВА НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ

(57) Спосіб одержання металевих монокристалів,  
що включає нагрів масивного металевого зразка

до температури переходу в монокристалічний стан, який **відрізняється** тим, що нагрівають з одного кінця масивний металевий зразок, який знаходиться в аморфному стані, до температури кристалізації в твердому стані та здійснюють його поступове переміщення відносно температурної діафрагми, нагрітої до температури кристалізації в твердому стані, в напрямку руху кристалізаційного фронту.

Корисна модель стосується металургії, зокрема, одержання монокристалів із аморфного стану, і може бути використана для вирощування монокристалів металевих сплавів.

Всі існуючі способи отримання монокристалів можна розділити на декілька груп. Найбільш поширеними способами є:

- Метод Бріджмена: монокристал вирощують із розплаву в тиглі, що поступово рухається із гарячої зони через холодну діафрагму (див., наприклад, Р. Лодиз, Р. Паркер. Рост монокристаллов // Изд-во «Мир». - Москва. - 1974. - С. 176).

Недоліками способу є: необхідність нагріву до високих температур (вище температури плавлення), мала швидкість вирощування монокристала, можлива зміна концентрації сплаву та неможливість керування формою вирощуваного монокристалу.

- Метод Чохральського - Степанова: вирощування монокристалів з використанням затравки, яку разом із розплавом поступово переміщують в холодну зону (див., наприклад, Х.С. Багдасаров. Основные методы выращивания монокристаллов. // В кн. «Современная кристаллография». Т. 3. // Изд-во «Наука». - Москва. - 1980. - С. 345-375; А.В. Степанов. Выращивание монокристаллов определенной формы. // В кн. «Проблемы современной кристаллографии». // Изд-во «Наука». - Москва. - 1975. - С. 66-79).

Недоліками способу є: необхідність попереднього виготовлення монокристалічної затравки, нагріву сплаву до високих температур, викорис-

тання складного та дорогоцінного обладнання, мала швидкість вирощування, можлива зміна хімічного складу сплаву внаслідок витримки при високих температурах та висока ціна виготовлення монокристала.

- Метод зонної плавки із температурним градієнтом (див., наприклад, Х.С. Багдасаров. Основные методы выращивания монокристаллов. // В кн. «Современная кристаллография». Т. 3. // Изд-во «Наука». - Москва. - 1980. - С. 345-375).

Недоліками способу є: необхідність нагріву та витримки сплаву при високих температурах, використання складного обладнання, необхідність використання в багатьох випадках високого вакууму або інертного газу, наприклад аргону, що суттєво ускладнює процес.

Відомі також способи одержання монокристалів (крупнокристалічних зерен) шляхом рекристалізації попередньо відпалених або деформованих зразків (пластин) (див. патенти США:

1. Matsuzawa; Soichiro (Kuwana, JP), Mase; Syunzo Matsuzawa. Method for producing a single crystal. № 4,444,615. April 24, 1984.

2. Kortovich, Jr.; Charles S. (Euclid, OH), Guenin; Bruce M. (University Heights, OH). Method of producing a single crystal article. 4,385,939. May 31, 1983).

Недоліками даних способів є: необхідність попередніх високих деформацій зразка для отримання сильно дефектних структур з наступного температурною витримкою або довготривалого відпалу зразка при високих температурах, суттєво

(13) U

(11) 52583

(19) UA

вищих за температуру рекристалізації, часто з використанням вакууму або атмосфери інертного газу, для одержання бездефектних структур. Крім того, до недоліків відноситься неможливість отримання монокристалів значних розмірів.

Найбільш близьким за технічною суттю та результатом, що досягається, до способу, який заявляється, є спосіб одержання металевих монокристалів шляхом деформації на 40-60%, нагріву масивного металевого зразка, що знаходиться в полікристалічному стані, до температури переходу в монокристалічний стан (температури рекристалізації 600-800°C) та його витримки (відпалу) протягом значного часу при цій температурі з наступним охолодженням до кімнатної температури (див. Matsuzawa; Soichiro (Toyoake, JP), Mase; Syunzo (Tobishima, JP). Method for producing a single crystal. Патент США № 4,402,787. September 6, 1983).

Недоліками даного способу є: необхідність попередньої деформації зразка та нагріву його до високих температур для попереднього отримання великого зерна, яке при наступній витримці (відпалу) при температурі рекристалізації слугує зародком для наступного одержання монокристалу; значний час витримки при високих температурах, часто з використанням вакууму або атмосфери інертного газу та, в багатьох випадках, неможливість вирощування достатньо великих монокристалів. Таким способом найчастіше одержують зразки з великими зернами, що мають не дуже широке технічне застосування і, в основному, використовують для проведення наукових досліджень. Реалізація цієї технології потребує складного та дорогоцінного обладнання.

В основу корисної моделі поставлена задача розробки нової технології одержання металевих монокристалів із аморфних масивних зразків шляхом їх поступового переміщення через діафрагму, нагріву до температури переходу із аморфного в кристалічний стан - температури кристалізації в твердому стані. Такий спосіб дозволяє отримувати однорідні по хімічному складу монокристали без використання складного та дорогоцінного обладнання, без попередньої деформації, яку не завжди можливо проводити внаслідок крихкості сплаву, та без попереднього нагріву до високих температур і довготривалої витримки при температурах рекристалізації, інколи у вакуумі або в атмосфері інертного газу, щоб запобігти окисленню.

Поставлена задача вирішується за рахунок того, що в способі одержання металевих монокристалів, що включає нагрів масивного металевого зразка до температури переходу в монокристалічний стан, згідно з корисною моделлю, нагрівають з одного кінця масивний металевий зразок, який

знаходиться в аморфному стані, до температури кристалізації в твердому стані та здійснюють його поступове переміщення відносно температурної діафрагми, нагрітої до температури кристалізації в твердому стані, в напрямку руху кристалізаційного фронту.

Спочатку вже розробленими (відомими) способами отримують аморфний масивний зразок товщиною (діаметром) 0,5÷3мм заданого складу, потім з одного кінця нагрівають його до попередньо визначеної температури кристалізації в твердому стані (температури переходу із аморфного в кристалічний стан) для утворення зародку кристалічної фази та поступово протягують зразок через температурну діафрагму, яка нагріта до температури кристалізації в твердому стані, або переміщують температурну діафрагму вздовж масивного аморфного зразка, переводячи його в монокристалічний стан. Монокристалічний стан отримують за рахунок того, що початковий нагрів аморфного зразка з одного кінця призводить до зародку в цій ділянці кристалічної фази та її росту в напрямку аморфної фази при поступовому переміщенні температурного поля із заданою температурою переходу із аморфного в кристалічний стан вздовж зразка. Ця процедура переводить аморфний стан зразка в монокристалічний.

Приклад здійснення корисної моделі.

Аморфний масивний зразок діаметром 2мм із сплаву Zr-Ti-Al-(Cu,Ni) нагрівали з одного кінця до температури 741K, витримували 15 хвилин для утворення зародку кристалічної фази і поступово переміщували температурне поле вздовж зразка із швидкістю 10мм/хв. в напрямку кристалізаційного фронту. В результаті аморфний стан зразка перейшов в монокристалічний при повному зберіганні хімічного складу вихідного матеріалу.

Таким чином, запропонований спосіб дозволяє виключити попередній нагрів до високих температур, який необхідний для отримання великого зерна в полікристалічному зразку, яке буде слугувати зародком монокристалу, значно знизити температуру, необхідні для одержання монокристала, та скоротити час витримки для вирощування монокристала, відпадає також необхідність в попередньому деформуванні для проведення подальшої рекристалізації та проведення процесу у вакуумі або атмосфері інертного газу. В запропонованому способі повністю зберігається хімічний склад використаного матеріалу, оскільки відсутній нагрів до високих температур.

Промислова придатність. Спосіб може бути використаний на металургійних підприємствах для одержання масивних монокристалів різних металів та сплавів.