

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СПОСОБОВ ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ЛЕГИРОВАНИЯ НА СВОЙСТВА ТАБЛЕТОК ГАФНАТА ДИСПРОЗИЯ

*В.С. Красноруцкий¹, Н.Н. Белаиш¹, И.А. Чернов¹, Е.Б. Валежный¹, С.Ю. Саенко²,
Ф.В. Белкин², А.Е. Сурков², А.В. Пилипенко², С.И. Богатыренко³*

¹*Научно-технический комплекс «Ядерный топливный цикл»,*

²*Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий
Национального научного центра «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина;*

³*Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина
Харьков, Украина*

Представлены результаты исследований влияния режимов вакуумного спекания и квазиизостатического горячего прессования в упругосжимаемой среде в интервале температур 1250...1650 °С на свойства и фазовый состав таблеток гафната диспрозия, являющегося перспективным поглощающим материалом для поглощающих стержней водо-водяных ядерных реакторов. Изучено влияние легирующих добавок на значения плотности и фазовый состав материала таблеток. Установлены режимы спекания и горячего прессования, обеспечивающие получение таблеток высокой плотности с радиационно-стойкой структурой.

ВВЕДЕНИЕ

Повышение ресурса работы ПС СУЗ реактора ВВЭР-1000 до 20 и более лет предполагает использование в конструкциях поглощающих элементов (ПЭЛ) материалов, взаимодействующих с нейтронами по реакции (n, γ) и выполненных в форме таблеток [1, 2]. Одним из наиболее перспективных поглощающих материалов считается гафнат диспрозия [1-3]. Наличие в его составе двух поглощающих элементов Ду и Нf увеличивает физическую эффективность по сравнению с титанатом диспрозия, который используется в настоящее время в ПЭЛ в виде порошка. В системе $Du_2O_3-NfO_2$ в широкой области концентраций удается фиксировать кубический твердый раствор структуры типа флюорита, обладающий повышенной радиационной стойкостью [4, 5].

Процессы изготовления таблеток с высокими физико-механическими характеристиками, коррозионной и радиационной стойкостью ведутся при температурах в интервале 1580...1850 °С [1, 2]. Большая часть работ посвящена исследованию таблеток гафната диспрозия, полученных спеканием на воздухе [2-4]. В работах [1, 6] показана возможность изготовления таблеток гафната диспрозия вакуумным спеканием и горячим прессованием.

Целью настоящей работы являлось исследование влияния легирования оксидами молибдена и ниобия на фазовый состав и свойства таблеток гафната диспрозия в зависимости от режимов вакуумного спекания и квазиизостатического горячего прессования.

1. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА И МАТЕРИАЛЫ

Таблетки гафната диспрозия готовили с использованием трех разных схем (рис. 1). Основные подготовительные операции такие, как приготовление смесей, механическое перемешивание порошков, введение пластификатора, гомогенизация порошка,

формование таблеток, отгонка пластификатора, были одинаковыми в применяемых схемах. На конечной стадии использовали одну из следующих трех операций: вакуумное спекание сырых таблеток из порошковых смесей оксидов гафния и диспрозия (схема I); вакуумное спекание сырых таблеток из порошка гафната диспрозия, полученного путем измельчения заготовок после предварительного спекания смеси оксидов гафния и диспрозия при температуре 1450 °С (схема II); квазиизостатическое горячее прессование в среде сфероидизированного графитового порошка (схема III).



Рис. 1. Схемы изготовления таблеток гафната диспрозия

Спекание таблеток гафната диспрозия (схемы I и II) проводили в высокотемпературной вакуумной печи СШВЕ-1.2,5/25I3 (вакуум 10^{-3} Па) с вольфрамовым нагревателем. Образцы помещали в тигли из окиси алюминия. Температура спекания находилась в интервале значений 1250...1650 °С. Длительность выдержки при температуре спекания составляла от 1 до 7 ч. Средняя скорость нагревания равнялась 15 °С/мин, а охлаждения – 20 °С/мин.

Горячее прессование проводили на установке, описанной в работе [6]. Перед горячим прессованием заготовки таблеток, покрытые слоем защитного материала, помещали с зазорами внутрь графитовой пресс-формы, усиленной обоймой из углеродного композиционного материала, заполняли свободное пространство сфероидизированным графитовым порошком марки 9400 фирмы Superior Graphite (США). Размещали внутри пресс-формы графитовые пуансоны и вставляли пресс-форму в вакуумную камеру установки горячего прессования. Усилие прессования передавалось через штоки от гидропривода, нагрев осуществляли прямым пропусканием тока через графитовый нагреватель. Горячее прессование проводили при температурах в интервале 1250...1650 °С. Давление прессования равнялось 45 МПа. Длительность выдержки под давлением составляла 20 мин. Нагрев изделий осуществляли со скоростью 16 °С/мин, а охлаждали со скоростью 10 °С/мин.

В процессе исследований определяли кажущуюся плотность таблеток методом гидростатического взвешивания, изучали структуру поглощающих материалов с использованием растрового электронного микроскопа ПЭМ-125К, измеряли микротвердость на цифровом микротвердомере LM 700АТ, производили рентгенодифрактометрическую съемку образцов на дифрактометре ДРОН-1,5 (CuK_α -излучение, Ni-фильтр).

Исходя из анализа литературных данных [1, 4, 7], свидетельствующих о положительном влиянии легирования оксидами ниобия и молибдена на стабилизацию структуры типа флюорита в изделиях из оксидов переходных и редкоземельных элементов, для исследований использовали порошковые смеси следующих составов:

- 1) Dy_2O_3 -50 мол.% HfO_2 ;
- 2) Dy_2O_3 -48 мол.% HfO_2 -4 мол.% Nb_2O_5 ;
- 3) Dy_2O_3 -48 мол.% HfO_2 -4 мол.% MoO_3 .

В качестве исходных порошков применяли: Dy_2O_3 (ТУ 48-4-524-90), HfO_2 (ТУ 48-4-201-72), MoO_3 (ТУ 6-09-4471-77), Nb_2O_5 (ТУ 6-09-4047-86).

2. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1. Спекание

Сырые таблетки после формования и отгонки связующего перед спеканием при использовании схем I и II имели значения плотности, соответственно равные 4,3...4,5 и 5,0...5,2 г/см³. Независимо от применяемой схемы изготовления, в результате спекания при температурах до 1450 °С плотность таблеток увеличивалась с повышением температуры по закону, близкому к линейному (рис. 2). Дальнейшее повышение температуры спекания приводило к рез-

кому увеличению плотности таблеток при использовании схемы II, в то время как в результате применения схемы I значения плотности изменялись монотонно.

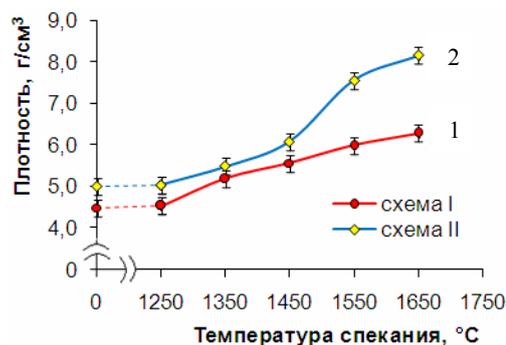


Рис. 2. Зависимость плотности таблеток, изготовленных из смеси (1), от температуры спекания: 1 – схема I; 2 – схема II

Выдержка при температуре 1650 °С в течение 3 ч обеспечивала получение таблеток плотностью 6,3 г/см³ при использовании схемы I и 8,2 г/см³ при использовании схемы II, что свидетельствовало о заметном преимуществе схемы II.

Для изучения влияния легирования на плотность и фазовый состав материала таблеток использовали дополнительно порошковые смеси составов (2) и (3), содержащие Nb_2O_5 и MoO_3 . В дальнейшем спекание таблеток поглощающих материалов, изготовленных из смесей (1)–(3), проводили при температуре 1650 °С. Длительность выдержки при этой температуре составляла 1...7 ч. Результаты выполненных исследований приведены на рис. 3 и 4.

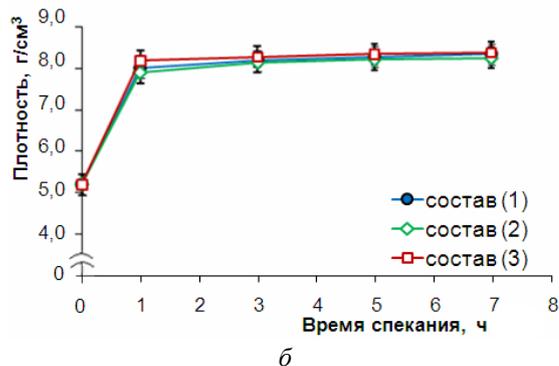
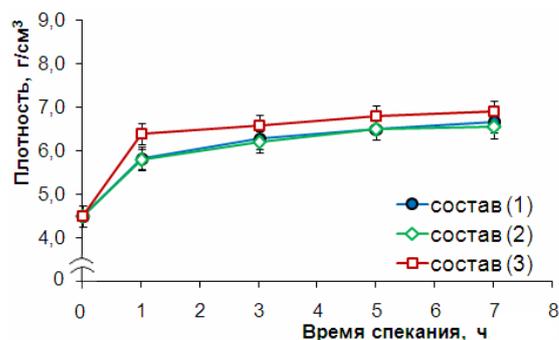


Рис. 3. Зависимость плотности таблеток, изготовленных из смесей (1)–(3), от времени спекания при $T = 1650$ °С: а – схема I; б – схема II

При использовании обеих схем изготовления основное увеличение плотности таблеток наблюдалось в течение первого часа спекания (от 4,5 до 6,3 г/см³, схема I и от 5,2 до 8,2 г/см³, схема II). Дальнейшее увеличение длительности спекания (от 1 до 7 ч) приводило к повышению значений плотности до 6,7 г/см³ при использовании схемы I и до 8,3 г/см³ при использовании схемы II (см. рис. 3,а,б). Использование порошковой смеси состава (3) (включающей MoO₃) обеспечивало увеличение плотности таблеток в начальный момент спекания на ~0,7 г/см³ по сравнению с таблетками, изготовленными из смеси состава (1). При дальнейшем увеличении времени спекания эффективность использования MoO₃ несколько снижалась. Наличие Nb₂O₅ в порошковой смеси заметно не влияло на плотность таблеток.

При использовании схемы II также не выявлено влияния MoO₃ и Nb₂O₅ на увеличение значений плотности таблеток исследуемых поглощающих материалов.

Результаты рентгенографических исследований материалов таблеток, изготовленных из данных порошковых композиций, после спекания в течение часа при температурах 1450 и 1650 °С свидетельствовали о заметном влиянии легирующих добавок на фазовый состав (см. рис. 4). В таблетках, приготовленных из порошковой смеси (1), даже после спекания при температуре 1650 °С не происходил синтез фазы Hf_{1-x}Dy_xO_y гафната диспрозия [8] в полном объеме, о чем свидетельствовало наличие небольшого количества исходных оксидов (см. рис. 4,а).

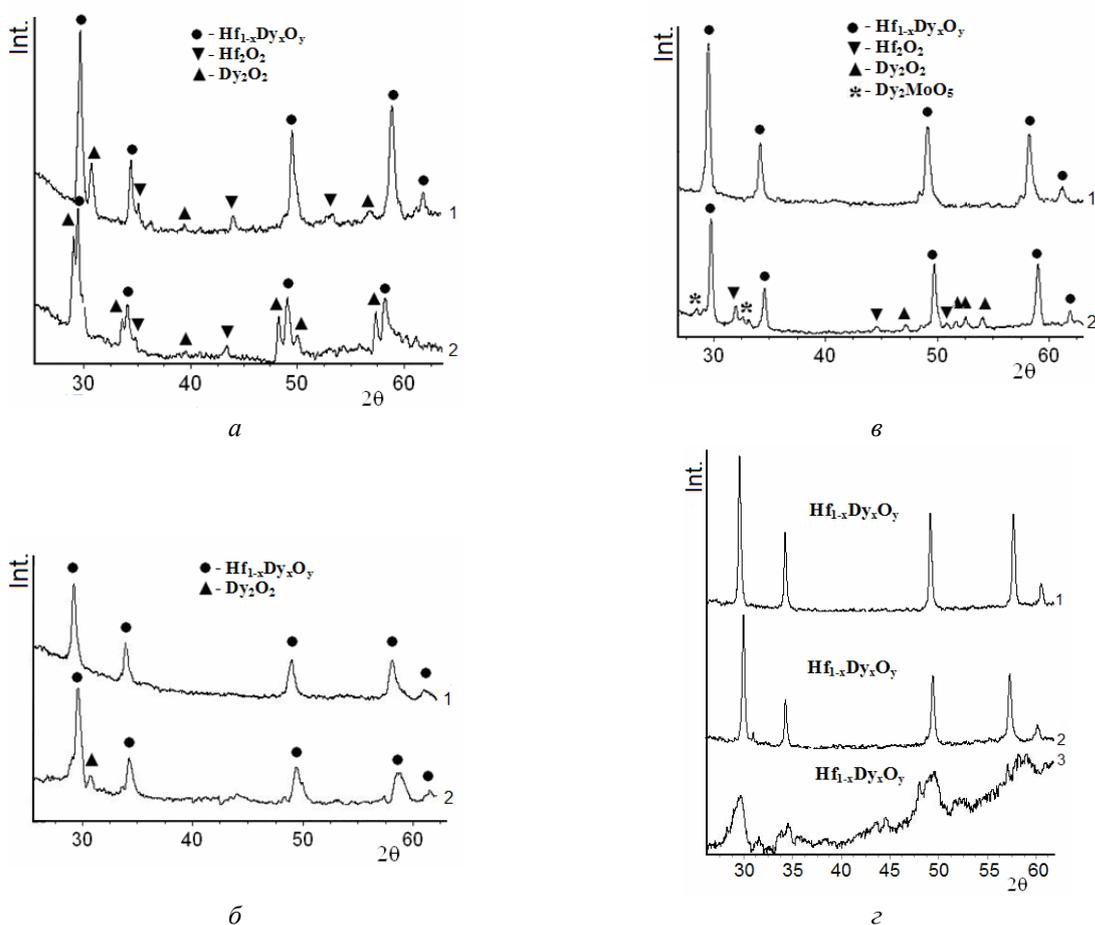


Рис. 4. Дифрактограммы материала таблеток гафната диспрозия, изготовленных спеканием в течение 1 ч при температурах 1650 °С (1) и 1450 °С (2): а – смесь (1); б – смесь (2); в – смесь (3) и горячим прессованием (2) из смеси (2) при температурах прессования: 1 – 1650 °С; 2 – 1450 °С; 3 – 1250 °С

В материале таблеток, изготовленных из смеси (2) (с Nb₂O₅), происходил более полный процесс синтеза фазы Hf_{1-x}Dy_xO_y. После спекания заготовок таблеток из этой смеси при температуре 1650 °С исходных оксидов на дифрактограмме не было зафиксировано (см. рис. 4,б). Синтезированный материал имел гранецентрированную кубическую кристаллическую решетку типа флюорита с параметром $a = (5,24 \pm 0,01) \text{ \AA}$.

В материале таблеток, изготовленных из смеси (3) (с MoO₃), после отжига при температуре 1450 °С фиксировали как фазы исходных оксидов, так и вновь образовавшуюся фазу Dy₂MoO₅ (см. рис. 4,в). Отжиг при температуре 1650 °С обеспечивал формирование твердого раствора Hf_{1-x}Dy_xO_y структуры типа флюорита с параметром решетки $a = (5,20 \pm 0,01) \text{ \AA}$.

Увеличение длительности спекания до трех и более часов при температурах как 1650, так и 1450 °С обеспечивало формирование однофазной

структуры $\text{Hf}_{1-x}\text{Dy}_x\text{O}_y$ в материале таблеток, приготовленных из всех трех исходных порошковых композиций.

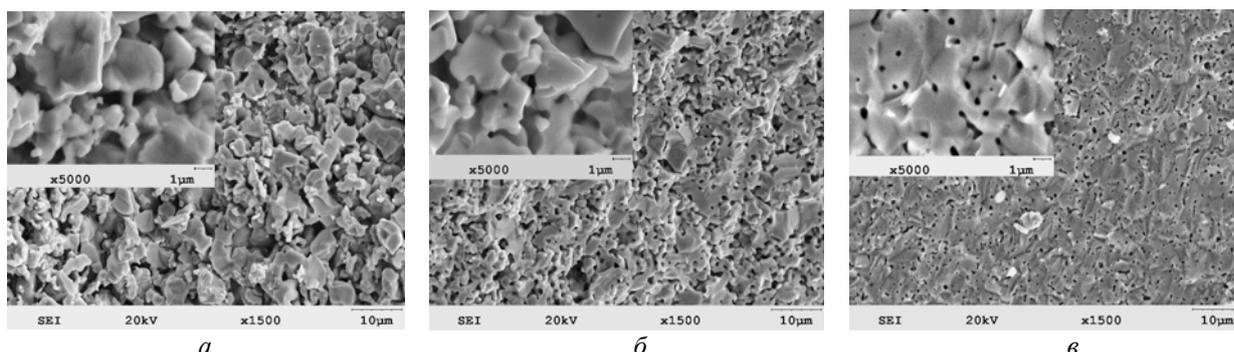


Рис. 5. Микроструктура таблеток гафната диспрозия после спекания длительностью 7 ч при температуре 1650 °С: а – смесь (1), схема I; б – смесь (2), схема I; в – смесь (1); схема II

Исследование изломов таблеток гафната диспрозия, полученных спеканием из смесей (1)–(3) при температуре 1650 °С длительностью более 5 ч, методом растровой электронной микроскопии показало, что при обеих схемах спекания материал образцов имел мелкозернистую структуру (рис. 5). Величина зерен равнялась 1...5 мкм.

В таблетках, изготовленных из смесей (1) и (2) по схеме I, зерна имели угловатую форму (см. рис. 5,а). Объем пор составлял ~ 22 %. Поры сосредоточены по границам зерен. В таблетках, изготовленных из смеси (3), пористость составляла ~ 17 %. После слияния границ зерен часть пор находилась внутри зерен (см. рис. 5,б).

При использовании для изготовления таблеток схемы II независимо от состава исходной смеси большая часть пор сосредоточена внутри зерен (см. рис. 5,в). Поры имели форму, близкую к сферической. Их диаметр равнялся 0,3...0,7 мкм. Объем пор в материале таблеток не превышал 5 %.

Микротвердость таблеток после спекания при температуре 1650 °С длительностью более 3 ч находилась в пределах значений 9,7...13,0 ГПа.

2.2. Горячее прессование

Таблетки, изготовленные из смесей (1)–(3), в исходном состоянии имели плотность 4,3...4,5 г/см³. После горячего прессования при температуре 1250 °С она увеличивалась до значений 6,9...7,1 г/см³. Повышение температуры горячего прессования до 1550...1650 °С обеспечивало значения плотности, равные 8,6...8,7 г/см³, что составляло около 0,98 теоретического значения (рис. 6).

По данным рентгенодифрактометрических исследований этих образцов установлено, что при температуре горячего прессования ≥ 1250 °С начинается процесс формирования фазы $\text{Hf}_{1-x}\text{Dy}_x\text{O}_y$ с кубической решеткой, относящейся к флюоритовому типу структуры (см. рис. 4,г).

Причем в материале таблеток, изготовленных из смеси порошков оксидов состава (1), наблюдалось образование фазы, близкой по составу к $\text{Hf}_{1-x}\text{Dy}_x\text{O}_y$, в небольшом количестве, а основная масса образцов состояла из исходных оксидов (Dy_2O_3 и HfO_2). В

материале образцов, приготовленных из смесей (2) и (3), после горячего прессования при температуре 1250 °С наблюдался синтез данной фазы практически во всем объеме (см. рис. 4,г), что свидетельствовало о благоприятном влиянии легирования исходных порошков Nb_2O_5 и MoO_3 .

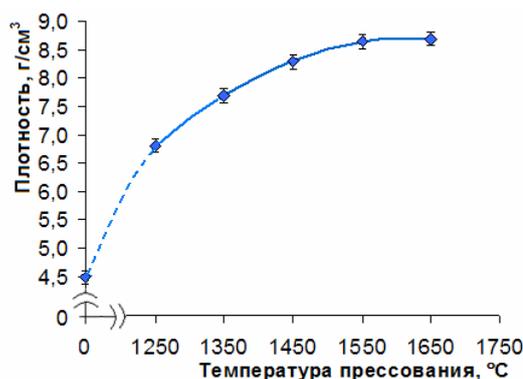


Рис. 6. Зависимость плотности таблеток от температуры горячего прессования при давлении 45 МПа и времени выдержки 20 мин

Повышенное размытие линий на дифрактограммах образцов, изготовленных при 1250 °С, может свидетельствовать о несовершенстве структуры образовавшегося твердого раствора гафната диспрозия.

После горячего прессования при температуре 1450 °С формировалась стабильная однофазная структура $\text{Hf}_{1-x}\text{Dy}_x\text{O}_y$. Дальнейшее повышение температуры прессования до 1650 °С не приводило к изменению фазового состава материала таблеток (см. рис. 4,г).

В таблетках, полученных горячим прессованием при температуре 1250 °С, структура состояла из частиц размером 3...8 мкм, поры сконцентрированы по границам зерен (рис. 7,а). Повышение температуры горячего прессования до 1450 °С не вызывало заметного изменения величины зерен (см. рис. 7,б), но способствовало формированию материала с высокой плотностью ($\rho \geq 8,4$ г/см³). Прессование при температуре 1650 °С приводило к повышению плотности таблеток до 8,7 г/см³ и увеличению размера

зерна до 7...25 мкм в результате собирательной рекристаллизации (см. рис. 7,в).

Микротвердость таблеток гафната диспрозия после прессования при температуре 1250 °С равнялась

(2,8±0,2) ГПа. На материале таблеток, отпрессованных в интервале температур 1450...1650 °С, значения микротвердости составляли 12,8...13,4 ГПа.

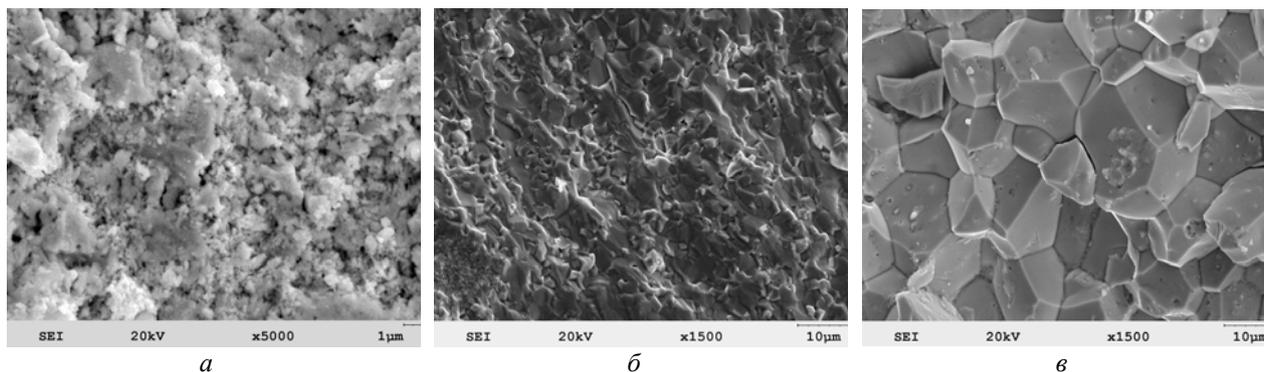


Рис. 7. Микроструктура таблеток гафната диспрозия состава (1), изготовленных по схеме III, при различных температурах горячего прессования: а – 1250 °С ; б – 1450 °С, в – 1650 °С

3. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Интенсивность взаимодействия оксидов гафния и диспрозия при спекании в значительной степени зависит от размера частиц, наличия примесей, соотношения оксидов в порошковой смеси [9]. Процесс синтеза гафната диспрозия протекает в два этапа. На первом этапе происходит поверхностная диффузия Dy_2O_3 в HfO_2 в точках контакта между частицами оксидов, в результате чего образуется промежуточный твердый раствор $Hf_{1-x}Dy_xO_y$ ($x < 0,5$) [8, 10].

После использования всех активных участков поверхности частиц HfO_2 увеличение количества продуктов реакции ограничивается объемной диффузией атомов из Dy_2O_3 через промежуточный продукт.

С увеличением температуры и длительности выдержки при спекании повышается содержание конечного твердого раствора состава $Dy_2Hf_2O_7$ структуры типа флюорита, образование которого требует наименьшей энергии активации [8].

Результаты исследования материала таблеток, полученных спеканием в вакууме по схеме I при температурах в интервале 1450...1650 °С, свидетельствуют об образовании значительного количества твердого раствора состава $Hf_{1-x}Dy_xO_y$ уже после часа выдержки при температуре 1450 °С. Причем, при использовании для изготовления таблеток смесей состава (2) и (3), в которых присутствуют Nb_2O_5 и MoO_3 , процесс образования твердого раствора со структурой типа флюорита идет более интенсивно, чем в случае использования смеси (1). Увеличение скорости образования флюоритовой фазы в данном случае, вероятно, можно объяснить механизмом, аналогичным предложенному в работе [7] для титаната диспрозия. По аналогии с этим механизмом можно предположить, что, когда Nb_2O_5 или MoO_3 включаются в подрешетку HfO_2 твердого раствора $Hf_{1-x}Dy_xO_y$, замена ионов Hf^{+4} на ионы Nb^{+5} (смесь (2)) либо на ионы Mo^{+6} (смесь (3)) приводит к возникновению дополнительных положительных зарядов. В свою очередь, дополнительные заряды компенсируются путем образования дополнительных

вакансий, что способствует стабилизации кубического твердого раствора структуры типа флюорита. Следует отметить, что вакуумным отжигом по схеме I при температуре 1650 °С даже в течение 7 ч не удалось получить высокоплотные таблетки гафната диспрозия. При использовании смесей (1) и (2) пористость таблеток составляла ~ 22 %, а при использовании смеси (3) – ~ 17 %. Снижение пористости таблеток, изготовленных из смеси (3), связано с образованием в процессе спекания жидкой фазы в результате эвтектического взаимодействия MoO_3 и Dy_2O_3 [7]. В этом случае происходит более быстрое сближение центров частиц, поскольку наблюдается диффузия твердого вещества через жидкую фазу.

Низкая скорость спекания таблеток при использовании схемы I, по-видимому, связана с тем, что процесс уплотнения материала сопровождается процессом образования дополнительной пористости из-за существенной разницы в коэффициентах диффузии диспрозия и гафния. Поскольку диспрозий диффундирует намного быстрее, чем гафний в твердом растворе, то соответственно в местах, занятых Dy_2O_3 , в процессе спекания происходит образование пор (эффект Киркендалла) [11]. При температуре 1650 °С, видимо, процесс уплотнения вещества еще не имеет доминирующего превосходства перед процессом образования пор. Данная проблема решается либо путем повышения температуры спекания, но для этого необходима замена тиглей из окиси алюминия на тигли из более дорогостоящих материалов, совместимых с порошками HfO_2 и Dy_2O_3 при более высоких температурах, либо путем использования схемы II (двойное спекание порошков).

Вакуумное спекание при температуре 1650 °С таблеток из смесей порошков состава (1)–(3), предварительно синтезированных при температуре 1450 °С в течение 3 ч (схема II), позволило получить таблетки гафната диспрозия плотностью 8,2...8,3 г/см³ (пористость < 5 %) с мелкозернистой структурой (величина зерна 1...5 мкм). В результате спекания при данной температуре наблюдается перераспределение пор от границ зерен в их объем.

Наиболее плотные и прочные таблетки гафната диспрозия в исследуемом диапазоне температур были получены при использовании горячего прессования (схема III). Уже при температуре 1450 °С формировалась фаза $\text{Hf}_{1-x}\text{Dy}_x\text{O}_y$ во всем объеме таблеток, их плотность превышала 8,4 г/см³. Материал таблеток имел мелкозернистую структуру. Наблюдалось снижение температуры начала синтеза фазы $\text{Hf}_{1-x}\text{Dy}_x\text{O}_y$ до 1250 °С. Основной причиной ускорения процесса спекания и снижения температуры синтеза является приложение давления в процессе спекания. Возникающие при этом напряжения способствуют увеличению общей поверхности контакта между зёрнами вследствие перемещения частиц друг относительно друга, вызывают пластическую деформацию кристаллической решетки прессуемого вещества, что приводит к ускорению процесса рекристаллизации [12].

В результате горячего прессования при температуре 1650 °С наблюдается формирование более крупнозернистой структуры (7...25 мкм) по сравнению с таблетками, полученными вакуумным спеканием при этой температуре (1...5 мкм), что обусловлено интенсификацией процесса собирательной рекристаллизации при горячем прессовании.

Таким образом, результаты проведенных исследований позволяют заключить, что методы вакуумного спекания по схеме II и горячего прессования в упругосжимаемой среде обеспечивают получение таблеток поглощающих материалов необходимой плотности и фазового состава и являются перспективными для использования в технологических процессах изготовления поглощающих материалов для ПС СУЗ водо-водяных реакторов.

ВЫВОДЫ

1. Изучено влияние легирования оксидами молибдена и ниобия на фазовый состав и свойства таблеток гафната диспрозия в зависимости от режимов вакуумного спекания и квазиизостатического горячего прессования.

2. Показано, что вакуумное спекание при температуре 1650 °С обеспечивает получение таблеток, сформированных из предварительно синтезированного порошка гафната диспрозия, плотностью не менее 8,2 г/см³ со структурой типа флюорита.

3. Применение метода квазиизостатического горячего прессования ускоряет процесс уплотнения таблеток, образование твердого раствора состава $\text{Hf}_{1-x}\text{Dy}_x\text{O}_y$ и обеспечивает получение таблеток плотностью $\geq 8,4$ г/см³ с мелкозернистой структурой при температуре 1450 °С и давлении 45 МПа.

4. Установлено, что увеличение температуры горячего прессования до 1650 °С приводит к повышению плотности таблеток до 8,7 г/см³ и увеличению размера зерна от 1...5 до 7...25 мкм в результате собирательной рекристаллизации.

5. Введение в порошковую смесь из оксидов диспрозия и гафния легирующих добавок в виде Nb_2O_5 и MoO_3 снижает температуру образования радиационно-стойкой фазы $\text{Hf}_{1-x}\text{Dy}_x\text{O}_y$ со структурой

рой типа флюорита как при вакуумном спекании, так и при горячем прессовании.

6. Рассмотрены вероятные механизмы увеличения скорости образования флюоритовой фазы, обусловленные введением Nb_2O_5 и MoO_3 в порошковую смесь из оксидов диспрозия и гафния.

7. Показано, что методы вакуумного спекания по схеме II и горячего прессования в упругосжимаемой среде являются перспективными для использования в технологических процессах изготовления поглощающих материалов для ПС СУЗ водо-водяных реакторов.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. В.Д. Рисованный, А.В. Захаров, В.Б. Пономаренко, Е.П. Клочков, Е.М. Муралёва. *Диспрозий в ядерной технике ¹⁶²Dy₆₆*. Димитровград: ОАО «ГНЦ НИИАР», 2011, 222 с.

2. А.В. Захаров, Е.М. Муралева, С.Г. Еремин, В.Ф. Соколов. Свойства гафната диспрозия как поглощающего материала для органов регулирования перспективных реакторов на тепловых нейтронах при массовом производстве таблеток // *Сб. докладов IX Российской конференции по реакторному материаловедению*. Димитровград: ОАО «ГНЦ НИИАР», 2009, с. 366-373.

3. В.Д. Рисованный, А.В. Захаров, Е.М. Муралева. Новые перспективные поглощающие материалы для ядерных реакторов на тепловых нейтронах // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2005, №3, с. 87-93.

4. V.D. Risovany, A.V. Zakharov, E.M. Muraleva, V.M. Kosenkov, R.N. Latupov. Dysprosium hafnate as absorber material for control rods // *Journal of Nuclear Materials*. 2006, v. 355, p. 163-170.

5. Е.Б. Перова, Л.Н. Спиридонов, Л.Н. Комисарова. Фазовые равновесия в системе $\text{HfO}_2\text{-Dy}_2\text{O}_3$ // *Известия Академии наук СССР. Неорганические материалы*. 1972, т. 8, №10, с. 1878.

6. В.С. Красноруцкий, С.Ю. Саенко, Н.Н. Белаш, И.А. Чернов, А.Е. Сурков, Н.Д. Рыбальченко, Ф.В. Белкин. Получение таблеток гафната и титаната диспрозия горячим прессованием // *Порошковая металлургия*. 2011, №11/12, с. 43-50.

7. Amit Sinha, V.P. Sharma. Development of Dysprosium Titanate Based Ceramics for Control Rod Applications // *Journal of the American Ceramic Society*. 2005, v. 88, N 4, p. 1061-1066.

8. *Химия редких элементов. Соединения редкоземельных элементов. Цирконаты, гафнаты, ниобаты, антимонаты*. М: «Наука», 1985, с. 63-68.

9. В.Б. Глушкова, В.А. Кржижановская, В.С. Дьяковский, В.А. Абрамова. Изучение влияния степени дисперсности HfO_2 на взаимодействие ее с Ln_2O_3 // *Известия АН СССР. Неорганические материалы*. 1975, т. 11, с. 964-965.

10. А.П. Менушенков, В.Ф. Петрунин, В.В. Попов и др. Особенности локальной структуры нанопорошков $\text{Dy}_{2+x}\text{Hf}_{2-x}\text{O}_{7-x/2}$: Электронный журнал // *Фазовые переходы, упорядоченные состояния и новые материалы*. 2008, №4, с. 1-2.

11. P. Piluso, M. Ferrier, C. Chaput, et al. Hafnium dioxide for porous and dense high-temperature refractories (2600 °C) // *Journal of the European Ceramic Society*. 2009, v. 29, p. 961-968.

12. Р. Кан, П. Хаузен. *Физическое материаловедение. Фазовые превращения в металлах и сплавах и сплавы с особыми физическими свойствами*. М: «Металлургия», 1987, т. 2, с. 485-493.

Статья поступила в редакцию 25.04.2012 г.

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ СПОСОБІВ ВИГОТОВЛЕННЯ І ЛЕГУВАННЯ НА ВЛАСТИВОСТІ ТАБЛЕТОК ГАФНАТУ ДИСПРОЗІЮ

***V.S. Krasnorutskyy, M.M. Belash, I.O. Chernov, Ye.B. Valezhny, S.Yu. Sayenko, F.V. Belkin, A.Ye. Surkov,
O.V. Pilipenko, S.I. Bogatyrenko***

Подано результати досліджень впливу режимів вакуумного спікання і квазіізостатичного гарячого пресування у середовищі, що пружно стискається в інтервалі температур 1250...1650 °С на властивості та фазовий склад таблеток гафнату диспрозію, що є перспективним поглинаючим матеріалом для поглинаючих стрижнів водо-водяних ядерних реакторів. Вивчено вплив легуючих добавок на значення щільності і фазовий склад матеріалу таблеток. Встановлено режими спікання і гарячого пресування, що забезпечують одержання таблеток високої щільності з радіаційно-стійкою структурою.

RESEARCH INTO EFFECTS OF MANUFACTURING AND ALLOYING METHODS ON DYS- PROSIUM HAFNATE PELLET PROPERTIES

***V.S. Krasnorutskyy, N.N. Belash, I.A. Chernov, Ye.B. Valezhny, S.Yu. Sayenko, F.V. Belkin, A.Ye. Surkov,
A.V. Pilipenko, S.I. Bogatyrenko***

The paper presents results of a research into the effects of vacuum sintering and quasi-isostatic hot pressing modes in the compressible elastic medium in the temperature range 1250...1650 °C on the properties and phase composition of dysprosium hafnate pellets as a promising absorber material for absorber rods of water-cooled and water-moderated nuclear reactors. The impact of alloying elements on the pellet density and phase composition has been studied. The sintering and hot pressing modes that ensure production of high-density pellets with a radiation resistant structure have been established.