



УКРАЇНА

(19) UA (11) 29096 (13) A

(51) 6 C23C10/08

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС

### ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

#### (54) СКЛАД СУМІШІ ДЛЯ ВОЛЬФРАМУВАННЯ ВИРОБІВ ІЗ НІОБІЮ І ТАНТАЛУ

(21) 98010054

(22) 06.01.1998

(24) 16.10.2000

(33) UA

(46) 16.10.2000, Бюл. № 5, 2000 р.

(72) Дзядичевич Юрій Володимирович, Кицкай Любова Іванівна

(73) Дзядичевич Юрій Володимирович, Кицкай Любова Іванівна

(57) Склад суміші для вольфрамування виробів із ніобію і танталу, що містить в собі як джерело ди-

фузії вольфрам, яка **відрізняється** тим, що вона додатково містить фторид одного із металів I-A групи Періодичної системи, при такому співвідношенні компонентів, мас. %:

вольфрам	60-80
фторид металу I-A групи (NaF, KF, RbF)	3-5
розріджувач	решта.

Винахід відноситься до хіміко-термічної обробки металів і сплавів і може знайти застосування для поверхневого зміцнення виробів із ніобію і танталу, які використовуються в електронній, радіотехнічній, ракетній і космічній техніці.

Ніобій, тантал і сплави на їх основі мають велику пластичність, що дозволяє виготовляти із них, за допомогою механічної обробки, вироби складної конфігурації. Одним із недоліків металів є їх низька поверхнева міцність. Для поверхневого зміцнення тугоплавких металів використовують насичення різними елементами, зокрема вольфрамом.

Відомий спосіб осадження вольфраму на ніобії із парів  $WC_{15}$  і водню з використанням тліючого розряду. Виріб із ніобію нагрівається до  $1400^{\circ}C$ , а процес триває до 2 годин (Прокошин Д.А., Арзамасов Б.Н., Рябченко Е.В. Химико-термическая обработка металлов в тлеющем разряде / Химико-термическая обработка стали и сплавов. - М.: Машиностроение, 1969, вып.6. - С. 115-117). Спосіб має такі недоліки:

а) вибухонебезпечність водню;

б) втрата пластичності ніобію, внаслідок росту зерна при нагріві до високої температури.

Найбільш близьким до описаного технічного результату є порошкове середовище для вольфрамування ніобію і танталу (Химико-термическая обработка металлов и сплавов: Справочник / Под ред. Л.С. Ляховича. - М.: Металлургия, 1981. - С. 234-235), яке містить (мас. %): 90% вольфраму, а решта - розріджувач. Температура насичення  $1400^{\circ}C$ , тривалість процесу обирають в залежності від глибини поверхневого зміцнення виробів ніобію і танталу, і вона знаходиться в межах 15-24 годин.

Процес проводять у вакуумі ( $p=1 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст.) (прототип). До недоліків процесу можна віднести:

а) велика енергоємність процесу;

б) значна витрата порошку вольфраму і велика тривалість процесу насичення;

в) втрата пластичності ніобію і танталу, внаслідок росту зерна;

г) налипання порошку вольфраму до поверхні виробів;

д) спікання порошкової суміші.

Мета винаходу - підвищення насичуючої здатності суміші і зменшення енергоємності процесу.

Поставлена мета досягається тим, що в порошкову суміш для вольфрамування виробів із ніобію і танталу, що містить в собі як джерело дифузії порошок вольфраму, додатково вводиться фторид одного із металів I-A групи (NaF, KF, RbF) Періодичної системи при такому співвідношенні компонентів, мас. %

вольфрам	60-80
фторид металу I-A групи	3-5
розріджувач	решта.

Порошок вольфраму є насичуючим агентом. Фторид металу I-A групи (NaF, KF, RbF) Періодичної системи виконує роль активатора процесу вольфрамування. Розріджувач (оксид алюмінію) запобігає спіканню компонентів суміші, а також прип'яканню їх до поверхні тугоплавкого металу.

Порошок вольфраму (ТУ 48-42-274-71) використовують зернистістю 80-100 мкм. Фтористий натрій (ГОСТ 4463-66), фтористий калій (ГОСТ 4522-65), фтористий рубідій (МРТУ 6-09-2969-66) і оксид алюмінію ( $Al_2O_3$ ) марки ГОО (ГОСТ 6912-74) застосовують у вигляді порошоків зернистістю 40-80 мкм.

(19) UA (11) 29096 (13) A

При початковому використанні порошкової суміші, всі компоненти змішують між собою з метою одержання однорідної маси.

Вольфрамівання ніобію і танталу із використанням запропонованого складу порошкової суміші проводять в контейнерах (ящиках) із жаростійкого сплаву, який герметизується плавким затвором. Контейнер має будь-який переріз і розміри його залежать від розмірів і кількості виробів із ніобію і танталу.

Для проведення насичення використовують листовий прокат марки 5ВМЦ-1 (ТУ 48-1303-071-73) і танталу марки ТВЧ-1, із якого виготовляли зразки розміром 10x10x1 мм.

Перед проведенням процесів вольфрамівання контейнер упаковують в такій послідовності.

На дно контейнера насипали однорідну суміш компонентів товщиною 30±5 мм, а потім вставляли зразки ніобію і танталу, відстань між якими складала 7-10 мм, а до стінок контейнера - 15±5 мм. Встановлені зразки повністю засипали сумішшю з одночасним її ущільненням, товщина шару суміші над зразками - 40±5 мм. Після укладання суміші контейнер герметизували шляхом наведення плавкого затвору. Запакований контейнер поміщали в піч із будь-якою атмосферою, яку нагрівають до 1050°C, процес насичення тривав 6 годин.

Під час нагрівання в контейнері відбувається взаємодія фтористого натрію з вольфрамом, внаслідок чого утворюється фторид вольфраму, який є транспортером вольфраму до поверхні ніобію і танталу. Крім цього, насичення ніобію і танталу здійснюється за рахунок безпосереднього контакту порошку вольфраму із ними. Поєднання двох механізмів забезпечує високу швидкість вольфрамівання ніобію і танталу. Зразки ніобію і танталу після вольфрамівання мають рівномірний світло-сірий колір.

Після закінчення процесу контейнер охолоджують разом із пічкою до 20±5°C, а потім його розпаковували і відокремлювали на ситі порошкову суміш від зразків. Суміш зберігають в герметичній тарі з метою запобігання контакту із парами води.

Постійну активність запропонованого складу порошкової суміші підтримують перед кожним її повторним використанням шляхом уведення 2% свіжого порошку вольфраму і 3% активатора. Постійну активність суміші підтримують протягом 15-20 разового її використання. Використовували такі запропоновані склади порошкової суміші, мас. %:

а) вольфрам - 60; фтористий активатор - 3; (NaF, KF, RbF)

оксид алюмінію - решта;

б) вольфрам - 70; фтористий активатор - 4; (NaF, KF, RbF)

оксид алюмінію - решта;

в) вольфрам - 80; фтористий активатор - 5; (NaF, KF, RbF)

оксид алюмінію - решта;

г) вольфрам - 90; оксид алюмінію - решта; вакуум ( $p=1 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст.), температура - 1400°C, тривалість - 6 годин (прототип).

Зменшення вмісту вольфраму і фтористого активатора нижче запропонованих значень зменшує насичувальну здатність суміші, а підвищення їх вмісту призводять до росту насичувальної здатності суміші, але при цьому погіршується якість поверхні ніобію і танталу, спостерігається надмірна витрата порошоків і спікання суміші.

Для вольфрамівання ніобію і танталу в порошковій суміші вище вказаного складу використовували в кожному випадку партію з п'яти зразків розміром 10x10x1 мм. Результати вольфрамівання зразків наведені в таблиці.

Запропонований об'єкт має такі переваги у порівнянні з прототипом: значно підвищується насичувальна здатність суміші (прискорюється процес вольфрамівання), економія електроенергії (на 350°C зменшується температура і в 2 рази тривалість процесу насичення).

Порошкова суміш може знайти застосування для поверхневого зміцнення виробів із фольги, дроту, листового прокату і прутків ніобію і танталу, які використовуються для виготовлення різного типу конструкційних елементів електронних приладів і виробів спеціального призначення.

Таблиця

	Приріст питомої маси, мг/см <sup>2</sup> ·10 <sup>-4</sup>									
	Склад "а"			Склад "б"			Склад "в"			прототип
	NaF	KF	RbF	NaF	KF	RbF	NaF	KF	RbF	
Ніобій	3,2	3,4	7,8	3,7	4,2	8,2	4,3	5,0	10,4	2,4
Тантал	1,4	1,7	3,0	2,1	2,5	6,7	3,2	3,8	6,3	0,8

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)  
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26  
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку \_\_\_\_\_ 2002 р. Формат 60x84 1/8.  
Обсяг \_\_\_\_\_ обл.-вид. арк. Тираж 34 прим. Зам. \_\_\_\_\_

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.  
(044) 268-25-22