



УКРАЇНА

(19) UA (11) 56006 (13) U  
(51) МПК-2011.01  
C22C 1/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ СПЛАВУ НА ОСНОВІ ГАФНІЮ

1

(21) u201013981

(22) 23.11.2010

(24) 27.12.2010

(46) 27.12.2010, Бюл.№ 24, 2010 р.

(72) ЧОРНОБУК СЕРГІЙ ВОЛОДИМИРОВИЧ, МАКАРА ВОЛОДИМИР АРСЕНІЙОВИЧ, КЕПИЧ ТІБЕРІЙ ЮРІЙОВИЧ

(73) НАВЧАЛЬНО-НАУКОВИЙ ЦЕНТР "ФІЗИКО-ХІМІЧНЕ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО" КИЇВСЬКОГО УНІВЕРСИТЕТУ ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА ТА НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ

(57) 1. Спосіб отримання сплаву на основі гафнію шляхом плавлення вихідних компонентів гафнію та бору в інертному середовищі або у вакуумі, до одержання матеріалу евтектичного типу, який **відрізняється** тим, що як вихідні компоненти беруть компонент шихти гафнію та дибориду гафнію, частинки якого дисперсністю 5-10 мкм попередньо спікають при температурі 1400-2000градусів по Цельсію і тиску 20-50 МПа з наступним подрібненням до 0,5-2 мм, при цьому отриманий після спікання порошок дибориду гафнію змішують з гафнієм у співвідношенні 1:11 і сплавляють його при умовах інертного середовища та підвищеного тиску до 0,1 Па до одержання сплаву.

2

2. Спосіб отримання сплаву на основі гафнію за п. 1, який **відрізняється** тим, що одержаний сплав є матеріалом евтектичного типу.

3. Спосіб отримання сплаву на основі гафнію за п. 1, який **відрізняється** тим, що одержаний сплав має температуру евтектики приблизно 1900 °С.

4. Спосіб отримання сплаву на основі гафнію за п. 1, який **відрізняється** тим, що одержаний сплав містить структурований гафній у вигляді включень довжиною від декількох до десятків мікрон і товщиною від 50 нм, які рівномірно розподілені в металевій матриці, ці включення можуть формувати пучки товщиною 1-3 мкм.

5. Спосіб отримання сплаву на основі гафнію за п. 1, який **відрізняється** тим, що мікротвердість одержаного сплаву складає  $4,0 \pm 0,2$  ГПа плюс температуру евтектики приблизно 1900 °С, також він може містити структурований гафній у вигляді включень довжиною від декількох до десятків мікрон і товщиною від 50 нм, які рівномірно розподілені в металевій матриці, ці включення можуть формувати пучки товщиною 1-3 мкм, мікротвердість одержаного матеріалу може складати  $4,0 \pm 0,2$  ГПа.

Пропонована корисна модель відноситься до області кольорової металургії, а саме до одержання конструкційних сплавів на основі гафнію, які можуть бути використані в різних галузях промисловості й особливо перспективні у атомній промисловості для виготовлення деталей регулюючих органів атомних реакторів.

З рівня техніки відомо, що гафній характеризується високою механічною міцністю і пластичністю, високою корозійною стійкістю і має високий опір до радіаційних пошкоджень.

Такий комплекс характеристик робить його придатним для використання в якості матеріалу регулюючих стержнів ядерних реакторів, охолоджуваних водою. Однак, при використанні гафнію в інших типах ядерних реакторів йому повинні бути притаманні інші механічні і корозійні властивості. Наприклад, в реакторах, що охолоджуються газом чи рідкими металевими охолоджувачами, при під-

вищених температурах потрібні стержні із матеріалу із вищою міцністю. Одним із ефективних методів підвищення міцності гафнію є використання механізму дисперсійного зміцнення. У якості зміцнюючої фази доцільно використовувати борвмісні компоненти, що пов'язано з специфічними ядерними властивостями бору. Крім того, з метою підвищення міцнісних властивостей при розробці складу сплавів крім твердо розчинного зміцнення варто враховувати можливість реалізації евтектичного механізму зміцнення. Ефективність такого механізму зміцнення підвищується, якщо в ході евтектичного перетворення утворюється високоміцна тугоплавка армуюча фаза, що особливо важливо для сплавів високотемпературного застосування.

Відомі способи отримання вказаних сплавів шляхом дугового чи електронно-променевого плавлення суміші гафнію з бором. Найбільш близьким

(13) U

(11) 56006

(19) UA

з відомих є спосіб отримання сплавів гафнію з бором шляхом високотемпературного пресування дрібнодисперсних порошків гафнію і бору в графітових прес-формах у вакуумі чи в інертному середовищі. [1]

В основу представленої корисної моделі поставлено задачу отримання сплаву на основі гафнію з бором з підвищеними по відношенню до чистого гафнію механічними властивостями.

Технічна задача досягається тим, що у якості вихідних компонентів використовують компонент шихти гафнію та дибориду гафнію, і піддають жаргонно-дуговому плавленню, в результаті чого отримують матеріал складу гафній-моноборид гафнію зі структурою евтектичного типу. Отриманий сплав має склад, ваг. %:

Бор	0,9%
Гафній	решта

Суть корисної моделі полягає в тому, що заявляється спосіб отримання сплаву на основі гафнію шляхом плавлення вихідних компонентів гафнію та бору в інертному середовищі або у вакуумі, до одержання матеріалу евтектичного типу, який відрізняється тим, що як вихідні компоненти беруть компонент шихти гафнію та дибориду гафнію, частинки якого дисперсністю 5-10мкм попередньо спікають при температурі 1400-2000 градусів по Цельсію і тиску 20-50МПа з наступним подрібненням до 0,5-2мм, причому отриманий після спікання порошок дибориду гафнію змішують з гафнієм у співвідношенні 1:11 і сплавляють його при умовах інертного середовища та підвищеного тиску до 0,1Па до одержання сплаву. Одержаний сплав є матеріалом евтектичного типу. Одержаний матеріал може мати температуру евтектики приблизно 1900°C, також він може містити структурований гафній у вигляді включень довжиною від декількох до десятків мікрон і товщиною від 50нм, які рівномірно розподілені в металевій матриці. Ці включення можуть формувати пучки товщиною 1-3мкм. Мікротвердість одержаного матеріалу може скласти 4,0±0,2ГПа.

Приклад конкретного виконання.

Порошок дибориду гафнію з дисперсністю 5-1мкм спікають у графітовій прес-формі при температурі 1700°C і тиску 35МПа протягом 5хв. І після

спікання подрібнюють до розміру частинок 0,5-2мм. Отриманий порошок змішують зі стружкою гафнію у масовому відношенні 1:11 відповідно і поміщають у мідний водоохолоджуваний тигель. 3 камери дугової печі відкачують повітря до тиску 0,1Па, а потім заповнюють аргонном. Плавлення проводять протягом 2-3хв., струм дуги коливається межах 400-600А.

З отриманих виливків були виготовлені зразки для дослідження макро- і мікроструктури, визначення фазового складу, вимірювання мікротвердості. Мікроструктура вивчалась методом растрової електронної мікроскопії на мікроскопі ULNRA plus Carl Zeiss SMT/NTS. Для виявлення мікроструктури сплавів використовували універсальний протравлювач гафнію - водяний розчин плавикової й азотної кислот. Уточнення фазового складу проводили методами мікрорентгеноспектрального аналізу.

За даними рентгеноструктурного аналізу в отриманих матеріалах параметри ґратки гафнію (a=b=3.2029Å) суттєво завищені в порівнянні з відповідними значеннями для чистого гафнію (a=b=3.1940Å, c=5,0520Å). Вказаний факт свідчить про утворення в даній системі твердого розчину бору в гафнії (границя розчинності бору в гафнії складає 2ат. % [2]).

Моноборид гафнію має орторомбічну ґратку типу B27 з параметрами a=6,5220Å, b= 3.2413Å, c=4.9324Å.

Отриманий матеріал характеризується структурою евтектичного типу з температурою евтектики приблизно 1900°C. моноборид гафнію структурується у вигляді голкоподібних включень довжиною від декількох до десятків мікрон і товщиною від 50нм, які рівномірно розподілені в металевій матриці. Ці включення можуть формувати пучок товщиною 1-3мкм.

Мікротвердість отриманого матеріалу складає 4,8±0,2ГПа, що вдвічі перевищує відповідну величину для чистого гафнію.

В табл. 1 представлено склад і мікротвердість заявленого матеріалу, а також, для порівняння, мікротвердість чистого гафнію.

Таблица 1

№	Хімічний склад, %ваг		Фазовий склад, % ваг.		Мікротвердість Н <sub>V</sub> , ГПа
	Hf	B	Hf	HfB	
1	99.1	0.9	84.3	15.7	4,8
2	100	-	100	-	2,4

Посилання на літературу:

1. Металлургия гафния / Под ред. Д.Е.Томаса и Е.Г.Хейса. МЛ: Металлургия, 1967.

• Химия гафния / И.А. Шека, К.Ф. Карлышева. Киев: Наукова думка, 1972

• Диаграммы состояния двойных металлических систем. Том 1. / Под ред. Н.П. Лякишева. Москва: Машиностроение, 1996.

• Электронная плавка металлов. / Пер. с англ. Под ред. М.А. Маураха. М.: Мир, 1964.

• Бочаров О.В., Зверев В.О. Электронно-лучевая плавка и обработка гафния давлением. М. ВНИИНМ. 1982. С.25.

• К.В.Ковтун, Т.П. Старолат, В.М.Ажажа. / Гафний в атомной энергетике: Обзор. -Харьков: ННЦ ХФТИ, 2002. - 64 с.

2. Rudy E., Benesovsky F. Monatsh.Chem., 1961, Bd 92, S.415-441

