



Логачёва Алла Игоревна

**Комплексная технология изготовления тонкостенных элементов  
методом порошковой металлургии для производства деталей из  
конструкционных и функциональных сплавов на основе титана и  
никеля для изделий ракетно-космической техники**

Специальность 05.16.06  
«Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Автореферат  
диссертации на соискание ученой степени  
доктора технических наук

г. Королев  
Московская область  
2016 год

Работа выполнена в Открытом акционерном обществе «КОМПОЗИТ»

Научный консультант: **Бурханов Геннадий Сергеевич**  
доктор технических наук, профессор,  
член-корр. РАН, заведующий лабораторией  
физикохимии тугоплавких и редких металлов  
ФГБУН Институт металлургии и  
материаловедения им. А.А. Байкова РАН

Официальные оппоненты: **Карпов Михаил Иванович**  
доктор технических наук, член-корр. РАН,  
заведующий лабораторией материаловедения  
ФГБУН Институт физики твердого тела РАН

**Гарибов Генрих Саркисович**  
доктор технических наук, профессор, ученый  
секретарь Научно-технического Совета ОАО  
"ВИЛС"

**Кузнецов Павел Алексеевич**  
доктор технических наук, начальник НИО  
«Наноматериалы и нанотехнологии» ФГУП  
ЦНИИ КМ «Прометей»

Ведущая организация: Государственный научный центр Российской  
Федерации АО «НПО «ЦНИИТМАШ»

Защита состоится 19 апреля 2017 года в 14 часов на заседании диссертационного  
совета Д 002.060.02, созданного на базе ФГБУН Институт металлургии и  
материаловедения им. А.А.Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) по адресу:  
119334, г. Москва, Ленинский пр., 49. БКЗ.

С диссертацией можно ознакомиться в технической библиотеке ИМЕТ РАН им. А.А.  
Байкова и на сайте ИМЕТ РАН <http://www.imet.ac.ru>.

Отзывы на автореферат диссертации (в двух экземплярах, заверенные печатью)  
просьба отправлять по адресу: 117334, г. Москва, Ленинский пр., 49, Диссертационный  
совет Д 002.060.02. Копии отзывов в электронном виде направлять по e-mail:  
kalash.ds@mail.ru

Автореферат разослан «    » \_\_\_\_\_ 2017 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,  
доктор технических наук



И.Е. Калашников

## Общая характеристика работы

### Актуальность темы

Первые опыты применения технологии порошковой металлургии (П\М) в ракетно-космической технике (РКТ) в СССР были связаны с необходимостью повышения работоспособности турбонасосных агрегатов ракетных двигателей [1-3]. Конструкторские разработки ракетно-космической техники нового поколения предъявили ужесточённые требования к материалам, которые должны работать в экстремальных условиях (высокие температуры, скорости потоков, эрозия, коррозия, различного рода другие внешние воздействия). Необходимо было существенно повысить уровень физико-механических свойств материалов конструкционного назначения, несущих одновременно функциональные нагрузки. Разработчиками изделий были сформулированы конкретные требования к материалам конструкций нового поколения. Решить их оказалось возможным, используя на каждом из этапов технологического цикла, методы порошковой металлургии (ПМ). Традиционные металлургические технологии не обеспечивали устойчивую и надёжную работу агрегатов: из-за неоднородности химического состава и структуры отливок. В предлагаемой технологии реализован комплексный конструкторско-материаловедческий подход и получены уже готовые элементы конструкций и узлов. Применяемые микрослитки-гранулы с плотной, дисперсной микроструктурой, и сферической формой, обеспечивают качественное компактирование порошков. Использование в РКТ технологий ПМ для производства никелевого жаропрочного сплава (ЖС) ЭП741НП и титанового сплава ВТ5-1КТ позволило изготовить диски ротора и крыльчатки двигателя 11Д122 с высокими энергетическими характеристиками [4-6].

Дальнейшая разработка ракетно-космической техники нового поколения потребовала качественно другой класс конструкции материалов. Резко повысились требования к уровню физико-механических свойств материалов и особенно их стабильности при работе в экстремальных условиях. Часто конструкционные материалы приходится создавать под конструкторские изделия. Для решения возникающих проблем необходимо проводить взаимосвязанные конструкторские и материаловедческие исследования. Это одна из задач, которая решалась в данной работе путем создания новой технологии, основанной на усовершенствованных методах порошковой металлургии с включением гранульной металлургии. В настоящей работе реализован комплексный конструкторско-материаловедческий подход, позволяющий получать конечный продукт в виде готовых элементов конструкций и узлов, в первую очередь, тонкостенных. Выполнен комплекс работ фундаментального характера с учетом структурно-размерного и примесных факторов, который позволил усовершенствовать методы порошковой металлургии.

В результате, как альтернатива традиционным технологиям, предложена и реализована в промышленном производстве новая технология, обеспечивающая потребности в материалах и изделиях требуемого качества ракетно-космической техники.

Разработанная технология ПМ, которая обеспечивала создание ЖС нового поколения, а также возможность изготовления из них тонкостенных нетто-деталей весьма сложной конфигурации, с минимальной механической обработкой, с учетом обеспечения герметичности таких изделий.

В качестве основных материалов, с учетом требований ракетно-космической техники, выбраны никель, титан, а также интерметаллидные сплавы системы титан-никель и  $Ni_3Al$ , адаптированные для технология ПМ и обеспечивающие создание материалов с требуемыми свойствами.

Модернизация известных сплавов на выбранной основе, с целью обеспечения требуемого уровня физико-механических свойств также является той задачей, которая решается в данной работе. Решение задачи напрямую связано с обеспечением надежной эксплуатации конструкции. При этом учитывались структурно-размерный и примесный факторы, состояние границ зерен и межатомная связь.

Среди конструкционных сплавов, предназначенных для эксплуатации при повышенных температурах, на первом месте находятся ЖС на основе никеля [7,8,9,10]. Определяющее влияние на характеристики никелевых ЖС оказывает структурный фактор, который называют «принципом гетерофазности» [10]. В соответствие с этим принципом, высокая жаропрочность никелевых ЖС достигается в том случае, когда их структура состоит из нескольких фаз -  $\gamma$  - матрицы (твердый раствор на основе никеля), когерентных выделений упрочняющей  $\gamma'$  - фазы (твердый раствор на основе упорядоченной интерметаллидной фазы  $Ni_3Al$ ), различных карбидов.

Вторым фактором жаропрочности является сила связи атомов в матрице ЖС [11]. Согласно [11], для повышения жаропрочности никелевых ЖС следует увеличивать прочность связей атомов в кристаллической решетке  $\gamma$ - матрицы. Характеристикой сил связи атомов в кристаллической решетке твердых тел является энергия когезии [12]. Таким образом, при заданной микроструктуре для повышения эксплуатационных характеристик ЖС следует легировать элементами, которые повышают когезивную прочность матрицы. Такой подход нам представляется универсальным, то есть применимым к различным высокотемпературным сплавам.

Другую группу наиболее востребованных конструкционных материалов, предназначенных для эксплуатации при повышенных температурах под нагрузкой в ракетных и авиационных газотурбинных двигателях, составляют титановые сплавы [13,14]. Титановые ЖС могут сохранять работоспособность до температуры  $650^{\circ}C$  при длительной эксплуатации, однако развитие техники

приводит к необходимости повышения рабочих температур титановых ЖС до 800° С и выше.

В поликристаллических ЖС наиболее уязвимым элементом микроструктуры с точки зрения сопротивления ползучести являются границы зерен (ГЗ), которые отличаются повышенной диффузионной проницаемостью [15], что ускоряет ползучесть при высоких температурах под нагрузкой. Известно, что одним из наиболее важных факторов, который оказывает сильное влияние на свойства ГЗ, является химический состав границ. Для благоприятного воздействия на ГЗ легирующая добавка, во-первых, должна обогащать ГЗ (сегрегировать на ГЗ), и, во-вторых, повышать когезивную прочность ГЗ. Например, в литейных ЖС на основе никеля типичной микролегирующей добавкой является бор, который локализуется на ГЗ и упрочняет их. В порошковых ЖС одного бора оказывается недостаточно, поэтому для укрепления ГЗ необходимо искать другие элементы.

Таким образом, требование повысить эксплуатационные характеристики деталей и узлов ракетных двигателей приводит к необходимости создания порошковых ЖС нового поколения, в которых особое внимание следует уделить упрочнению ГЗ. Возможно, именно такой подход позволит вплотную приблизиться к решению проблемы, которую исследуют долгое время и решение которой казалось невозможным – это создание сплавов с равнопрочными элементами микроструктуры, включая матрицу сплава и границы раздела.

Формирование однородных дисперсных микроструктур при получении методами ПМ представляет интерес не только для производства металлических конструкционных сплавов. Действительно, микроструктура оказывает существенное влияние на свойства функциональных материалов, к которым относятся сплавы на основе никелида титана (NiTi) с эффектом памяти формы [16,17]. В настоящей работе предложена новая комплексная технология производства функционального сплава системы Ti-Ni, которая сочетает технологическую схему гранульной металлургии и винтовую прокатку.

В ряде случаев альтернативой металлических конструкционных сплавов являются многокомпонентные интерметаллиды, измельчение структуры которых при производстве методом ПМ позволяет устранить главный недостаток интерметаллидов – склонность к хрупкому разрушению при комнатной и повышенных температурах.

Таким образом, необходимость модернизации всего технологического цикла производства изделий методом ПМ, разработка нового поколения жаропрочных и функциональных материалов для РКТ, технологических процессов изготовления тонкостенных герметичных трубчатых элементов 3Д конфигурации сложной формы из гранул титановых сплавов для систем разгонных блоков, топливных баков и лейнеров для композиционных баллонов,

технологических процессов изготовления сплава на основе соединения  $Ni_3Al$ , работоспособного при температуре  $1250^{\circ}C$ , для камер сгорания жидкостных ракетных двигателей подтверждают актуальность темы диссертационной работы.

Актуальность работы подтверждается также ее выполнением в 2003 – 2015 г.г. в рамках Государственных контрактов с Федеральным космическим агентством: № 836-Т301/03 от 08.04.2003 г. ОКР «Разработка материалов и технологий изготовления теплонапряженных деталей перспективных двигателей РН «Протон-М», РН «Русь», РН «Ангара», РБ «Фрегат», РН «Рокот» (Федеральная космическая программа России 2006 -2015 г.г.); № 836-Т301/06 от 03.03.2006 г. ОКР «Материал» - раздел 1 (Федеральная космическая программа России 2006 -2015 г.г.); № 836-Т103/06 от 03.03.2006 г. ОКР «Разработка металлических материалов и сплавов и технологических процессов их изготовления» (Федеральная космическая программа России 2006-2015 г.г.); № 836-Т994/12 от 17.05.2012 г. ОКР «Разработка новых специальных конструкционных материалов и технологий...» (Федеральная космическая программа России 2006-2015 г.г.); № 836-Т432/08 от 20.03.2008 г. ОКР «Разработка технологических процессов изготовления комбинированных корпусов турбин ТНА ЖРД методом металлургии гранул...» (Федеральная космическая программа России 2006 - 2015 г.г.); № 836-К331/08 от 21.03.2008 г. ОКР «Создание технологии производства гранулируемых титановых и никелевых жаропрочных сплавов...» (Федеральная целевая программа «Развитие оборонно-промышленного комплекса РФ на 2007 - 2010 годы и на период до 2015 года»).

### **Цель и задачи работы**

Цель работы – разработка научных основ и создание принципиально новой комплексной технологии, включающей методы порошковой металлургии, в том числе гранульной, позволяющей получать сплавы нового поколения для ракетно-космической техники, и конечного продукта в виде отдельных деталей и узлов, обеспечивающих требования передовых конструкторских и материаловедческих разработок по тонкостенности и герметичности; модернизацию структуры и свойств выбранных групп сплавов, включая функциональные характеристики, за счет химической и структурной однородности исходных материалов.

Для достижения этой цели в работе ставились следующие задачи:

- Разработать научно-технический подход к изготовлению тонкостенных элементов из сферических порошков титановых и никелевых сплавов, основанный на теории оболочек.

- Установить закономерности процесса центробежного распыления вращающегося электрода из титановых и никелевых сплавов при получении сферических порошков дисперсностью менее 100 мкм.
- Усовершенствовать технологию производства порошков металлических и интерметаллидных сплавов методом вращающегося электрода с плазменным нагревом (PREP – гранульная металлургия). Центром модернизированной технологии является новая установка «УЦРТ-9», предназначенная для получения металлических порошков (гранул) титановых и других сплавов методом центробежного распыления заготовок в среде инертных газов с содержанием кислорода на уровне исходной заготовки. Данная установка используется как базовое оборудование для отработки новых технологий и производства высококачественных сферических гранул.
- Развить концепцию универсального легирования порошковых ЖС элементами, которые повышают когезивную прочность границ зерен и энергию когезии матрицы, тем самым увеличивая сопротивление ползучести при повышенных температурах.
- Разработать химический состав и технологию производства нового титанового ЖС (СТ6У) методом гранульной металлургии, включая технологию получения слитков-электродов, технологию получения гранул и режима их компактирования с помощью горячего изостатического прессования. Исследовать микроструктуру опытного сплава, провести кратковременные и длительные испытания механических свойств в широком температурном интервале, сравнить свойства опытного сплава СТ6У с порошковыми вариантами известных титановых ЖС.
- Разработать технологические процессы изготовления тонкостенных герметичных трубчатых элементов 3Д конфигурации сложной формы из гранул титановых сплавов для систем разгонных блоков.
- Разработать комплексную ПМ технологию производства конструкционного функционального интерметаллидного сплава системы Ni – Ti и тонкостенных деталей из него
- Разработать технологические процессы изготовления сплава на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al, работоспособного при температуре 1250<sup>0</sup>С, для камер сгорания жидкостных ракетных двигателей.
- Разработать комплексную технологию механодиспергирования и механосинтеза интерметаллидных сплавов на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al для получения порошков с нанокристаллическими элементами субструктуры.
- Разработать инновационные технологии изготовления базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ 23 и бесшовного лейнера методом металлургии гранул из титанового сплав ВТ 6 для перспективных изделий ракетно-космической

техники нового поколения с повышенными тактико-техническими характеристиками.

### **Научная новизна результатов работы**

1. Научно обоснован подход по изготовлению тонкостенных элементов из сферических порошков титановых и никелевых сплавов, состоящий в том, что с помощью теории оболочек рассчитывается возможность получения изотропных сложнопрофильных изделий без сварных соединений с высоким уровнем механических свойств, которые невозможно получить традиционными способами.

2. Установлены закономерности процесса центробежного распыления вращающегося электрода из титановых и никелевых сплавов при получении сферических порошков дисперсностью менее 100 мкм. К ним относятся: повышение качества слитков-электродов, производимых методами традиционной металлургии; возможность повышения частоты вращения заготовки до 35000 об./мин., что позволяет получать мелкие гранулы менее 100 мкм до 95% от всей массы порошков как для никелевых, так и титановых сплавов, определены вольт-амперные характеристики плазмотрона и газовой системы охлаждения для оптимизации режимов распыления сложнолегированных сплавов на основе никеля и титана.

3. Установлены закономерности влияния гранулометрического состава на физико-химические свойства порошков (гранул) сплавов на основе титана и никеля. При уменьшении размера гранул происходит измельчение дендритной структуры при сохранении ее стабильности без изменения химического состава и свойств гранул.

4. Разработаны принципы универсального легирования порошковых жаростойких сплавов (ЖС) элементами, которые повышают когезионную прочность границ зерен (ГЗ) мелкозернистой структуры компакта, а также энергию когезии матрицы не зависимо от природы металла основы. В качестве характеристики когезионной прочности ГЗ предложена работа расщепления границы, рассчитываемая с помощью теории функционала электронной плотности, а влияние легирующих элементов оценивается по значению парциальной молярной энергии когезии матрицы сплава. При этом рассчитанные значения энергии когезии модельных сплавов были использованы для определения химического состава порошковых ЖС нового поколения на основе титана (СТ6У) и никеля (НГК-6).

5. Предложена научно-обоснованная комплексная технология производства функциональных интерметаллидных сплавов на основе никелида титана, сочетающая ПМ и винтовую прокатку. Пониженное содержание примесей и высокая однородность химического состава обеспечивают изготовление гранулированного сплава с эффектом памяти формы на основе никелида титана

и тонкостенных замковых соединений для изделий ракетно-космической техники.

6 Разработаны комплексные технологии изготовления интерметаллидных сплавов на основе соединения  $Ni_3Al$ , работоспособного при температуре  $1250^{\circ}C$ , в том числе с нанокристаллическими элементами субструктуры, и заготовок камер сгорания жидкостных ракетных двигателей.

7 Разработаны инновационные технологии изготовления тонкостенных герметичных трубчатых элементов 3Д конфигурации сложной формы из гранул титановых сплавов, базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ 23 и бесшовного лайнера методом металлургии гранул из титанового сплав ВТ 6 для перспективных изделий ракетно-космической техники нового поколения с повышенными тактико-техническими характеристиками. Представлены результаты комплексного исследования структуры и свойств тонкостенных элементов из конструкционных и функциональных сплавов на основе титана и никеля, изготовленных методом порошковой металлургии, а также их эксплуатационные характеристики.

8 Экспериментально верифицированы результаты расчетов условий нагружения испытываемых тонкостенных конструкций. Разработаны нестандартные образцы и методики для оценки работоспособности тонкостенных изделий и условий их эксплуатации в ракетной технике.

Научная новизна технических и конструкторских решений защищена 14 патентами РФ.

Решение поставленных задач базируется на научных положениях теорий оболочек, плавления, центробежного распыления, тепловых процессов, упругого и пластического деформирования материалов, сопротивления материалов, численных методов решения дифференциальных уравнений.

#### **Основные научные положения, выносимые на защиту**

1. Новый подход на основе теории оболочек изготовления тонкостенных элементов из сферических порошков сплавов на основе титана и никеля, получаемых центробежным распылением, фракционным составом менее 100 мкм. Предложенный подход позволяет не только создавать изотропные герметичные изделия с высоким уровнем механических свойств, которые невозможно получить традиционными способами, но и изготавливать их любой сложности по геометрической форме без сварных соединений.
2. Научные основы совершенствования технологии производства порошков металлических и интерметаллидных сплавов с помощью вращающегося электрода с плазменным нагревом (PREP – гранульная металлургия) и создание

модернизированной технологической линии ПМ, включая установку нового поколения УЦРТ-9.

3. Принципы универсального легирования порошковых ЖС элементами, которые повышают когезивную прочность ГЗ в мелкозернистой структуре компакта, а также энергию когезии матрицы не зависимо от металла – основы сплава. Методология разработки системы легирования и технологий производства новых порошковых ЖС на титановой (СТ6У) и никелевой (НГК-6) основах: компьютерное конструирование химического состава сплавов, металлургические технологии производства отливок для распыления на гранулы и получения микрослитков-гранул методом вращающегося электрода с плазменным нагревом, режимы компактирования порошков, результаты комплексного исследования микроструктуры и испытания механических свойств новых сплавов.
4. Новая комплексная технология производства функционального сплава с эффектом памяти формы системы Ti-Ni, которая сочетает технологическую схему гранульной металлургии (изготовление слитков-электродов, производство и обработка гранул, компактирование гранул методом горячего изостатического прессования) и винтовую прокатку. Изготовленные таким образом втулки замкового соединения характеризуются высокими показателями функциональных свойств.
5. Новые технологические решения производства методами ПМ высококачественных заготовок камер сгорания из интерметаллидных сплавов на основе алюминидов никеля (ИНГК-5), результаты исследования микроструктуры и испытаний механических и эксплуатационных свойств порошковых интерметаллидных сплавов.
6. Комплексная технология ПМ, сочетающая механодиспергирование и механосинтез интерметаллидных сплавов на основе соединения  $Ni_3Al$ , для получения порошков с нанокристаллическими элементами субструктуры, результаты исследования микроструктуры и испытаний механических и эксплуатационных свойств.
7. Инновационные технологии изготовления тонкостенных трубчатых элементов 3Д конфигурации сложной формы из гранул титановых сплавов для систем разгонных блоков, базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ 23 и бесшовного лайнера методом металлургии гранул из титанового сплав ВТ 6.

### **Практическая значимость работы**

1. Разработанные в работе технологические принципы совершенствования производства порошков металлических материалов методом PREP (гранульная металлургия) использованы для создания нового поколения оборудования – установки «УЦРТ-9» - для получения металлических порошков (гранул)

- (фракционного состава менее 100 мкм) титановых, никелевых и интерметаллидных сплавов методом центробежного распыления заготовок в среде инертных газов с содержанием кислорода на уровне исходной заготовки (0,002 - 0,004% для никелевых сплавов). Данная установка используется как базовое оборудование для отработки новых технологий и производства высококачественных сферических гранул.
2. Модернизированная технология обеспечивает производство аттестованных высококачественных порошков (микрослитков-гранул) из жаропрочных никелевых, титановых и интерметаллидных сплавов для нужд предприятий ракетно-космической и атомной промышленности.
  3. Полученные методом порошковой металлургии жаропрочные никелевые и титановые сплавы позволили повысить качество изделий ракетно-космической техники, их надежность при эксплуатации в экстремальных условиях.
  4. Разработанная технология, представляющая комплекс методов порошковой металлургии, включая гранульную, отражает современную тенденцию усиления взаимосвязи конструкторских и материаловедческих разработок; ее конечный продукт - ее элементы изделия ракетно-космической техники из модернизированных и новых жаропрочных сплавов титана и никеля.
  5. Разработанная комплексная технология производства высококачественных заготовок узлов сложной формы из никелевых и титановых ЖС, в первую очередь герметичных и токоисточников, обеспечила возможность выполнения одного из направлений НИОКР Федеральной целевой программы «Развитие оборонно-промышленного комплекса Российской Федерации на 2007-2010г.г. и на период до 2015 года».
  6. С помощью комплексной технологии *гранульная металлургия + винтовая прокатка* получены элементы замковых соединений для безударного разделения отсеков и спецоборудования ракетно-космической техники. Для изготовления втулок замковых соединений использован гранулированный сплав ТН-1 с эффектом памяти формы, который имеет высокие показатели функциональных свойств.
  7. Комплексная технология изготовления трубчатых тонкостенных элементов различной конфигурации методом порошковой металлургии для производства деталей изделий ракетно- космической техники обеспечила их герметичность и высокий уровень прочностных характеристик.
  8. Инновационные технологии изготовления базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ 23 и бесшовного лейнера методом металлургии гранул из титанового сплав ВТ 6 обеспечили их герметичность и снижение весовых характеристик.

## **Методология: методы производства, исследования и испытаний материалов**

Основу методологии работы составили публикации и патенты отечественных и зарубежных исследователей, которые упоминаются в диссертации. Для производства порошков конструкционных и функциональных сплавов предпочтение отдано технологии вращающегося слитка-электрода с плазменным нагревом (PREP – гранульная металлургия); для компактирования порошков использован метод горячего изостатического прессования. Обоснование данного выбора технологий представлено в диссертационной записке. Для исследования структуры и локального химического состава порошков и компактных заготовок сплавов использованы методы металлографии с автоматизированным анализом изображений, рентгеновского фазового анализа и микроанализа, сканирующей электронной микроскопии. Проводили кратковременные и длительные испытания механических и функциональных свойств образцов и имитаторов готовых изделий.

### **Личный вклад автора состоит:**

- В разработке принципов совершенствования технологии производства порошков металлических и интерметаллидных сплавов методом PREP (гранульная металлургия) для создания нового поколения оборудования (установка «УЦРТ-9») и получения металлических порошков (гранул) (фракционного состава менее 100 мкм) сплавов на основе титана, никеля и интерметаллидов с содержанием кислорода на уровне исходной заготовки, возможностью вариативного регулирования частоты вращения заготовки (до 25000 об./мин.), с современной компьютерной системой для автоматизации процесса распыления.
- Разработке концепции универсального легирования порошковых ЖС элементами, которые обогащают ГЗ в мелкозернистой структуре компакта и повышают когезивную прочность ГЗ в сплавах на основе никеля, титана и других. Автором разработан подход для оценки показателей когезивной прочности ГЗ в сплавах.
- Разработке систем легирования и технологий производства новых порошковых ЖС на титановой (СТ6У) и интерметаллидной основах, анализе результатов комплексного исследования микроструктуры и испытаний механических свойств новых сплавов.
- Автором предложена комплексная технология (*гранульная металлургия + винтовая прокатка*) изготовления втулок замковых соединений из сплава ТН-1 с эффектом памяти формы для безударного разделения отсеков и спецоборудования ракетно-космической техники. После комплексной обработки детали имеют высокие показатели механических и функциональных свойств.

- Разработана комплексная технология изготовления трубчатых тонкостенных элементов различной конфигурации методом порошковой металлургии для производства деталей из титановых и функциональных сплавов для изделий ракетно-космической техники с высоким уровнем эксплуатационных характеристик.
- Автором предложены технологии изготовления базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ 23 и бесшовного лайнера методом металлургии гранул из титанового сплав ВТ 6

### **Апробация работы**

Основные результаты диссертационной работы были доложены и обсуждены на следующих конференциях:

Международных конференциях «Композиционные материалы в промышленности» Ялта, Крым, 2005-2008, 2012г.г.; 4-й Международной конференции «Материалы и покрытия в экстремальных условиях», Жуковка, Крым, 2006г.; 4-й и 5-й Московских Международных конференциях «Теория и практика технологии производства изделий из композиционных материалов и новых металлических сплавов (ТПКММ), МГУ, Москва, 2005 и 2007г.г.; Международной конференции ГИП – 2005 :Internationalconferenceonhotisostaticpressing. Paris, May 22-25, 2005; 2-й Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, Москва, 2007г.; 6-й Международной конференции «Авиация и космонавтика», МАИ, Москва, 2007г.; 10-й европейской конференции ЕВРОМАТ- 2007 (EUROMAT -2007), Нюрнберг, Германия, 2007; XIX Международной конференции «Материалы с особыми физическими свойствами и магнитные системы», г. Суздаль, 2007 г.; 5-й Международной конференции «Теория и практика технологий производства изделий из композиционных материалов и новых металлических сплавов», Москва, 2008г.; 9-й Международной научно-технической конференции «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка», г. Минск, 2010 г.; 5-м Белорусском космическом конгрессе, г. Минск, 2011г.; Международной конференции MSE 2012 (MaterialScienceEngineering), Darmstadt, Germany; 25 - 27.09.2012; Международных конференциях «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества», г. Суздаль, 2010-2014г.г; 9-м Международном симпозиуме «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка, Беларусь, Минск, 2015; II-м и III-м Международных технологических форумах "Инновации. Технологии. Производство", Россия, Рыбинск, 2015 и 2016 г.г.; 8-й

Международной конференции «Лучевые технологии и применение лазеров», Россия, Санкт-Петербург, 2015 г.

Результаты диссертационной работы представлены в 52 публикациях, в том числе в 23 статьях в журналах из перечня ВАК, в 14 патентах, перечень которых приведен в конце автореферата.

### **Структура и объем диссертации**

Материал диссертации изложен на 408 страницах машинописного текста, содержит 215 рисунков и 55 таблиц. Список литературных источников содержит 153 наименования. Диссертация состоит из введения, 8 глав, общих выводов и списка литературных источников.

### **Краткое содержание работы**

**Во введении** обоснована актуальность темы работы, определены направления исследований и сформулированы основные положения, выносимые автором на защиту.

**В первой главе** проведен анализ различных методов производства порошков многокомпонентных сплавов и обоснована целесообразность применения технологии центробежного плазменного распыления быстровращающегося расходоуемого слитка (метод PREP – гранульная металлургия) для получения деталей ответственного назначения ракетно-космической техники.

**Во второй главе** представлено научно-техническое обоснование совершенствования существующей технологии ПМ (гранульной металлургии) для производства изделий ракетно-космической техники и приведены результаты проведенной модернизации. Технологическая линия основного оборудования участка гранульной металлургии ОАО «Композит» показана на рисунке 1.



Рисунок 1 -Линейка основного оборудования технологического участка порошковой металлургии ОАО «Композит»

Важнейшим звеном технологической линии, рисунок 1, является изготовление порошков сплавов. Для реализации метода PREP в РФ

разработано семейство специализированного технологического оборудования «УЦР» (изготовитель - ОАО «Электромеханика»). К недостаткам существующего оборудования типа «УЦР» следует отнести: низкое процентное содержание мелких гранул (менее 200 мкм) вследствие невысокой частоты вращения заготовки; отсутствие подачи газовой смеси в область плавления электрода для задания благоприятных условий кристаллизации и охлаждения частиц в полете, охлаждения и очистки газовой смеси и ряд других. Вот почему среди главных направлений совершенствования технологии производства порошков металлических и интерметаллидных сплавов методом PREP в первую очередь необходимо устранить указанные недостатки существующего оборудования «УЦР».

Для совершенствования метода производства порошков металлических и интерметаллидных сплавов с помощью вращающегося электрода с плазменным нагревом (PREP) и устранения указанных выше недостатков установки УЦР в настоящей работе проведены следующие мероприятия.

*2.1. Совершенствование технологии производства порошков металлических и интерметаллидных сплавов методом PREP (гранульная металлургия) и создание установки нового поколения «УЦРТ-9».*

Установка нового поколения «УЦРТ-9» представлена на рисунке 2.



Рисунок 2 - Установка центробежного распыления нового поколения УЦРТ-9

#### *2.1.1. Плавильная камера*

Плавильная камера представляет собой цилиндр и имеет увеличенный диаметра на 25%- 2500 мм, изготовленный из нержавеющей стали с рубашкой охлаждения. К торцам цилиндра приварены фланцы для сопряжения с необходимого эксцентриситета факела плазмы относительно центральной оси вращения заготовки в процессе распыления. На крышке плавильной камеры имеется прямоугольный карман с фланцем, на который установлен механизм перемещения. Базовым элементом механизма является плита, которая устанавливается на прямоугольный фланец.

Герметичность при продольном и поперечном перемещении ползуна относительно неподвижного фланца камеры достигается применением эластичного уплотнения из фторопластовой пленки и резинового уплотнения, обеспечивающего постоянный контакт фторопластового уплотнения с полированной поверхностью ползуна. Уплотнения крепятся к базовой плите по периметру накладками. Перемещение плазматрона осуществляется через пару винт-гайка и мотор-редуктор.

Внутри плавильной камеры установлен экран для электрода, который защищает стенки плавильной камеры. К нижней части камеры подсоединяется механизм сбора огарков, опрокидыватель короба с огарками.

### *2.1.2. Блок приводов и загрузочное устройство*

Блок приводов состоит из следующих частей: камеры барабанов, приводов вращения барабанов и подачи заготовок. Камера барабанов обеспечивает доступность обслуживания механизмов блока, надежную герметизацию соединений, охлаждение стенки камеры. Камера оснащена светопрозрачным окном для визуального наблюдения за работой механизмов и проверки герметичности токовых вводов.

Применение двух опорных вращающихся барабанов позволило повысить скорость вращения заготовки до 25 000 об./мин., что имеет особое значения для получения гранул минимального размера. Вращающаяся заготовка удерживается на барабанах с помощью прижимного ролика специальной конструкции, который гасит вибрацию. Загрузочное устройство с механизмом подачи заготовок установлено в камере блока приводов. Загрузочное устройство состоит из прямоугольной сварной камеры с открывающейся верхней крышкой. В камере имеется траверса, перемещающаяся вверх-вниз с помощью привода и направляющий, которые предотвращают перекося траверсы при движении. На полках траверсы устанавливается накопитель расходуемых слитков, количество которых может достигать 70 штук.

### *2.1.3. Газовая система*

Газовая система установки «УЦРТ-9» предназначена для заполнения инертной средой полостей установки с целью охлаждения летящих частиц, подачи в плазмотрон плазмообразующего газа и газового охлаждения подшипниковых опор высокооборотных механизмов блока приводов. В состав газовой системы входят узел водяного охлаждения, устройство «Циклон» для грубой очистки газовой смеси от частиц большого размера, фильтр тонкой очистки, узел водяного охлаждения фильтра, воздуходувка для циркуляции газовой смеси в камере приводов и камере распыления, газоанализатор, компрессор, обеспечивающий подачу газовой смеси в плазмотрон под давлением до 2,5 атм.

Отвод тепла с поверхности летящей частицы в вакуумном пространстве осуществляется излучением, длина полета частицы при этом не зависит от ее

размера и может составлять несколько метров. Более интенсивная теплопередача происходит при дополнительном конвективном охлаждении капли в потоке смеси инертных газов (аргон и гелий). В этом случае длина полета частицы, регулируемая расходом инертного газа и расположением распределителя охлаждающего газа в плавильной камере, существенно уменьшается. Дополнительное конвективное охлаждение реализовано на базе кольцевого спреера, расположенного в камере распыления с изменяемым углом наклона форсунок диаметром 1 мм. Форсунки располагаются по окружности спреера с шагом 150 мм, их общее количество составляет 350 штук.

Скорость охлаждения оказывает существенное влияние на характеристики получаемых микрослитков-гранул. Например, распыление при скорости охлаждения капель до  $10^4$  °К/с, как правило, приводит к формированию тонких дендритных структур. При еще большей скорости охлаждения капель может происходить образование ячеистых и даже аморфных структур.

#### *2.1.4. Система управления*

Система управления модернизированной установки УЦР (УЦРТ-9) построена на базе промышленного компьютера (верхний уровень) и программируемого логического контроллера (ПЛК) Direct Logic компании PCL Directby Coyo Inc (нижний уровень). Управление технологическим процессом в автоматическом режиме обеспечивает: пуск и торможение регулируемых приводов вращения барабана, подачу заготовки и перемещения плазматрона, регулирование и контроль их параметров во время работы; создание условий для точной синхронизации вращения барабанов; поддержание зазора между плазматроном и заготовкой; контроль основных параметров плазматрона, вращения барабана, скорости подачи заготовки.

Автоматизированное рабочее место оператора реализовано на базе промышленного компьютера, программное обеспечение которого обеспечивает отображение состояния основных элементов установки, автоматическое формирование базы данных, контроль состояния узлов и механизмов установки и диагностику отказов.

Для визуального наблюдения за состоянием механизмов вакуумной схемы и значениями контролируемых параметров используется мнемосхема установки, на которой отображается динамика процесса получения гранул. Интерфейс оператора содержит основное (базовое) окно, на котором выделено несколько областей: клавиатура вспомогательных экранов, состояние насосов, значения тока и напряжения источника питания плазматрона, параметров вращения и перемещения заготовки, расход инертных газов, температура подшипников.

Система управления обеспечивает перевод установки в безопасное состояние при возникновении внештатных ситуаций. При возникновении

ошибки на мониторе компьютера появляется окно, в котором отображается код ошибки, описание ошибки, рекомендации оператору.

## 2.2. Технология обработки и компактирования гранул

Полный цикл обработки гранул, полученных на установке УЦР на технологической линии участка гранульной металлургии ОАО «Композит», рисунок 1, состоит из следующих операций:

- рассев, сепарация - магнитная и электростатическая;
- изготовление элементов капсул, их сварка с проверкой на герметичность;
- заполнение и заварка капсул гранулами с проверкой на герметичность;
- процессы горячего изостатического прессования (ГИП) и термообработка.

Одной из важнейших контрольных операций является определение содержания кислорода в гранулах, которая позволяет оценить процесс их окисления. Порошки - гранулы, производимые в ОАО «Композит», не имеют контакта с воздушной атмосферой все время производственного цикла. Содержание кислорода в гранулах находится на уровне исходных слитков-электродов (менее 0,007% для никелевых сплавов и менее 0,2% для титановых в соответствии с ТУ на эти материалы).

Таким образом, совершенствование технологии производства порошков металлических и интерметаллидных сплавов методом PREP (гранульная металлургия) для создания нового поколения оборудования (установка «УЦРТ-9») обеспечивает получение металлических порошков (гранул) (фракционного состава менее 100 мкм) сплавов на основе титана, никеля и интерметаллидов (рисунок 3 и 4) с содержанием кислорода на уровне исходной заготовки, возможностью вариативного регулирования частоты вращения заготовки (до 25000 об./мин.), с современной компьютерной системой для автоматизации процесса распыления.

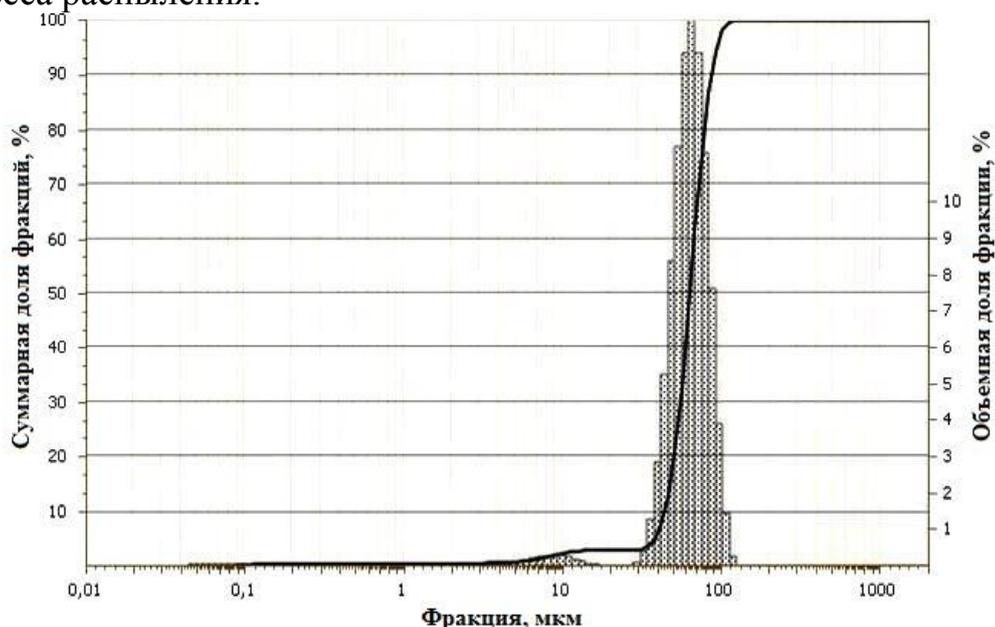
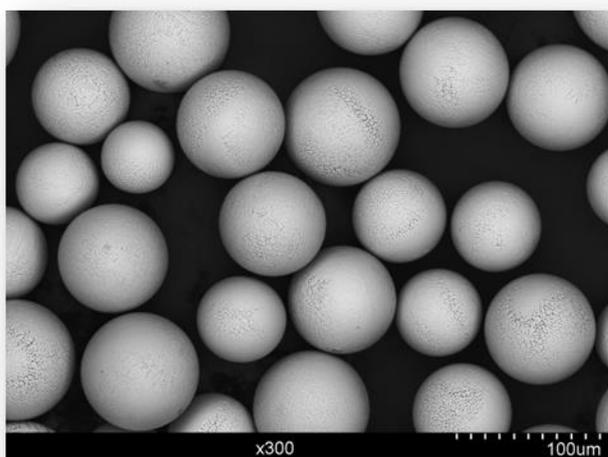
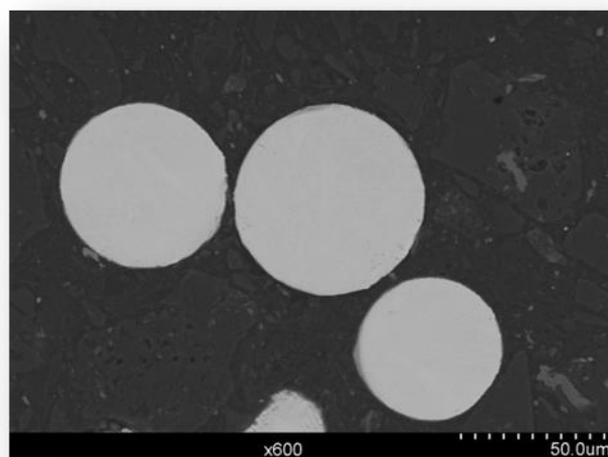


Рисунок 3 - Гранулометрический состав порошка на примере сплава ЭП741НП



а



б

Рисунок 4 – Внешний вид гранул сплава ЭП741НП (а) и макроструктура (б)

*Принципы регламентации параметров процесса компактирования порошков с помощью ГИП*

Одной из важнейших задач, связанных с производством порошковых заготовок, является создание технологии, не допускающей образования «наследственных» границ гранул, которые проявляются в компакте в виде карбидной, оксикарбидной, оксикарбонитридной сеток и в дальнейшем являются причиной разрушения заготовок даже в том случае, когда в результате обработки прошла рекристаллизация и образовались новые границы зерен. В указанной ситуации разрушение при испытаниях на кратковременную и длительную прочность происходит не по границам зерен, а по границам прежних гранул, находящихся внутри зерен. Для решения этой проблемы проведены следующие мероприятия:

- осуществлена строгая регламентация содержания углерода в заготовках для получения гранулированных сплавов на уровне 0,02-0,08 масс. %;

- созданы условия для минимального проникновения в камеру УЦР углеводородов, образующихся в результате крекинга масла в паромасляных вакуумных насосах;

- реализован двухстадийный процесс газостатического компактирования капсул с гранулами.

Имеющееся в ОАО «Композит» оборудование для газостатической обработки позволяет получать высококачественные гранульные заготовки диаметром до 700 мм. В качестве рабочей среды в газостате используется аргон высокой степени чистоты согласно ГОСТ10157-89. Максимальная рабочая температура в настоящее время составляет 1300 °С, а давление – 200 МПа. Газостатическое компактирование капсул с гранулами осуществляется при определенных значениях температуры, давления и времени выдержки. При

этом температура нагрева должна не только обеспечить приведение материала гранул в пластическое состояние с последующей их диффузионной сваркой, но и не вызывать оплавления их структурных составляющих. Давление аргона должно быть достаточным для протекания пластической деформации гранул, а время выдержки соответствовать длительности процессов деформации и диффузионной сварки [19, 20].

**В третьей главе** изложена концепция упрочнения мелкозернистой структуры порошковых сплавов в компактированном состоянии путем легирования элементами (в основном переходными металлами), имеющими склонность к сегрегации на границах зерен (ГЗ) и повышающими одновременно как энергию когезии матрицы сплава, так и когезивную прочность ГЗ. Для оценки влияния легирующих элементов на состояние ГЗ в сплавах необходимо, во-первых, определить склонность добавок к сегрегации на ГЗ, и, во-вторых, установить характер влияния сегреганта на когезивную прочность ГЗ.

Эффективность влияния конкретного легирующего элемента на характеристики ГЗ предложено оценивать путем расчета работы расщепления ГЗ из первых принципов, методом функционала электронной плотности. Целью расчета является определение параметра  $\eta$ , который представляет собой фактор упрочнения\разупрочнения ГЗ в результате зернограницной сегрегации легирующего элемента. Если примесь упрочняет ГЗ, параметр  $\eta$  является отрицательной величиной, и наоборот.

В работе вводится понятие «универсальных легирующих элементов» в поликристаллических ЖС, которые способствуют как повышению когезивной прочности ГЗ, так и матрицы сплавов. Вклад легирующего элемента в энергию когезии матрицы оценивается путем расчета значения парциальной молярной энергии когезии.

В работе приведены результаты расчета данных параметров для обобщенных систем легирования ЖС на основе титана и никеля.

**Титановые ЖС.** Установлено, что в  $\alpha$ - и  $\beta$  – фазах Ti сплавов универсальной легирующей добавкой является W, повышающий не только энергию когезии  $\alpha$ - и  $\beta$  – фаз, но и когезивную прочность ГЗ в определяющей фазе титановых ЖС ( $\alpha$ - фаза). Наибольший вклад вольфрама в когезивную прочность матрицы титановых ЖС говорит о том, что при развитии системы легирования нового поколения титановых ЖС с повышенной рабочей температурой следует ориентироваться на химический состав известных сплавов, которые содержат вольфрам. Например, титановый ЖС VT25 содержит до 1,5 масс. % W, а также (6,2-7,2) Al, (1,5-2,5) Mo, (0,8-2,5) Zr, (0,8-2,5) Sn, (0,15-0,04) Si, остальное Ti (масс. %). Данный сплав работоспособен до температур 550÷600 °С и имеет недостаточно высокую жаростойкость: сплав

начинает интенсивно окисляется уже при температуре 450 °С. Полученные в настоящей работе расчетные данные показывают, что для повышения жаропрочности в титановых сплавах целесообразно увеличить количество W. Такой подход реализован при создании опытного титанового ЖС СТ6У, который имеет следующий химический состав: Ti- (5-7,5) Al- (5-7,5) W- (3-5,0) Zr- (0,05-0,2) Hf (масс. %).

Легирование сплава СТ6У большим количеством вольфрама – тяжелого тугоплавкого металла - потребовало разработки специальной технологии его выплавки с использованием лигатур. Подчеркнем, что сплав СТ6У разработан как для самостоятельного применения в литейном варианте, так и для использования в качестве слитков-электродов в гранульной металлургии.

Опытные партии сплава СТ6У выплавляли методом двойного переплава в вакуумно-дуговой печи. Полученные отливки были прокованы на прутки диаметром 16 мм, и отожжены при температуре 800°С в течение одного часа с последующим охлаждением на воздухе. Из прутков были изготовлены образцы для механических испытаний при нормальных и повышенных температурах, а также образцы для оценки жаростойкости.

Результаты испытаний образцов на растяжение, ударный изгиб, длительную прочность и ползучесть нескольких вариантов нового литейного сплава СТ6У, и одного из лучших титановых ЖС ВТ18 (для сравнения) показали, что опытный сплав СТ6У заметно превосходит известный сплав ВТ18 по прочности и жаропрочности при температурах 750÷800 °С. Установлено так же, что сплав СТ6У обладает повышенной стойкостью к окислению по сравнению со сплавом ВТ18.

Разработанная технология производства отливок из сплава СТ6У позволила получить высококачественные плотные слитки с равномерным распределением легирующих элементов, из которых были изготовлены прутки диаметром 60 мм методом винтовой прокатки. Для центробежного распыления на гранулы (размером  $\leq 250$  мкм) использовали как прутки сплава СТ6У, так и известные титановые ЖС ВТ18У и ВТ25У для сравнения. Компактирование порошков титановых сплавов проводили с помощью горячего изостатического прессования, получая тонкостенные компактные заготовки типа «корпус».

Результаты испытаний гранулированных сплавов СТ6У, ВТ18У и ВТ25У на длительную прочность показали, что при больших нагрузках, невысоких температурах и ресурсах опытный сплав СТ6У по характеристикам длительной прочности занимает промежуточное положение между известными сплавами ВТ18У и ВТ25У. Однако с увеличением ресурса и температуры опытный сплав СТ6У уже не уступает сплаву ВТ18У и по-прежнему превосходит сплав ВТ25У. Судя по характеру изменений параметров  $\lg(\sigma) - P$  на диаграмме Ларсона-Миллера, сплав СТ6У обладает самой высокой стабильностью структуры среди исследованных сплавов.

**Никелевые ЖС.** Результаты расчетов, представленные в данной работе, показывают, что в никелевых ЖС универсальными легирующими элементами, способствующими упрочнению ГЗ и повышающими энергию когезии матрицы, являются переходные металлы - Zr, Nb, Hf, Ta- и В. Опытный сплав НГК-6, система легирования которого содержит пакет «малолегирующих» добавок (Zr+Hf+Nb+Ta+В), имеет следующий химический состав: Ni – (8÷10 W) – (4÷5 Cr) – (11÷13 Co) – (3÷5 Mo) – (2 ÷ 2,5 Ti) – (4,5 ÷ 5 Al) – [(1,5 ÷ 2 Nb) – (1 ÷ 2 Ta) – (0,5 Hf) – (0,01 Zr) – (0,015 В)] (масс. %). Конкретное содержание каждого из легирующих элементов в рамках пакета, выделенного квадратными скобками [...], определяется опытным путем. Например, Zr вводится в столь малом количестве – до 0,01 – потому, что при большем содержании Zr в компактированном состоянии на ГЗ наблюдается образование частиц обогащенной цирконием фазы. Проведены испытания механических свойств опытного сплава в сравнении с известным гранулированным сплавом ЭП741НП и литейным сплавом ЖС6У. Показано, что опытный сплав НГК-6 имеет преимущества в условиях высоких температур и больших нагрузок, характерных для эксплуатации ракетно-космической техники.

**В четвертой главе** показано применение порошковой (гранульной) металлургии для изготовления замкового соединения из сплава на основе никелида титана с эффектом памяти формы. Сплавы на основе никелида титана (NiTi) с эффектом памяти формы (ЭПФ) относятся к числу многофункциональных материалов, которые сочетают свойства конструкционных и функциональных сплавов. Действительно, NiTi-сплавы по комплексу механических свойств удовлетворяют требованиям, которые предъявляются к конструкционным сплавам: их прочность при комнатной температуре составляет  $\sigma_b = (700 \div 1000)$  МПа, которая сочетается в них с высокой пластичностью  $\delta \approx 10 \div 30$  %. С другой стороны, в NiTi-сплавах наблюдается большой по величине ЭПФ, обусловленный термоупругим мартенситным превращением: величина обратимой деформации составляет 6 – 8 % при степени восстановления формы до 100 %.

Для изготовления NiTi-сплавов в настоящее время используется широкий спектр современных технологий, включая интенсивную пластическую деформацию как кристаллической, так и аморфной структуры, а также нанотехнологии. Установлено, что получению максимальных и стабильных значений ЭПФ и механических свойств в сплаве способствует повышение однородности химического состава сплава и дисперсности его микроструктуры.

В настоящей работе исследована эффективность современной технологии гранульной металлургии для получения интерметаллидного сплава на основе NiTi с высокими показателями механических и функциональных свойств. Учитывая положительное влияние деформации на микроструктуру и

служебные характеристики нитинолов, гранулированный сплав в компактированном состоянии подвергали винтовой прокатке (радиально-сдвиговой деформации) и получали заготовку для изготовления замкового соединения. Проведены испытания конструкционных и функциональных свойств гранулированного сплава на разных этапах изготовления замковых соединений, а также испытания работоспособности опытной партии модельных замковых соединений.

Для получения литой заготовки использовали сплав ТН-1 (ТУ 18.4270-005-13152881-05) после двойного вакуумно-дугового переплава. Полученные заготовки из сплава ТН-1 в состоянии литье + прессование использовали для получения гранулированного варианта сплава. На рисунке 5 показан внешний вид гранул из сплава ТН-1 фракционного состава от 50 до 200 мкм.

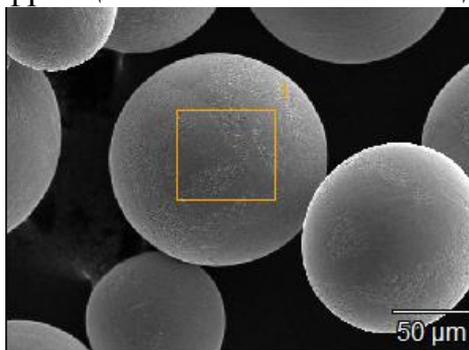


Рисунок 5 - Сферические гранулы сплава ТН-1: исходное состояние

Поликристаллическая структура компакта, полученного из гранул путем горячего изостатического прессования, приведена на рисунке 6.

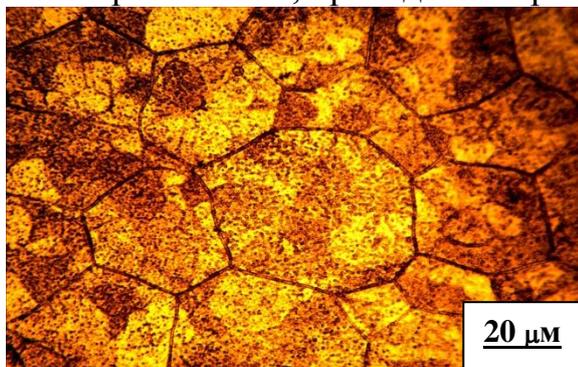


Рисунок 6 - Поликристаллическая структура гранулированного сплава ТН-1 в компактированном состоянии после ГИП

Опытной винтовой прокатке подвергали три исходных заготовки диаметром 45 мм из гранулированного сплава ТН-1 плотностью около 99% от плотности монолитного материала. Деформация каждой заготовки осуществлялась в три прохода с промежуточными подогревами в печи при температуре 950°C в течение 5 – 10 минут. Механические свойства гранулированного сплава ТН-1 при комнатной температуре приведены в таблице 1.

Из таблицы 1 следует, что после винтовой прокатки показатели механических свойств гранулированного сплава увеличиваются в (2,5 ÷ 3) раза, и почти в 1,5 раза превосходят свойства прессованного прутка. Наблюдаемый эффект характеризует основное преимущество предложенной технологии перед его аналогами (традиционной металлургии и деформации) – существенное увеличение прочности и пластичности.

Таблица 1 - Механические свойства сплава ТН-1 при комнатной температуре в разных состояниях

Состояние	Предел прочности $\sigma_B$ , МПа	Относительное удлинение $\delta$ , %	Относительное сужение $\psi$ , %
Прессованный пруток	560	8,7	9,3
Гранулы, ГИП	320	5,7	5,4
Гранулы, ГИП+ винтовая прокатка	805	20	13

Для оценки работоспособности модельных замковых соединений (рисунок 7), ключевым элементом конструкции которых являются втулки, изготовленные из гранулированного сплава ТН-1, были проведены контрольные испытания втулок.



Рисунок 7 - Внешний вид партии замковых соединений

Целью испытаний являлось определение степени восстановления формы втулок  $\Delta$ . Установлено, что коэффициент  $\Delta$  всех испытанных втулок превышает 95%, что соответствует требованиям, которые предъявляются к замковым соединениям данного типа. Коэффициент восстановления формы аналогичных втулок, изготовленных из прессованного прутка сплава ТН-1, не превышает 90%.

По результатам испытаний установлено, что разработанная технологическая схема изготовления втулок – основного рабочего элемента замкового соединения обеспечивает высокий уровень свойств не только при комнатной температуре: прочность 805 МПа, пластичность 20 %, но и при

температурах: при 100°C прочность 670 МПа, пластичность – 12 %; при 200°C прочность 760 МПа, пластичность - 11%. Это в 1,5 раза выше, чем предъявляемые требования по ОСТ 92-5137-90 (прочность не менее 529 МПа и пластичность не менее 8 %). Результаты проведенных испытаний подтвердили работоспособность замковых соединений разделения с рабочим элементом на основе титанового сплава ТН-1 с эффектом памяти формы, изготовленного методом металлургии гранул, в части повышенных конструкционных и функциональных характеристик.

**В пятой главе** описана разработка технологических процессов изготовления тонкостенных трубчатых элементов 3Д конфигурации сложной формы из гранул титановых сплавов для систем разгонных блоков.

**Ферменные конструкции** - наиболее эффективные в весовом отношении корпусные отсеки, применяемые в РКТ. В настоящее время в конструкциях серийных разгонных блоков используют конструктивные элементы, изготовленные из тонкостенных (толщина стенки 2 мм) трубных элементов методами деформации, которые соединяются в единую конструкцию посредством сварки и специальных соединительных элементов. Несмотря на положительные результаты эксплуатации подобных изделий, достаточно остро стоит вопрос о дальнейшем совершенствовании их конструкции в целях снижения весовых характеристик, повышения удельной прочности элементов и надежности всего изделия в целом.

Проектные проработки и расчеты показали, что задача создания ферменных конструкций может быть эффективно решена при использовании метода гранульной металлургии, который позволяет получать тонкостенные изделия сложной формы, что существенно снижает объем механической обработки и количество сварных швов в готовой конструкции.

Конструктивные элементы разгонного блока представляют собой фрагменты ферменных конструкций, состоящих из комбинации тонкостенных (толщина стенки 2 мм) трубных заготовок и создающие «глухую» заделку и заделку под шарнир. Все выбранные фрагменты ферменных конструкций объединены в единую конструкцию экспериментальных натуральных образцов. Для изготовления данной конструкции методом гранульной металлургии была разработана конструкторская документация на изготовления капсул под засыпку. По разработанной конструкторской документации были изготовлены капсулы для экспериментальных образцов натуральных трубных элементов, представляющие собой тонкостенные трубные заготовки; материалом для капсул является сталь 20.

Экспериментальные образцы натуральных трубных элементов представляли собой тонкостенные трубные заготовки (толщина стенки 2 мм) из

титановых сплавов ВТ14 и ВТ23. Внешний вид готовых трубных элементов приведен на рисунке 8.

На базе проведенных теоретических исследований разработана методика испытаний трубных элементов из титанового сплава, полученных методом гранульной металлургии, при сложном напряженном состоянии. Испытания на несущую нагрузку проводили на универсальной испытательной машине ЦД-40. Установлено, что при достижении сжимающего усилия 30000 кг (норматив 20000 кг) на образцах при внешнем осмотре нарушений целостности материала и потери формы не обнаружено.



Рисунок 8- Внешний вид модельных трубных элементов

Разработаны и выпущены технологический процесс изготовления трубных элементов №932.0102.068.00-2012 и технологические условия ТУ 1791-539-56897835 «Трубные элементы из титановых сплавов ВТ14 и ВТ23, изготовленные методом металлургии гранул».

**6 глава работы** посвящена разработке технологических процессов изготовления сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  (ИНГК-5), работоспособного при температуре  $1250^{\circ}C$ , и модельных образцов камер сгорания (КС) из его для жидкостных ракетных двигателей.

Жаропрочный гранулированный сплав на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  (ИНГК5) разработан в ОАО «Композит» применительно к изготовлению камер сгорания (КС) жидкостных ракетных двигателей. В работе были определены оптимальные условия выплавки слитков-электродов из этого сплава. Установлено, что оптимальные условия выплавки слитков-электродов сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  обеспечивает вакуумно-индукционная плавка с последующим вакуумно-дуговым переплавом или кристаллизацией под давлением. Опробованный метод кристаллизации расплава под давлением для получения слитков-электродов позволил получить сплав с высокой плотностью. Установлен оптимальный режим плавки: температура заливки в кристаллизатор  $1600^{\circ}C$ , температура подогрева кристаллизатора  $200^{\circ}C$ , налагаемое давление на жидкий металл 150 МПа, время заполнения кристаллизатора 20 с, вакуум  $1,33 \cdot 10^{-1}$  Па. Выплавлены слитки-

электроды и проведена их механическая обработка до размера  $\phi$  73 x 200 мм для распыления в установках УЦР.

Для получения гранул из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  был использован метод центробежного распыления вращающегося электрода. В настоящее время в мировой практике наиболее актуальным является получение мелких гранул, чтобы не менее 50 % всех гранул имели размер  $\leq 105$  мкм. Такие гранулы характеризуются минимальным количеством металлических и неметаллических включений, отсутствием внутренней газовой пористости и адсорбированных на их поверхности газов, что обеспечивает стабильность свойств и высокую надежность деталей изготовленных из них. В настоящей работе был разработан режим распыления сплава ИНГК 5 с частотой вращения распыляемой заготовки 18000 об/мин позволил получить максимальный выход (57,2 % из 100 %) рабочей фракции гранул (рисунок 9) (+40 – 160) мкм сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$ . Гранулометрический состав сплава приведен на рисунке 10.

По данному режиму была изготовлена партия гранул сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  (таблица 2).

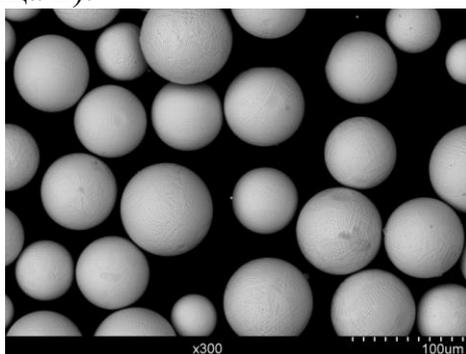


Рисунок 9 - Гранулы сплава ИНГК-5, полученные на установке УЦР

Таблица 2 - Химический состав гранул сплава на основе соединения  $Ni_3Al$

Содержание химических элементов, мас. %								
Ni	Al	Cr	W	Mo	Ti	Ta	Y	O <sub>2</sub>
осн.	7,6	4,1	5,1	1,93	0,5	1,54	0,045	0,0065

Примечание: Результаты приведены по среднему значению трех проб.

Химический состав гранул идентичен химическому составу слитков-электродов. Из таблицы 2 видно, что содержание кислорода в гранулах сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  составило 0,0065 мас. % и находится на уровне его содержания в гранулах серийных никелевых сплавах (0,004-0,007 мас. %).

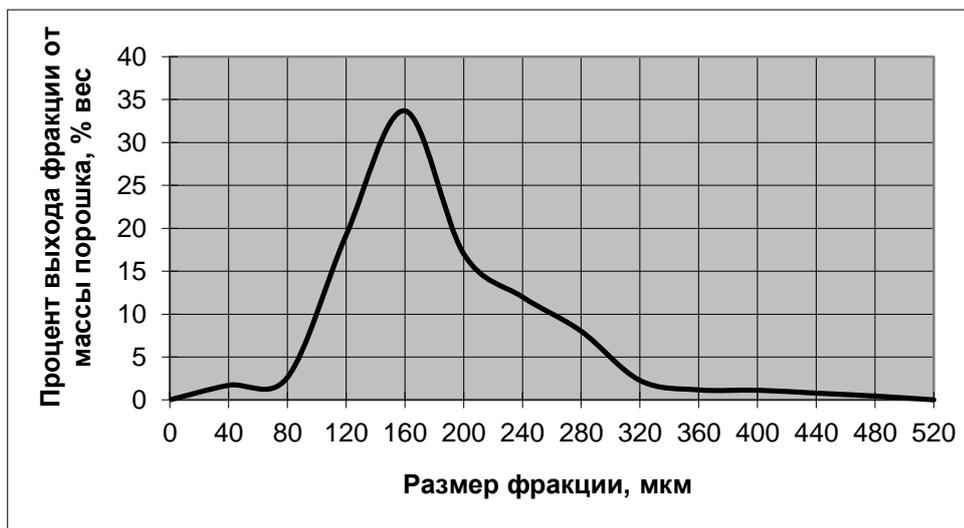


Рисунок 10 - Гранулометрический состав гранул сплава на основе соединения  $Ni_3Al$

Компактные заготовки из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  были получены методом ГИП по режиму:

1 ступень - температура  $1018\text{ }^{\circ}\text{C}$ , выдержка 1 ч.;

2 ступень - температура  $1210\text{ }^{\circ}\text{C}$ , выдержка 2 ч. Режим термообработки (вакуумный отжиг) заготовок деталей: температура  $1270\text{ }^{\circ}\text{C}$ , время выдержки 7 ч.

Компактные заготовки из гранулированного сплава ИНГК-5 при  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  имеют прочность  $\sigma_B^{20} = 987,2\text{ МПа}$ , удовлетворяющую требованиям ТЗ  $\sigma_B^{20} \geq 960\text{ МПа}$ . Сплав имеет высокую для интерметаллидных сплавов пластичность при температуре  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ :  $\delta = 9,1\%$ ,  $\psi = 11,6\%$ . Микроструктура компактных заготовок из гранулированного сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  приведена на рисунке 11.

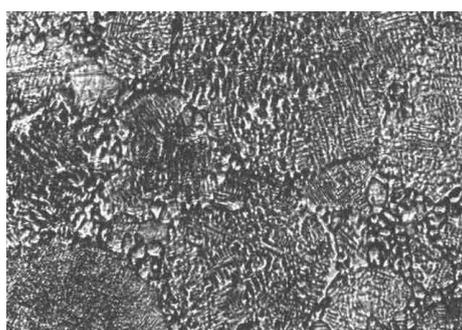


Рисунок 11 - Микроструктура компактных заготовок из гранулированного сплава ИНГК-5, x 300

Оценка свариваемости гранулированного интерметаллидного сплава ИНГК-5 была проведена совместно с ЗАО «ПО «Астротехника».

В настоящее время камеры сгорания микродвигателей для изделий типа "Союз ТМ" изготавливаются из ниобиевого сплава 5В2МЦ с жаростойким дисилицидным покрытием. Соединение камеры с форсуночной головкой из

стали 12X18H10T осуществляется через биметаллическое кольцо Ti-Nb-Cu-сталь с применением электроннолучевой и аргонодуговой видов сварки. Использование в качестве материала камеры сгорания сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  требует изменения конструкторско-технического решения по соединению камеры сгорания с форсуночной головкой. Было принято решение опробовать непосредственное соединение сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  с нержавеющей сталью с использованием аргонодуговой или электроннолучевой видов сварки, минуя пайку через соединительное кольцо. За основу было выбрано "усиковое" соединение, используемое в существующей конструкции для соединения переходного кольца из биметалла Ti-Nb-Cu-сталь с форсуночной головкой из нержавеющей стали.

Для предварительных испытаний на свариваемость использовали две камеры сгорания, изготовленные по конструкторской документации ЗАО «ПО «Астротехника» С8.10.0-1364 из сплава ИНГК-5 (рисунок 12). Аргонодуговая сварка вольфрамовым электродом без присадочной проволоки выполнялась на постоянном токе обратной полярности по режиму:  $I_{св.} = 30 - 40 \text{ А}$ ,  $V_{св.} = 10 \text{ м/ч}$ . Электроннолучевая сварка образцов осуществлялась на установке ЭЛУ-8 с использованием энергокомплекса "У-250А"-ЦЭП-4" по следующему режиму: ускоряющее напряжение - 27 kV, ток сварки - 25 mA, скорость сварки - 15 м/ч., фокусировка - острая.



Рисунок 12 - Камеры сгорания, изготовленные по конструкторской документации С8.10.0-1364 из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$

Процесс формирования сварных швов выполненных, как аргонодуговой, так и электроннолучевой сваркой, проходил стабильно без разбрызгивания ванны расплавленного металла. Сварной шов гладкий с серым налетом на поверхности (рисунок 13).



Рисунок 13 - Внешний вид соединения образца из сплава ИНГК-5 со сталью 12Х18Н10Т, полученного аргонодуговой сваркой, х2,5

При внешнем осмотре и контроле методом капиллярной дефектоскопии дефектов в сварных швах и околошовных зонах не обнаружено. Качество сварных соединений оценивали методом микроструктурного анализа. Структура соединения сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  со сталью 12Х18Н10Т, полученная аргонодуговой сваркой показала (рисунок 14), что макро- и микротрещин в сварных швах образцов, а также в околошовных зонах не обнаружено. Имеют место единичные поры, размер которых составляет  $\leq 0,05$  мм, что не превышает требования отраслевого стандарта ОСТ 92-1114-80. Глубина проплавления на образце, сваренном аргонодуговой сваркой, составляет 0,6 - 0,95 мм, а на образце, сваренном электроннолучевой сваркой - 1,8 - 2,0 мм. Микроструктура сварного шва и околошовной зоны образца мелкозернистая.



Рисунок 14 - Микроструктура соединения сплава  $Ni_3Al$  со сталью 12Х18Н10Т, полученное аргонодуговой сваркой, после термообработки, х 75

После этих испытаний камеры сгорания были сварены с имитаторами форсуночной головки из нержавеющей стали с помощью аргонодуговой сварки и электроннолучевой сварки в вакууме (рисунок 15). При внешнем осмотре и контроле методом капиллярной дефектоскопии дефектов в сварных швах, выполненных как аргонодуговой сваркой, так и электроннолучевой, а также в околошовных зонах не обнаружено. После сварки обе камеры сгорания прошли испытания на прочность давлением воздуха  $P = 4,5$  МПа (45 атм) и на герметичность методом аквариума давлением воздуха  $P = 3,0$  МПа (30 атм).



Рисунок 15 - Камеры сгорания из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  с приваренным к ней образцами форсуночной головки из стали 12X18H10T

Таким образом, опробование сварки камер сгорания из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  с нержавеющей сталью 12X18H10T аргонодуговой и электроннолучевой видами сварок показало удовлетворительный результат.

Стендовые огневые испытания опытных деталей камер сгорания (КС) были проведены по методике, разработанной ФГУП «Центр Келдыша» для интерметаллидного сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  (ИНГК5) в условиях воздействия на них высокотемпературной струи, создаваемой плазматроном «Звезда» на стенде Д-20 (рисунок 16). Целями огневых испытаний являлось определение работоспособности представленных на испытания моделей камер сгорания при температурах выше  $1250^{\circ}C$ , определение средних значений массового и линейного уноса интерметаллида на основе  $Ni_3Al$  в указанных условиях, а также измерение температуры поверхности моделей в области критического сечения в процессе испытаний.

Параметры огневых испытаний составляют:

- температура стенки, омываемой газовой смесью  $t_w \leq t_{пл. Ni} \approx 1454^{\circ}C$  (по никелю);
- давление в камере сгорания  $P_k \leq 0,5-0,6$  МПа;
- время испытаний  $\tau_{и} = 10-20$  с;
- рабочая среда – газовая смесь воздуха и паров воды.

Результаты огневых испытаний интерметаллидного сплава ИНГК5 показали, что параметры плазматрона при огневых испытаниях камер сгорания изменялись в сторону повышения максимальных значений  $t_{wmax}$  с  $1100^{\circ}C$  до  $1400^{\circ}C$ . Цилиндрические и конические модели КС прошли по три циклических огневых испытания, целостность их сохранилась, а уноса материала  $Ni_3Al$  не было обнаружено. Унос интерметаллида  $Ni_3Al$  отсутствует до температуры  $1580^{\circ}C$ , что свидетельствует о перспективности сплава ИНГК5, как материала

работоспособного при температурах свыше 1250°C. По результатам работы выпущено ТУ «Заготовки опытных деталей из сплава на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al» № ТУ 1798 - 438 - 56897835 – 2008.



а



б

Рисунок 16 – Фотография узла крепления с моделью до (а) и после испытания (б)

**В 7 главе** диссертации представлены результаты разработки комплексной технологии механодиспергирования и механосинтеза интерметаллидных сплавов на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al для получения порошков с нанокристаллическими элементами субструктуры. В настоящей работе стояла задача, используя методы механохимического синтеза (МС) получить нанокompозиты, в которых в качестве металлической матрицы выступали бы высокотемпературные интерметаллиды, а в качестве упрочняющей фазы (дисперсное упрочнение) – высокотемпературные соединения в нанокристаллическом состоянии. Получаемые в результате МС наноструктурные материалы обладают сочетанием физико-механических свойств, существенно отличающихся от сплавов, полученных традиционными методами. Интерметаллидные соединения (NiAl), полученные методом МС, обладают наноструктурными размерами достаточно стабильными при повышенных температурах. При компактировании порошков, полученных методом МС следует искать технологию, в результате которой получался бы плотный материал с наследованием наноструктуры, образовавшейся после синтеза.

Помол порошковых смесей проводился в планетарных мельницах (FRITCH и МАПФ) в атмосфере Ar. Процесс проводился в прерывистом режиме для охлаждения и отбора проб. Процесс МС продолжался до тех пор, пока на рентгенограммах фиксировались изменения фазового состава. Для механоактивации и МС с углеродом использовался многокомпонентный сплав состава (масс. %) Ni - 4.12Cr, 2.19Mo, 5.57W, 1.63Ti, 8.78Al, 1.71Ta, приготовленный по гранульной технологии (рисунок 17).

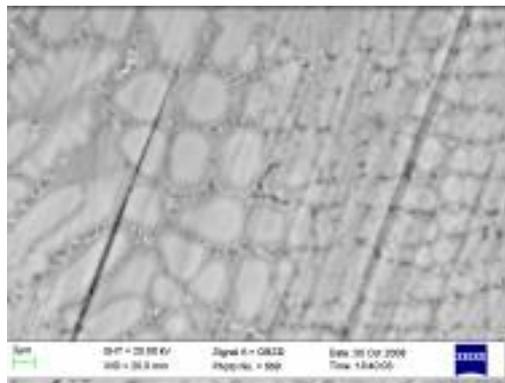


Рисунок 17 - Ячеистая структура гранульного сплава

Фактически, сплав на основе  $\gamma'$  – фазы ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ ). Для второго эксперимента в исходный гранульный сплав на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  был добавлен графит из расчета 0.5 атома на 1 атом Al, т.е., если весь алюминий пойдет на образование  $\gamma'$  - фазы, то углерод войдет в каждую вторую ячейку с образованием двойного карбида  $\text{Ni}_3\text{AlC}_{0.5}$ . Для третьего МС использовалась смесь порошков элементарных металлов и графит. Кроме того, проводился МС и последующее компактирование образцов в системе Ni-Al-C из Ni, Al и графита в атомном соотношении 3:1:0.3, 3:1:0.6 и 3:1:1, а также смесь - упорядоченный интерметаллид  $\text{Ni}_3\text{Al}$  – графит, в молекулярном соотношении 1:1. Эти составы могут оказаться перспективными в качестве матриц для жаропрочных сплавов на основе никеля.

Результаты обработки рентгенограмм многокомпонентных сплавов – гранульный, смесь гранульного сплава с графитом и многокомпонентный сплав из элементарных металлов приведены на рисунке 18 и в таблице 3. Помол гранульного сплава в течение 2-х часов привело к разупорядочению  $\gamma'$ -фазы (исчезли сверхструктурные линии), увеличился период решетки от 0.3583 нм до 0.3600 нм. Одновременно, как видно из увеличения уширения структурных линий, произошло диспергирование ( $D = 11$  нм). Помол смеси этого сплава с графитом привел к более сильному диспергированию (влияние графита в смеси) - размер блоков уменьшился до 8 нм. В результате МС многокомпонентной смеси из элементарных металлов был синтезирован порошковый сплав с нанокристаллической матрицей ( $D_\gamma = 5$  нм) и не полностью растворившимися элементами (W(Mo), Ta и Cr) (таблица 3).

Порошковые образцы, компактировались методом горячего изостатического прессования (ГИП) в цилиндры диаметром  $\sim 10$ мм и длиной 100мм при 150 -153 МПа и двух температурах 1100°C и 1200°C.

Таблица 3 - Результаты обработки рентгенограмм многокомпонентных

Время МС,ч	a, нм	D, нм	<e>,%	Фазовый состав
Исходный гранульный сплав				
0	0,3583	200	0	$\gamma'$ + Cr
1	0,3592	14	0,45	$\gamma$ + Cr
2	0,3600	11	0,07	
Гранульный сплав + графит				
1	0,3598	12	0,07	
2	0,3601	10	0,08	
3	0,3604	8	0,08	
Сплав того же состава из элементарных металлов				
4,5	0,3594	5	-	W(Mo), Ta и Cr

Обобщенный график изменения дисперсности субструктуры в зависимости от предыстории порошкового образца и температуры компактирования приведен на рисунке 19.

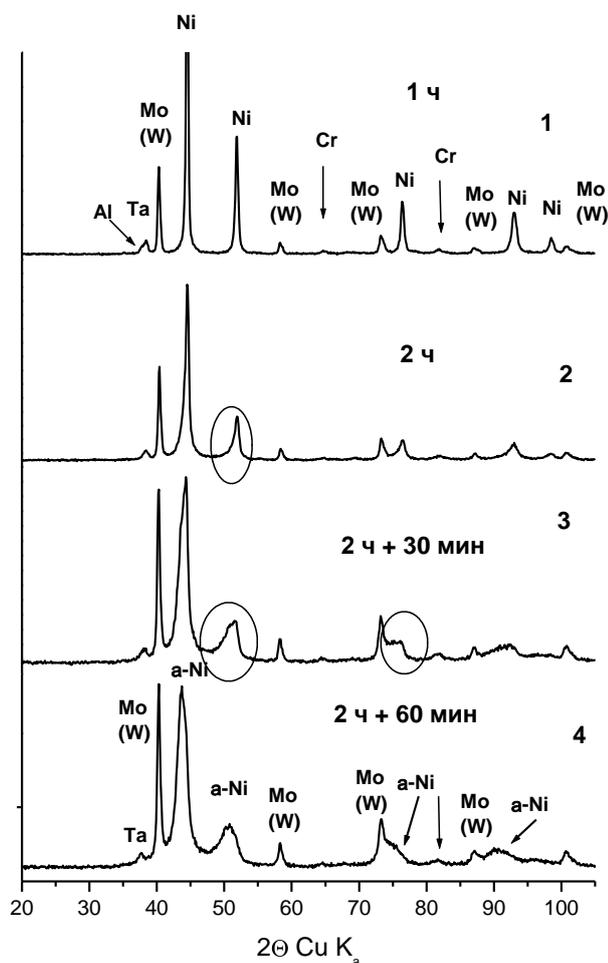


Рисунок 18 - Дифрактограммы МС сплава из элементарных металлов после разного времени помола от 1ч до 3 ч

В результате МС в системе Ni-Al-C формируются нанокристаллические ( $D = 4 - 6$  нм) трехкомпонентные твердые растворы на основе никеля Ni(Al,C).

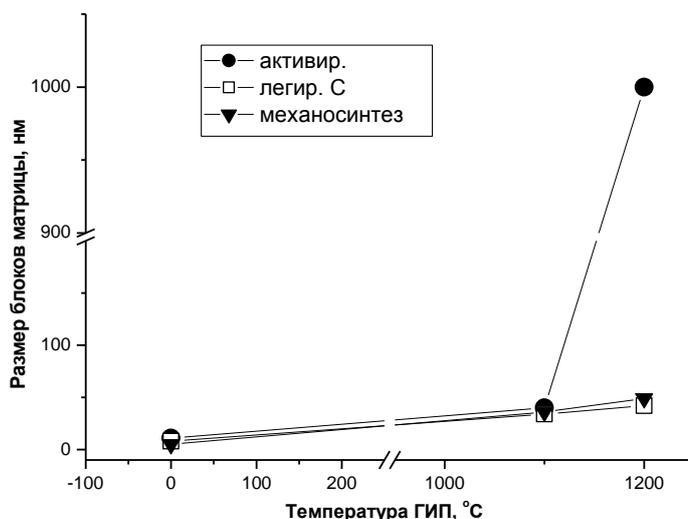


Рисунок 19 - Сравнительный размер блоков никелевой матрицы после ГИП

После нагрева этих порошковых сплавов до  $800^{\circ}\text{C}$ , образуется карбид  $\text{Ni}_3\text{AlC}_x$  перовскитного типа. Содержание углерода (X) не превышает 0.4 ат./эл. яч. Избыточный углерод выделяется в виде дисперсного графита. Следующий этап работы заключался в горячем (ГИП) компактировании порошковых сплавов после активации и МС и изучении стабильности микроструктуры сплавов. Обобщенный график изменения дисперсности субструктуры в зависимости от предыстории многокомпонентного сплава и температуры компактирования приведен на рисунке 19. Из рисунка 19 видно, что активация гранулированного сплава позволяет сохранить наносубструктуру  $\gamma'$ - матрицы до температуры ГИП  $1100^{\circ}\text{C}$ . Однако повышение температуры ГИП до  $1200^{\circ}\text{C}$  приводит к рекристаллизации матрицы. Что касается двух других образцов – активированный с графитом и синтезированный механохимическим методом из порошков элементов, то в обоих случаях рекристаллизация заторможена, и размер блоков матрицы не превышает  $\sim 50$  нм. По-видимому, в обоих случаях углерод частично проникает в центральную октаэдрическую пору ГЦК решетки  $\gamma'$  – фазы, образуя в данном случае многокомпонентный карбид перовскитного типа с общей формулой -  $(\text{Ni},\text{TM})_3\text{AlC}_x$ , здесь ТМ – переходные элементы, входящие в сплав.

Таким образом, кроме металлических связей Ni - Al, возникает более прочная ковалентная составляющая Me – C. Кроме того, при механосинтезе из элементарных компонентов углерод взаимодействует с непрореагировавшим W с образованием кубического карбида WC, наличие которого существенно увеличивает микротвердость. В таблице 4 представлены

результаты измерения микротвердости для многокомпонентных сплавов близкого состава, но с различным способом обработки перед компактированием и различной температурой ГИП.

Таблица 4 - Микротвердость многокомпонентного сплава с различной предысторией, после компактирования ГИП при разных температурах

Тип сплава	Т-ра ГИП, °С	Микротвердость, Н <sub>v</sub> кг/мм <sup>2</sup>
Гранульный сплав на основе Ni <sub>3</sub> Al (активированный)	1100	390
	1200	460
Гранульный сплав на основе Ni <sub>3</sub> Al (механолегированный графитом)	1100	410
	1200	445
Многокомпонентный сплав после механосинтеза элементарных порошков	1100	650
	1200	820

Особенный интерес вызвало компактирование методом ГИП МС нанокристаллических твердых растворов системы Ni-Al-C. При компактировании обнаружено образование микроструктуры, состоящей из зерен фазы Ni<sub>3</sub>AlC<sub>x</sub>, (двойной карбид). Зерна карбидной фазы имеют ультрамелкие размеры (2-5 мкм). На границах этих зерен выявляются строчные выделения избыточного графита наноразмера 10-50 нм (рисунок 20).

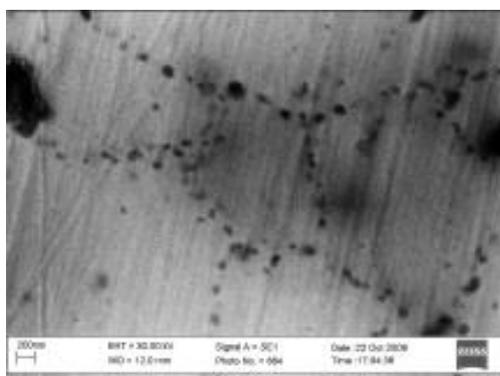


Рисунок 20 - Электронномикроскопическое изображение участка шлифа сплава Ni<sub>3</sub>AlC<sub>0.6</sub>

Из таблицы 4 видно, что относительная микротвердость имеет большую величину для ГИП, при более высокой температуре. Механическое легирование углеродом гранульного сплава практически не влияет на изменение микротвердости. Максимальной микротвердостью обладает сплав, синтезированный механохимическим методом из элементарных порошков. Этот факт легко объясняется наличием карбида, упрочняющим матрицу.

Наблюдение такой микроструктуры в порошках после МА, компактированных при 1200<sup>0</sup> С указывает на принципиальную возможность

создания материала с мелким зерном, в котором ультразеренная структура стабилизирована выделениями нанофазы на границах зерен.

Изготовлена партия (10 шт.) высокотемпературных алюминидов  $Ni_3Al-Cr$  по разработанной комплексной технологии и проведены их испытания.

Пористость компактных заготовок определялась микроскопическим анализом с помощью комплекса программно-аппаратного анализа микроструктуры поверхности твердых тел Thixomet (ТУ 4400-001-72417059). Анализ проводился по 3-4 различным изображениям одного слоя при увеличении  $200\times$ . Суть определения заключается в расчете отношения площади пор на исследуемом образце к площади всего исследуемого образца. На рисунке 21 представлена микроструктура, полученная при изучении пористости компактных заготовок алюминида  $Ni_3Al-Cr$  обработанная с помощью программы анализа Thixomet. Зеленым цветом выделены области соответствующие наличию пор. В таблице 5 представлены результаты расчета отношения площади занимаемой порами к общей площади исследуемых образцов. Измерения проводились по 3 изображениям различных участков образца

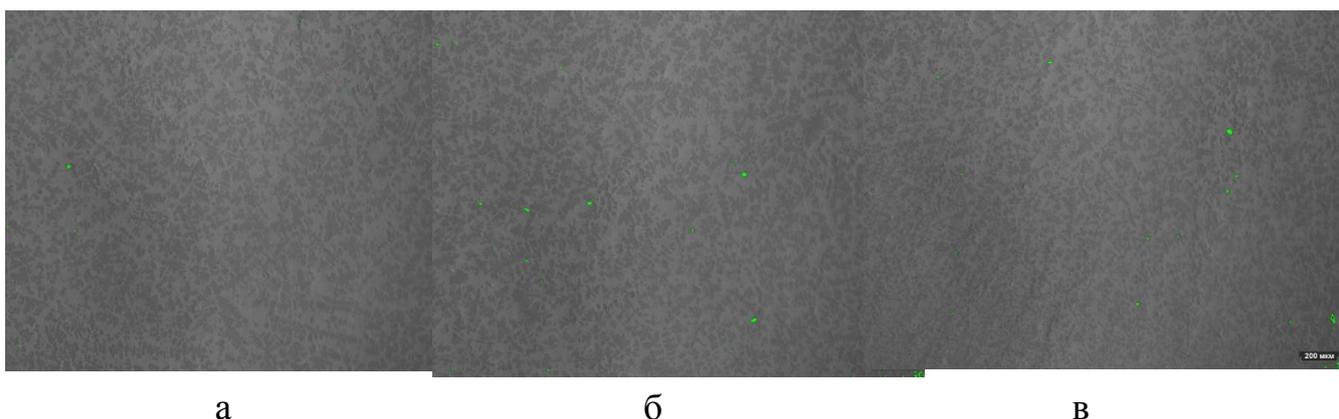


Рисунок 21 – Структура компактных заготовок на основе алюминида  $Ni_3Al$  при измерении пористости

Таблица 5 – Результаты измерения пористости компактных заготовок на основе  $Ni_3Al$

Исследуемый материал	Значение пористости, %			
	Измерение 1	Измерение 2	Измерение 3	Среднее значение пористости
Алюминид системы $Ni_3Al-Cr$	0,080	0,087	0,058	0,085

Из результатов измерений видно, что значение пористости образцов компактных заготовок на основе алюминида  $Ni_3Al$  не превышают 0,01 %, что

свидетельствует о качественном проведении процесса газостатирования порошков.

*Измерение плотности компактных заготовок*

Плотность компактных заготовок на основе высокотемпературных алюминидов  $Ni_3Al$  измерялась согласно ГОСТ 20018 «Сплавы твердые спеченные. Метод определения плотности».

Результаты измерения плотности компактных заготовок представлены в таблице 6.

Из данных представленных в таблице 6 следует, что плотность компактных заготовок алюминидов:  $Ni_3Al$  -  $7,85 \text{ г/см}^3$ , что является близким показателем к теоретической плотности испытанных образцов. Близость значений реальной плотности компактных заготовок к теоретической, свидетельствует об отсутствии внутренней пористости.

Таблица 6 – Результаты измерения плотности компактных заготовок на основе  $Ni_3Al$

Образец	Значение плотности, $\text{г/см}^3$			
	Измерение 1	Измерение 2	Измерение 3	Среднее значение плотности
$Ni_3Al-Cr$	7,82	7,85	7,88	7,85

*Определение предела прочности*

Испытания на растяжение с целью определения предела прочности высокотемпературных алюминидов никеля проводились на универсальной испытательной машине модели 300 DX серии SATC (компания Instron, США) оснащенной отдельными камерами. Методика испытаний регламентируется согласно международному стандарту ISO 6892-2.

Испытания образцов алюминидов никеля проводились при комнатной температуре нагреве до  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$  для  $Ni_3Al-Cr$ . Результаты испытаний на растяжения представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Результаты испытаний образцов алюминидов на предел прочности

Образец	Температура, $^\circ\text{C}$	$\sigma_B$ , МПа
$Ni_3Al-Cr$	$20 \text{ }^\circ\text{C}$	750
	$1200 \text{ }^\circ\text{C}$	153

На основании результатов испытаний компактных заготовок высокотемпературных алюминидов полученных методом механохимического синтеза с дальнейшим горячим изостатическим прессованием и анализа их

эксплуатационных характеристик, разработаны технические условия ТУ 1479-608-56897835-2014 «Алюминиды высокотемпературные системы Ni<sub>3</sub>Al-Cr».

**В главе 8 диссертации** показана разработка инновационных технологий изготовления базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ 23 и бесшовного лейнера методом металлургии гранул из титанового сплав ВТ 6 для перспективных изделий ракетно-космической техники нового поколения с повышенными тактико-техническими характеристиками.

Применяемые в настоящее время в конструкциях серийных разгонных блоков топливные баки представляют собой емкости из сплава АМг6 с размещенным внутри эластичным вытеснительным устройством (ЭВУ). Несмотря на положительные результаты эксплуатации разгонных блоков с алюминиевыми топливными баками, достаточно остро стоит вопрос о дальнейшем совершенствовании их конструкции в целях снижения массовых характеристик, повышения рабочего давления и надежности топливной системы и всего изделия в целом.

При изготовлении таких баков традиционными методами неизбежно возникают следующие проблемы:

1. Отсутствие в отрасли технологии изготовления полусфер из тонколистового высокопрочного титанового сплава типа ВТ23.
2. Высокая трудоемкость изготовления центрального шпангоута сложной геометрической формы (цилиндрического элемента бака) механической обработкой из кольцевой поковки сплава ВТ23.
3. Невозможность получения высокой чистоты внутренней поверхности корпуса бака после сварки. Неровности поверхности не допустимы, т.к. могут привести к повреждениям эластичного вытеснительного устройства (ЭВУ).

Наиболее успешно проблема изготовления топливных баков может быть решена методами гранульной металлургии с использованием горячего изостатического прессования (ГИП).

Работы по получению тонкостенного топливного бака из высокопрочного титанового сплава ВТ23, изготавливаемого методом гранульной металлургии, с толщиной стенки ~ 2 мм. проведены впервые.

Капсула для изготовления бесшовного топливного бака представляет собой сложную конструкцию из концентрических оболочек со строго нормируемым зазором между ними.

В конструкторской документации для компенсации повышенной высотной усадки по сравнению с диаметральной усадкой обечаек в процессе ГИП увеличена высота обечаек, а также удвоено количество засыпных горловин для обеспечения более равномерного и производительного заполнения капсулы гранулами. Каждая оболочка состоит из двух полусфер и

цилиндрической вставки. Кроме этого изделие содержит три вставки-штуцера. Столь сложная конструкция вызвала необходимость разбиения ее на отдельные сегменты-детали, их изготовление, в т.ч. с использованием специальной технологической оснастки и последующее соединение изготовленных сегментов-деталей методом сварки. Каждый сегмент изделия является крупногабаритной тонкостенной оболочкой, которую сложно установить на станке, обеспечив заданное биение детали. Кроме того, тонкостенная оболочка способна упруго деформироваться на значительную величину под воздействием режущего инструмента. В этих условиях сложно обеспечить точность геометрии и размеров деталей, а также их воспроизводимость.

Поэтому разработана специальная технологическая оснастка для внешней и внутренней мультиплоскостной фиксации элементов оболочек, изготовлены все детали оснастки и проведена их сборка. Оснастка представляет собой набор различной конструкции стержней, шпилек, втулок с внутренней резьбой, колец и бинарных пластин, позволяющих точно и надежно зафиксировать элемент оболочки по внешней и внутренней поверхностям в нескольких плоскостях, перпендикулярных оси заготовки. С помощью данной технологической оснастки и изготовлены элементы капсулы и сварен опытный образец (рисунок 22).



Рисунок 22 – Капсула для бесшовного тонкостенного топливного бака

Для получения тонкостенного топливного бака из высокопрочного титанового сплава VT23 разработана оснастка для засыпки, дегазации и герметизации капсулы с гранулами.

Точность геометрических размеров бака (особенно - толщина стенки бака) определяется степенью равномерности плотности засыпки гранул. Для обеспечения равноплотной засыпки гранул заполнение капсулы проводят на вибростоле со строго нормируемыми частотой и амплитудой колебаний.

Процесс заполнения капсулы гранулами, равномерную плотность засыпки гранул по объему капсулы проведен качественно, что позволило избежать образования арок и несплошностей в процессе заполнения капсулы, что обеспечивает высокую точность геометрических размеров готового

изделия. После процессов засыпки, заварки и герметизации капсулы топливного бака с гранулами из титанового сплава ВТ23 проверяли на герметичность методом полного ее погружения в горячую воду (~96 °С) – метод аквариума. Если после 25-ти минут пребывания в горячей воде на поверхности капсулы не начинается образование газовых пузырьков (определяется визуально невооруженным глазом), то капсула считается герметичной. Процесс проверки капсул подтвердил их герметичность.

#### *Отработка режимов ГИП тонкостенных топливных баков*

Капсула тонкостенного топливного бака с гранулами из титанового сплава ВТ23 поступила на участок газостатирования и была помещена в корзину с помощью специальных приспособлений, обеспечивающих ее твердую фиксацию. Сложность процесса ГИП заключалась в том, что было неизвестно (так как работы проводятся впервые) влияние давления на формообразование данного тонкостенного изделия. Процесс ГИП проводился по стандартному режиму для титанового сплава ВТ23: давление – 156 МПа, температура – 865°С. Горячее изостатическое прессование прошло успешно. Компактная заготовка топливного бака представлена на рисунке 23. Как видно из рисунка форма заготовки соответствует заданным параметрам и показала хорошую засыпку (отсутствуют утяжины, провалы и т.д.).



Рисунок 23 – Компактная заготовка бесшовного тонкостенного топливного бака

#### *Изготовление бесшовного топливного бака и его испытание*

Полученная компактная заготовка бесшовного тонкостенного топливного бака была подвергнута процессу стравливания капсульной оснастки. Заготовку в капсуле погружали в ванну с азотной и соляной кислотами, проводили нагрев химических реактивов до температуры  $60 \pm 10^\circ\text{C}$  и выдерживали в них до полного растворения стальной оболочки.

Изготовленный методом металлургии гранул тонкостенный бесшовный топливный бак из титанового сплава ВТ23 ( рисунки 24, 25) имеет следующие технологические показатели: *вес бака без окончательной механической*

*обработки – 9,56кг; объем бака – 63,5 л; габаритные размеры – диаметр ~ 502 мм, высота ~ 700 мм, толщина стенки 1,5-2,5 мм.*



Рисунок 24 – Компактная заготовка бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава VT23



Рисунок 25 – Вид биметаллического переходника

Проведены испытания тонкостенного бесшовного топливного бака из титанового сплава VT23 на герметичность.

Заготовка бесшовного топливного бака является сложным изделием как в конструкторском, так и в техническом плане, что вызывает сложности в проведении испытаний. Поэтому максимально важно точно определить его геометрические размеры, что позволило провести испытания на имеющемся оборудовании и внести коррективы при второй итерации изготовления подобных баков. Для этого разработана специальная методика «Бесконтактное измерение габаритных размеров твёрдых тел вращения» применительно к топливным бакам. Метод замера основан на измерении габаритов

сфотографированного объекта в картинной плоскости бесконтактным способом в программе Autocad-2004 - 2008. Осевая линия тела вращения должна принадлежать картинной плоскости фотографируемого объекта. Метод позволяет с высокой точностью провести измерения изделий сложной формы. Перед испытаниями также измерены толщины стенок бака методом координатной сетки в продольном и поперечном направлениях. Толщина стенок варьируется от 0,58 мм до 2,76 мм. Также было обнаружено местное утонение до 0,3 мм на площади 30x40 мм, расположенное между 9 и 10 меридианом в районе сварного шва капсулы цилиндрической вставки. Это связано с тем, что после вальцовки и сварки капсульной вставки возникли напряжения, которые привели к поводам. Для предотвращения подобных ситуаций в дальнейшем предложено, в том числе и для изделий второй итерации, проводить отжиг для снятия напряжений.

Разброс толщин на первом тонкостенном бесшовном топливном баке использован для определения минимальной толщины стенки, обеспечивающей герметичность.

Испытание на герметичность было проведено методом «щупа». Проверка герметичности методом «щупа» проводилась с помощью вакуумной присоски диаметром 120 мм масс-спектрометрическим течеискателем MS-40 10% ГВС (гелиево-воздушная смесь) с чувствительностью  $1 \times 10^{-4}$  л.мкм.рт.ст/с. Была обнаружена течь в месте утонения на наружной поверхности бака, после герметизации этого места и повторной проверки течи обнаружено не было. Таким образом, минимальная толщина, обеспечивающая герметичность и необходимую расчетную прочность составляет 0,6 мм.

Испытания на герметичность показали, что способ изготовления бесшовного бака методом металлургии гранул с толщиной стенки 0,6 мм обеспечивает необходимую герметичность.

На основании проделанной работы разработан комплект документов на технологический процесс изготовления базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ23 № 932-0102-13ТП-2009. Данный технологический процесс определяет технологию производства базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ23 с использованием метода горячего изостатического прессования для получения компактных тонкостенных заготовок.

Впервые в отечественной и мировой практике показана принципиальная возможность изготовления бесшовных топливных баков (полное отсутствие каких-либо сварных швов) методом металлургии гранул взамен существующей технологии, включающей поэлементное изготовление с последующей их сваркой. Разработанный базовый технологический процесс на изготовление

бесшовных топливных баков рекомендован для внедрения в опытно-промышленное производство на базе ОАО «Композит» с последующей корректировкой, учитывающей требования КД к данному типу изделий.

Данный способ получения тонкостенных изделий не ограничивается только топливными баками и рассматривается как перспективный для изготовления тонкостенных титановых лейнеров и баллонов высокого давления. Подтверждением этого является оценка свойств при одноосном и двуосном напряженных состояниях титанового гранулируемого сплава ВТ23, которая показала, что материал способен оставаться в упругой области до величин деформаций 0,7-0,8 %, что необходимо для использования в качестве тонкостенной металлической оболочки (лейнера). При этом необходимо учесть, что толщина стенки не должна быть меньше 0,6 мм. Это позволит обеспечить требуемую герметичность.

## **8.2 Разработка инновационной технологии изготовления бесшовного лейнера методом металлургии гранул из титанового сплав ВТ 6**

Создание композитных баллонов давления для использования в изделиях РКТ является одной из актуальных проблем отрасли. Использование высокопрочных композитов в силовых оболочках баллонов позволяет снизить массу не менее, чем в 1,5 раза по сравнению с лучшими металлическими аналогами. Основной проблемой в этом случае является стабильное обеспечение герметичности и требуемой газонепроницаемости при длительном хранении газа (10-15 лет). Применение металлических лейнеров позволяет решить данную задачу. Однако, известно, что при использовании составных металлических лейнеров необходимо обеспечить прочность и герметичность сварных швов, особенно при циклическом нагружении. Кроме того, важно обеспечить совместную работу лейнера и силовой оболочки. В этом отношении перспективную пару составляют углепластик в силовой оболочке и титан в лейнере. При возможности создания бесшовного титанового лейнера могут быть отработаны новые конструкции баллонов различных типоразмеров, сочетающих исключительную весовую эффективность с гарантированной надежностью хранения различных сжатых газов (в том числе гелия) на длительные сроки.

Гранульная металлургия обладает двумя важными преимуществами: экономической целесообразностью производства малотоннажной продукции небольшими сериями и возможностью производства не полуфабрикатов, а цельного изделия, в данном случае тонкостенного титанового лейнера, обеспечив отсутствие сварных швов.

*Разработка технологической схемы изготовления капсул для тонкостенных элементов лейнера, обеспечивающих заданную точность*

Капсульная оснастка для изготовления тонкостенного титанового лейнера представляет собой две концентрические тонкостенные оболочки (внутреннюю и внешнюю), установленные друг относительно друга с технологическим зазором 1,5 мм, создающим рабочий объем капсулы. Этот объем заполняется титановыми гранулами, полученными методом центробежного распыления слитков-электродов, и после их компактирования формирует рабочие поверхности лейнера. Т.е. наружные поверхности внутренних элементов и внутренние поверхности наружных элементов капсульной оснастки являются фоомобразующими для создания соответственно внутренней и наружной поверхностей гранульного лейнера.

Руководствуясь требованиями к точности геометрических размеров всех элементов капсул и чистоте их поверхности, принята следующая технологическая схема изготовления капсул для тонкостенного титанового лейнера (рисунок 26).

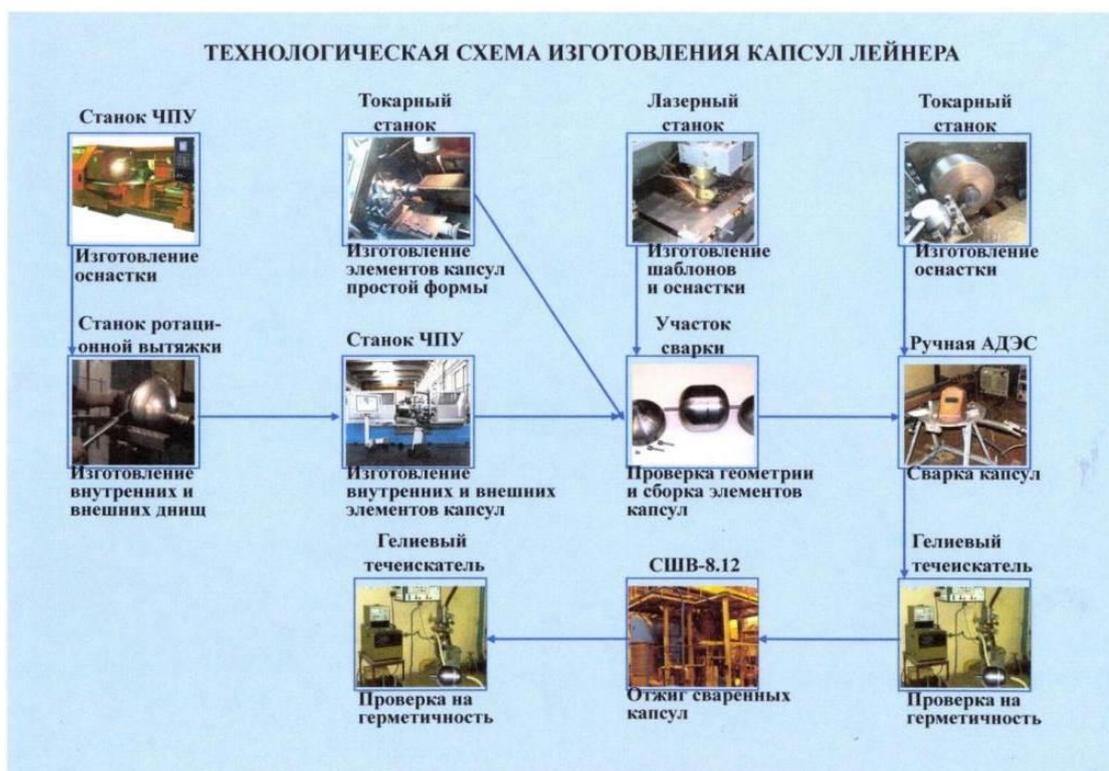


Рисунок 26 – Технологическая схема изготовления капсул лейнера

*Выбор критериев оценки работоспособности гранульного титанового сплава при сложнонапряженном циклическом нагружении*

Металлический лейнер работает в условиях сложнонапряженного состояния, при чем нагрузка подается циклически. Число циклов обычно не менее 20. Для оценки работоспособности гранульного титанового сплава, в выше указанных условиях, применяют нестандартные трубчатые образцы, в которых создается двуосное напряженное состояние комбинацией осевой

сжимающей или растягивающей силы, внутреннего давления и крутящего момента.

Оценивать работоспособность образцов из гранульных титановых сплавов предлагается по параметрам прочности. Титановый сплав, полученный методом металлургии гранул, является изотропным материалом. Для анализа прочности предлагается применять критерии прочности *Треска-Сен-Венана* и *Мизеса-Хубера*.

При экспериментальном исследовании прочностных свойств изотропных материалов одной из главных задач является определение предела прочности  $\sigma_b$ . Этот параметр является предельным для деформируемого твердого тела.

Одной из задач теории пластичности, является определение условий, при выполнении которых в общем случае напряженного состояния в точке деформируемого твердого тела наступает пластическое состояние, а при дальнейшем нагружении – разрушение материала. В теории пластичности это условие называется условием начала пластического деформирования, в механике разрушения – условием разрушения материала, или *критерием разрушения*. Исследования показывают, что для металлов условие Хубера – Мизеса описывает экспериментальные данные лучше, чем условие Треска – Сен – Венана.

Для оценки работоспособности гранульного титанового сплава при сложнонапряженном циклическом нагружении выбран критерий разрушения Хубера – Мизеса, по которому конструкция считается работоспособной, если выполняется условие

$$\frac{|\sigma_{i^*} - \sigma_b|}{\sigma_b} \cdot 100 \leq 10\%, \text{ где } \sigma_b - \text{предел прочности титанового сплава ВТ6.}$$

#### *Изготовление заготовок капсул*

При изготовлении заготовок деталей капсульной оснастки тонкостенного титанового лейнера параболической формы применялся самый оптимальный в этом случае технологический способ – ротационной раскатки (вытяжки). В целях ограничения теплового эффекта, исключения вибраций, возникающих при недостаточной жесткости системы, и для обеспечения размерной точности деталей рекомендуется ротационную вытяжку вести при скоростях 120-130 м/мин.

Важным фактором, влияющим на качество получаемой детали, является величина подачи деформирующего ролика за один оборот детали. Для деталей небольшого диаметра (до 150 мм) обработку рекомендуется производить при

подачах  $S = (0,2-1)$  мм. При ротационной вытяжке деталей среднего (150-500 мм) диаметра рекомендуется пропорционально увеличить подачу до  $S = (1,25-5)$  мм, а для тонкостенных деталей следует принимать меньшие значения подачи. При ротационной вытяжке деталей с повышенными точностными характеристиками оптимальную подачу в указанных диапазонах устанавливают экспериментально.

Число проходов зависит от толщины стенки заготовки, профиля и длины детали, а также свойств обрабатываемого материала. В процессе ротационной вытяжки происходит упрочнение металла и снижаются его пластические свойства, а степень упрочнения зависит от способности его к упрочнению, степени деформации и условий деформирования. Величину суммарной деформации назначают на 10-20% ниже предельно допустимой степени деформации для данного материала.

Исходя из вышесказанного, изготовление заготовок днища внутреннего (под элемент капсулы внутренний) и днища внешнего (под элемент капсулы внешний) проводилось по специальной программе для исполнительного механизма станка ротационной вытяжки Leifeld-SC-307. Для обеспечения заданного качества поверхности необходимо проводить раскатку с ходом выталкивателя 160 мм и углом раскатки не более  $0,5 \pm 0,1$  мм. Число оборотов при плавном регулировании от 500 до 3200 об/мин. При этом программа раскатки пишется с учетом возможности выше указанного станка. По разработанным режимам проведены опытные режимы раскатки, по которым изготовлены 10 заготовок днищ внутренних и 10 заготовок днищ внешних с толщиной стенки 6 мм (рисунок 26).



Рисунок 26 – Заготовки под внутренний и внешний элементы капсул

Проведенный на бесконтактной оптической измерительной машине LaserJet контроль геометрии заготовок днища внутреннего (под элемент капсулы внутренний) и днища внешнего (под элемент капсулы внешний) показал полное соответствие требованиям разработанной КД и высокую точность их изготовления ( $\pm 0,6$  мм).

## Изготовление опытной партии гранул титанового сплава

Для проведения работ по получению тонкостенных лейнеров изготовлена опытная партия из титанового сплава ВТ6 в количестве 36,4 кг фракцией (+40-100) мкм. Химический состав гранул представлен в таблице 8.

Таблица 8 – Химический состав гранул титанового сплава ВТ6

Ti	Al	V	C	Fe	Si	O <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	Сумма прочих примесей
			не более						
Основа	5,5-7,0	4,2-6,0	0,10	0,30	0,15	0,20	0,05	0,02	0,30

При засыпке гранулами объема капсулы без виброуплотнения в свободном потоке плотность засыпки не превышает 52 % по причине не заполненных пространств в верхних углах капсулы. При этом режиме засыпки с виброуплотнением (37 Гц) достигается максимальная плотность гранул ( $63 \pm 2$ ) % при равномерном распределении гранул внутри объема капсулы.

*Отработка режимов ГИП. Проведение режимов термообработки компактных заготовок тонкостенных элементов лейнера, оценка структуры и механических свойств*

Процесс горячего изостатического прессования обеспечивает не только диффузионное сращивание гранул, но и формирует структуру компактной заготовки за счет деформационного воздействия.

Для титановых сплавов при выборе температуры ГИП необходимо учитывать несколько факторов:

- температуру взаимодействия титана с материалом капсулы (железо);
- температуру полиморфного превращения;
- температуру при которой сплав находится в состоянии сверхпластичности.

Температура ГИП не должна превышать 1050 °С, что позволит избежать легкоплавкой эвтектики.

Для титановых сплавов важно учитывать к какому типу они относятся. В нашей работе ВТ6 – это ( $\alpha + \beta$ ) – сплав.

Для сплава ВТ6 фазовое превращение ( $\alpha + \beta$ )  $\rightarrow$   $\beta$  происходит в интервале от 980 °С до 1010 °С. Температура, при которой сплав ВТ6 находится в состоянии сверхпластичности, составляет (840-850) °С. Таким образом, диапазон температуры ГИП находится в пределах от 840 °С до 980 °С. Для того чтобы снизить время выдержки, процесс ГИП должен проходить при давлении не ниже 160 МПа. Таким образом, для сплава ВТ6 выбран и отработан следующий режим ГИП: температура ( $920 \pm 10$ ) °С, давление ( $160 \pm 5$ ) МПа.

Проведен режим термообработки: закалка 850 °С, выдержка 1 ч, затем старение 500 °С, выдержка 2 ч, охлаждение с печью

#### *Оценка структуры*

Микроструктурный анализ проводился при увеличении 100 крат на микроскопе «Райхерт» с цифровой камерой – окуляром ScoreM 500 для фотографирования микроструктуры. Состав раствора для травления: 15 % раствор плавиковой кислоты в воде.

Микроструктура титанового сплава ВТ6 представлена на рисунке 27.



Рисунок 27 – Микроструктура титанового сплава ВТ6, увеличение x100

В микроструктуре отчётливо просматриваются пластинчатые колонии  $\alpha+\beta$  - фаз. В пространстве между колониями наблюдаются участки с глобулярной структурой  $\alpha$ -фазы. Наличие пор при микроскопическом исследовании не зафиксировано.

#### *Оценка механических свойств*

Проведены испытания плоских образцов из титанового сплава ВТ6 на установке Schenck Тира-Тест 1300 по ГОСТ 1497-84 и определены механические свойства. Результаты испытаний представлены в таблице 8. На рисунке 28 представлены образцы для механических испытаний.



Рисунок 28 – Образец для механических испытаний до и после испытаний

Таблица 8 – Результаты механических испытаний заготовок элементов лейнера из сплава ВТ6

Номер образца	Температура испытаний, °С	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа
1	20	953	925
2	20	994	966
3	20	1029	991
Среднее значение	20	992	961
Значение по ОСТ 92-9465-90	20	900-1100	900-1050

Таким образом, прочностные характеристики элементов лейнера ( $\sigma_B$ ,  $\sigma_{0,2}$ ) соответствуют требованиям ОСТ 92-9465-90 на титановый сплав ВТ6.

*Разработка технологического процесса, изготовление опытного образца бесшовного гранульного лейнера, проведение испытаний*

Разработан технологический процесс № 932.01100.15900 «Технологический процесс изготовления образцов бесшовного гранульного лейнера».

По данному технологическому процессу изготовлены опытные образцы лейнера. Внешний вид образца лейнера представлен на рисунке 29



Рисунок 29 – Образец бесшовного гранульного лейнера

Проведены испытания лейнера на герметичность. Проверка лейнера проводилась методом обдува с помощью вакуумного течеискателя ТИ1-14.

Результаты испытаний на герметичность свидетельствуют о том, что при испытании лейнера с помощью течеискателя натекание гелия не зафиксировано, что говорит о герметичности лейнера.

*Определение эксплуатационных характеристик, в том числе газопроницаемости, при длительном нагружении*

Определение газопроницаемости при длительном нагружении контролировали пневмогидравлическим аквариумным способом.

Контроль осуществляется в следующей последовательности:

- контролируемое изделие помещается в емкость;
- в изделии создается испытательное давление пробного газа;
- в емкость заливается жидкость до уровня не менее 100÷150 мм над контролируемой поверхностью изделия.

Признаком течи в изделии является образование всплывающих к поверхности жидкости пузырьков воздуха, периодически образующихся на определенном участке поверхности изделия, или строчки пузырьков.

Испытаниям газопроницаемость подвергались лейнеры №№ 1 и 2. Испытываемые лейнеры заполнялись гелием при давлении 1,0 МПа.

В обоих случаях утечек газов *не зафиксировано*, что говорит о том, что образцы бесшовных титановых гранульных лейнеров испытания по определению эксплуатационных характеристик прошли успешно.

Помимо газопроницаемости работоспособность лейнера характеризуют ряд других не менее важных эксплуатационных характеристик, таких как внутренний объем, масса, толщина стенок и рабочее давление. Поэтому для комплексной характеристики образцов бесшовного гранульного лейнера произведена оценка следующих параметров:

- внутренний объем лейнера составил 36,425 литров;
- масса образцов лейнера №№ 1 и 2 составила 4,274 и 4,175 кг;
- толщина стенок образцов бесшовного гранульного лейнера 1,2 мм.

Одной из важнейших эксплуатационных характеристик бесшовных образцов лейнеров является рабочее давление, при котором его будут эксплуатировать. Испытания на внутренне давление с замером деформаций позволили установить способность лейнера выдерживать давление до 36 МПа, что удовлетворяет требованиям ТЗ (рабочее давление не менее 33 МПа).

Технология получения бесшовных титановых лейнеров посредством гранульной металлургии позволяет производить топливные баки и блоки хранения газа практически любых объемов от 0,5 л. Предлагается создание топливных баков для перспективных микроспутников типа «Чибиc-М» производства ИКИ РАН объемом до 2 л. Так же возможна замена баллонов высокого давления в блоках хранения ксенона, изготовленных по традиционной технологии с использованием сварного лейнера, на баллоны полученные методами металлургии гранул на спутниковых платформах типа «Экспресс» и «Ямал» объемом 38 л производство которых находится в ОАО «ИСС» и РКК «Энергия». Потребителями данного вида продукции могут стать

такие предприятия как «ФГУП НПО им. С. А. Лавочкина», «ГКНПЦ им. М. В. Хруничева», «ЦСКБ-Прогресс», которые будут использовать баллоны объемом 36, 38, 44, 50 л в разгонном блоке «Фрегат», а так же таких ракетах-носителях как «Рокот», «Ангара», «Протон», «Русь-М», «Союз».

## **Выводы**

1. Разработана концепция нового подхода к изготовлению тонкостенных элементов методом порошковой металлургии для производства деталей из конструкционных и функциональных сплавов на основе титана и никеля с изотропными химическими и механическими свойствами на основе теории оболочек.
2. Разработаны научные основы модернизации жаропрочных сплавов на основе никеля, титана, никелидов титана со свойствами, отвечающими требованиям РКТ нового поколения и комплексной технологии их получения методами порошковой металлургии; каждый из предложенных методов выполняет свою функциональную нагрузку и в комплексе они обеспечивают требуемое качество металлических порошков и изделий из них.
3. Разработана и изготовлена установка нового поколения «УЦРТ- 9», позволяющая получать мелкие гранулы менее 100 мкм (75% выход годного от исходного электрода для никелевых сплавов и 65% - для титановых и интерметаллидных сплавов) за счет введения механизма управляемого охлаждения гранул в полете; увеличения диаметра камеры распыления; повышения мощности плазматрона; увеличения диапазона скорости перемещения электрода; оснащения установки современной компьютерной системой для автоматизации процесса распыления.
4. Оптимизированы режимы всего технологического цикла от получения гранул жаропрочных никелевых и титановых сплавов центробежным распылением до последующей их магнитной и электрической сепарации, изготовления герметизированных капсул с порошком для получения деталей и консолидации порошков газостатическим прессованием. Разработанный технологический цикл освоен в промышленном масштабе и обеспечивает продукцией потребности производства РКТ.
5. Развита концепция универсального легирования мелкозернистых порошковых ЖС элементами, которые одновременно повышают энергию когезии матрицы и когезивную прочность границ. Влияние легирующих элементов на энергию когезии матрицы сплава предлагается оценивать по значению парциальной молярной энергии когезии матрицы – твердого раствора легирующих элементов в основном компоненте сплава. Для характеристики когезивной прочности ГЗ в сплавах используется величина работы расщепления границы, которая рассчитывается с помощью теории

- функционала электронной плотности. По результатам расчета установлены системы легирования нового поколения ЖС на основе титана и никеля.
6. Предложен химический состав и разработана технология производства нового жаропрочного сплава на основе титана (СТ6У) методом порошковой металлургии. Разработана технология получения отливок сплава для распыления и определены технологические режимы производства порошков нового сплава на установке «УЦРТ- 9», а так же параметры компактирования полученных порошков методом горячего изостатического прессования.
  7. Методом компьютерного конструирования и концепции универсального легирования оптимизирован химический состав порошкового жаропрочного никелевого сплава НГК-6, в мелкозернистой структуре которого границы зерен упрочнены пакетом поверхностно-активных переходных металлов (Zr, Nb, Hf, Ta) и бором. Разработана технология производства сплава НГК-6 методом порошковой металлургии, включая получение отливок для последующего распыления, режимы атомизации и технологическую цепочку обработки полученных порошков, режимы консолидации порошков методом горячего изостатического прессования.
  8. Разработаны технологические процессы изготовления тонкостенных герметичных трубчатых элементов 3Д конфигурации сложной формы из гранул титановых сплавов для систем разгонных блоков, проведены испытания на несущую нагрузку. Установлено, что при достижении сжимающего усилия 30000 кг (норматив 20000 кг) на образцах при внешнем осмотре нарушений целостности материала и потери формы не обнаружено. Разработаны и выпущены технологический процесс изготовления трубных элементов №932.0102.068.00-2012 и технологические условия ТУ 1791-539-56897835 «Трубные элементы из титановых сплавов BT14 и BT23, изготовленные методом металлургии гранул».
  9. Разработана новая комплексная технология производства функционального сплава с эффектом памяти формы системы Ti-Ni, которая сочетает технологическую схему гранульной металлургии (изготовление слитков-электродов, производство и обработка гранул, компактирование гранул методом горячего изостатического прессования) и винтовую прокатку. Изготовленные таким образом втулки замкового соединения характеризуются высокими показателями функциональных свойств.
  10. Разработаны технологические процессы изготовления сплава на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al (ИНГК-5), работоспособного при температуре 1250<sup>0</sup>С, для камер сгорания жидкостных ракетных двигателей. Проведены исследования микроструктуры и испытания механических и эксплуатационных свойств порошковых интерметаллидных сплавов. Результаты огневых испытаний интерметаллидного сплава ИНГК5

показали, что унос интерметаллида  $Ni_3Al$  отсутствует до температуры  $1580^{\circ}C$ , что свидетельствует о перспективности сплава ИНГК5, как материала работоспособного при температурах свыше  $1250^{\circ}C$ . По результатам работы выпущено ТУ «Заготовки опытных деталей из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$ » № ТУ 1798 - 438 - 56897835 – 2008.

- 11 Разработана комплексная технология ПМ, сочетающая механодиспергирование и механосинтез интерметаллидных сплавов на основе соединения  $Ni_3Al$ , для получения порошков с нанокристаллическими элементами субструктуры, проведены исследования микроструктуры и испытания механических и эксплуатационных свойств, разработаны технические условия ТУ 1479-608-56897835-2014 «Алюминиды высокотемпературные системы  $Ni_3Al-Cr$ ».
- 12 Разработаны инновационные технологии изготовления базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ 23 и бесшовного лайнера методом металлургии гранул из титанового сплав ВТ 6 для перспективных изделий ракетно-космической техники нового поколения с повышенными тактико-техническими характеристиками, выпущены технологические процессы: № 932-0102-13ТП-2009 «Технологический процесс изготовления базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ23» и № 932.01100.15900 «Технологический процесс изготовления образцов бесшовного гранульного лайнера».
- 13 Впервые в отечественной и мировой практике показана принципиальная возможность изготовления бесшовных топливных баков (полное отсутствие каких-либо сварных швов) методом металлургии гранул взамен существующей технологии, включающей поэлементное изготовление с последующей их сваркой. Изготовленный методом металлургии гранул тонкостенный бесшовный топливный бак из титанового сплава ВТ23 имеет следующие технологические показатели: *вес бака без окончательной механической обработки – 9,56кг; объем бака – 63,5 л; габаритные размеры – диаметр ~ 502 мм , высота ~ 700 мм, толщина стенки 1,5-2,5 мм.* Испытания на герметичность показали, что способ изготовления бесшовного бака методом металлургии гранул с толщиной стенки 0,6 мм обеспечивает необходимую герметичность. Данный способ получения тонкостенных изделий не ограничивается только топливными баками и рассматривается как перспективный для изготовления тонкостенных титановых лайнеров и баллонов высокого давления.
- 14 Разработана технологическая схема изготовления капсул для тонкостенного титанового лайнера, обеспечивающая заданную точность, которая определена в конструкторской документации ( $\pm 0,6$  мм). Для оценки работоспособности гранульного титанового сплава при

сложнонапряженном циклическом нагружении выбран критерий разрушения Хубера-Мизеса. В микроструктуре сплава ВТ6 просматриваются пластинчатые колонии ( $\alpha+\beta$ ) фаз, в пространстве между колониями наблюдаются участки с глобулярной структурой  $\alpha$ -фазы. Наличие пор не зафиксировано. Механические свойства заготовок элементов лайнера ( $\sigma_B, \sigma_{0,2}$ ) из титанового сплава ВТ6 соответствуют требованиям ОСТ 92-9465-90 на титановый сплав ВТ6.

### Список работ, опубликованных по теме диссертации

1. *Логачева А.И.* Технологии порошковой металлургии для производства изделий из конструкционных и функциональных сплавов для авиакосмической техники формы // Конструкции из композиционных материалов. 2015, №4, с. 15-25
2. *Логачева А.И.* Гранулированный сплав с эффектом памяти формы на основе никелида титана для изделий космической техники // Металлы. 2014, №6, с.89-94
3. *Логачева А.И., Логачев А.В., Кобелева В.Г., Синельников С. И., Разумовский И. М., Александров Н.Г., Оленин И. Г.* Применение порошковой (гранульной) металлургии для изготовления втулок замковых соединений из сплава на основе никелида титана с эффектом памяти формы // Конструкции из композиционных материалов. 2015, №1, с. 9-14
4. Устройство для получения титановых гранул: пат. 2574906 Рос. Федерация: МПК В22F9/10 *А.И. Логачёва, А.Г. Береснев, И.А. Логачев, Е.П. Степкин, В.В. Дьяков, В.В. Константинов, С.Ю. Кузнецов*, заявитель и патентообладатель ОАО «Композит». – №2014136160/02; заявл. 05.09.2014; опубл. 10.02.2016, Бюл. № 4.
5. *Логачева А.И., Логачев И.А., Косырев К.Л.* Способ размола и усреднения лигатуры для выплавки титанового сплава // Изобретательство. 2014, т. 24, № 10, с. 49-52
6. *Логачева А.И.* Аддитивные технологии для изделий ракетно-космической техники: перспективы и проблемы применения// Технология легких сплавов. 2015. № 3, с. 39-45
7. Исполнительный элемент замкового устройства и способ его изготовления из сплава с эффектом памяти формы: пат. 2555890 Рос. Федерация: МПК F42B 15/36 *А.И. Логачёва, С.И. Синельников, А.В. Логачев, И.Г. Оленин, В.Г. Кобелева, Н.Г. Александров*, – №2014107043/11; заявл. 25.02.2014; опубл. 10.07.2015; Бюл. № 31.
8. Лигатура для выплавки жаропрочного титанового сплава и способ ее изготовления: пат. 2470084 Рос. Федерация: МПК С22С 35/00С22С 27/04 *А.И. Логачева, С.Б. Вилкин, С.Г. Кравцов, С.В. Гаранин, А.П. Паршин, С.А. Мельников, А.Г. Береснев*, заявитель и патентообладатель ООО «Комметпром». – № 2011150859/02; заявл. 14.12.2011; опубл. 20.12.2012, Бюл. № 35.
9. Лигатура для выплавки слитка жаропрочного сплава на основе титана: пат. 2557203 Рос. Федерация: МПК С22С 14/00 *А.И. Логачёва, И.А. Логачев, С.А. Мельников, А.Г. Береснев*, заявитель и патентообладатель ОАО «Композит». – № 2014113633/02; заявл. 08.04.2014; опубл. 20.07.2015, Бюл. № 20.

10. Силовой элемент ферменной конструкции, изготовленный методом металлургии гранул и капсула для его изготовления: пат. 154347 Рос. Федерация: МПК В64G1/22 *А.И. Логачёва*, Н.Г. Александров, А.В. Логачев, Е.П. Степкин, И.Г. Оленин, О.В. Коцюбинская, А.Н. Тимофеев, заявитель и патентообладатель ОАО «Композит». – № 2014119958/11; заявл. 19.05.2014; опубл. 20.08.2015, Бюл. № 23.
11. Силовой элемент ферменной конструкции, изготовленный методом металлургии гранул и капсула для его изготовления: пат. 2557091 Рос. Федерация: МПК В64G1/22 *А.И. Логачёва*, Н.Г. Александров, А.В. Логачев, Е.П. Степкин, И.Г. Оленин, О.В. Коцюбинская, А.Н. Тимофеев, заявитель и патентообладатель ОАО «Композит». – № 2014119758/11; заявл. 16.05.2014; опубл. 20.07.2015, Бюл. № 20.
12. Способ обработки заготовок деталей, выполненных из жаропрочных никелевых сплавов, перед их соединением в паяно-сварную конструкцию: пат. 2464142 Рос. Федерация: МПК В23К 31/02 В23К 1/00 *А.И. Логачёва*, С.И. Синельников, А.Н. Тимофеев, С.Б. Вилкин, С.Г. Кравцов, Д.В. Лобанов, Б.А. Козыков, К.И. Недашковский, М.М. Трофимов, Н.А. Ильичёва, заявитель и патентообладатель ОАО «Композит». – № 2011111305/02; заявл. 25.03.2011; опубл. 20.10.2012, Бюл. № 29.
13. Способ получения титановой дроби и устройство для его осуществления: пат. 2564768 Рос. Федерация: МПК В22F9/10 *А.И. Логачёва*, А.Г. Береснев, И.А. Логачев, Е.П. Степкин, заявитель и патентообладатель ОАО «Композит». – № 2014113632/02; заявл. 08.04.2014; опубл. 10.10.2015, Бюл. № 28.
14. Способ получения титановых гранул: Рос. Федерация: МПК В22F9/14 *А.И. Логачёва*, А.Г. Береснев, И.А. Логачев, Е.П. Степкин, заявитель и патентообладатель ОАО «Композит». – № 2014136159; заявл. 05.09.2014; заявка опубл. 27.03.2016, Бюл. № 09.
15. *Логачева А.И.*, Портной В.К., Леонов А.В., Богданов В.И., Попов В.А., Стрелецкий А.Н.. Механическое легирование Ni3Al молибденом и его размещение по подрешеткам интерметаллида // Физика металлов и металловедение. 2014, т. 115, № 1, с. 295-304
16. *Логачева А.И.*, Портной В.К., Леонов А.В., Стрелецкий А.Н. Влияние углерода на формирование смешанных твердых растворов при механохимическом синтезе смесей Ni–Al–Mo–C // Физика металлов и металловедение. 2014, т. 115, № 3, с. 295-304
17. *Логачева А.И.*, Константинов В.В., Кульнев А.В., Логачев А.В., Соколов Ю.А. Специализированная технологическая установка нового поколения // Электромеханик. 2014, №3, с. 15-19
18. *Логачева А.И.*, Константинов В.В., Копаев В.Н., Логачев А.В., Соколов Ю.А. Особенности охлаждения частиц в процессе получения гранул методом PREP // Электромеханик. 2014, № 3, с.11-14
19. *Логачева А.И.*, Касьянова Д.А., Логачев И.А., Сульман Э.М., Матвеева В.Г. Модификация поверхности гранул титановых сплавов под воздействием ультразвука // Титан. 2013г., № 3, с. 45-48
20. *Логачева А.И.*, Береснев А.Г., Разумовский В.И., Лозовой А.Ю., Разумовский И.М. Развитие теории легирования для создания нового поколения жаропрочных

- никелевых сплавов, получаемых методами порошковой металлургии // Технология легких сплавов. 2012, №2, с. 52-61
- 21 *Логачева А.И.*, Логачев И.А., Разумовский В.И., Разумовский И.М., Косырев К.Л. Разработка теоретической процедуры оценки сбалансированности химического состав жаропрочного титанового сплава нового поколения и создание на этой основе методики оптимизации составов титановых сплавов // Титан. 2012г., № 4, с. 27-31
- 22 *A. Logacheva*, A. Beresnev, I. Razumovskiy, V. Razumovskiy. Ab initio analysis of alloying system and design of a new generation of P/M superalloys. www.mse-congress.de Topic B: Материалы международной конференции MSE 2012 (Material Science Engineering), Darmstadt, Germany, 25 - 27.09.2012
- 23 Береснев А.Г., Маринин С.Ф., *Логачева А.И.*, Разумовский И.М. Физико-механические принципы горячего изостатического прессования и гранульной металлургии для жаропрочных сплавов авиакосмической техники // Материалы 4 Международной конференции "Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества", 1 - 5 октября 2012 г., Суздаль: www.fnm.imetran.ru
- 24 Портной В. К., *Логачева А.И.*, Леонов А. В., Логачев А. В. Механохимический синтез, компактирование интерметаллических сплавов с нанокристаллическими элементами субструктуры // Известия РАН. Серия физическая. 2012, т. 76, № 1, с. 71-73
- 25 Портной В. К., *Логачева А.И.*, Леонов А. В., Логачев А. В., Тимофеев А.Н. Механохимический синтез как метод для формирования многокомпонентных сплавов с нанокристаллической субструктурой// Перспективные материалы. 2011, № 11, с. 37-44
- 26 *Логачева А.И.*, Логачева Д.А. Исследование зависимости гранулометрического состава от скорости вращения // Вопросы региональной экономики. 2011. №4(09), с. 111-118
- 27 *Логачева А.И.*, Бутрим В.Н., Шайдунов В.С., Чернов В.М., Кобелева В.Г., Логачев А.В, Синельников С.И., Константинов К.М. // Деформация и разрушение материалов. 2011. № 5, с. 16-20
- 28 *Логачева А.И.*, Тимофеев А.Н., Портной В. К., Леонов А. В. // Механохимический синтез и компактирование многокомпонентных сплавов с нанокристаллическими элементами субструктуры // Конструкции из композиционных материалов. 2011, №3, с. 41 – 47
- 29 *Логачева А.И.*, Разумовский В.И., Береснев А.Г., Разумовский И.М., Бутрим В.Н. Исследование влияния химического состава на свойства жаропрочных никелевых сплавов методами электронной теории //Конструкции из композиционных материалов. 2011, №4, с. 71 – 76
- 30 *Логачева А.И.*, Береснев А.Г., Логунов А. В., Синельников С.И., Богданова Т. Г., Ларионов В. Н., Быков Ю. Г. Исследование структуры и механических свойств гранульного жаропрочного никелевого сплава АЖК в конструкции имитатора сварного ротора компрессора высокого давления авиационного газотурбинного двигателя// Тяжелое машиностроение. 2010. № 2, с. 33-35

- 31 *Логачева А.И.*, Береснев А.Г., Логунов А. В., Таран П.В., Логачев А.В., Разумовский И.М. Жаропрочный гранулированный сплав на основе никеля // Бюллетень изобретений. 2010, № 11. Патент РФ № 2386714
- 32 *Логачева А.И.*, Береснев А.Г., Кобелева В.Г., Логунов А. В., Логачев А.В., Разумовский И.М., Соколов В.С. Жаропрочный титановый сплав // Бюллетень изобретений. 2010, № 22. Патент РФ № 2396366.
- 33 *Логачева А. И.*, Береснев А.Г., Бутрим В.Н., Векилов Ю.Х., Разумовский И.М. Новые аспекты легирования гранулированных жаропрочных сплавов // Материалы 9 Международной научно-технической конференции «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка». Беларусь, Минск, 29-30 сентября 2010 г., с. 34-35
- 34 Быков Ю.Г., Хомяков Е.И., Бутрим В.Н., *Логачева А.И.*, Ананьева Л.Р. Опыт изготовления блисковой заготовки первой итерации из гранул сплава ВТ6 // Технология легких сплавов. 2010. № 2, с. 59-66
- 35 *Логачева А.И.* , Бутрим В.Н. Металлургия гранул титановых сплавов в ОАО «КОМПОЗИТ»// Технология легких сплавов. 2010, №1, с. 187-190
- 36 Логачева А.И., Логунов А. В. Свариваемый гранулированный жаропрочный никелевый сплав АЖК // Технология металлов. 2009. № 10, с. 13-18
- 37 *Логачева А.И.*, Береснев А.Г., Разумовский И.М., Логунов А. В. Порошковые и гранульные материалы (обзор) // Технология металлов. 2009, №12, с. 24-37
- 38 *Логачева А.И.*, Логунов А.В., Логачев А.В. Программное обеспечение при анализе и оценке фазового состава, несоответствия параметров кристаллических решеток фаз, а также критических значений электронных вакансий в жаропрочных никелевых сплавах. Труды 3 Международной конференции Металлдеформ-2009 // Самара, 2009, т. 1, с. 100-109
- 39 *Логачева А.И.*, Береснев А.Г., Логунов А. В., Богданова Т. Г., Логачев А. В. Жаропрочные сплавы, получаемые методом металлургии гранул // Авиакосмическая техника и технология. 2008, № 2, с. 35-40
- 40 Логачева А.И., Береснев А.Г., Логунов А. В. Проблемы повышения качества жаропрочных сплавов, получаемых методом металлургии гранул // Вестник МАИ. 2008, т.15, №3, с.83-89
- 41 *Логачева А.И.*, Береснев А.Г., Логунов А. В., Кравцов С.Г. Получение мишеней для высококачественных покрытий из интерметаллидов никеля методом металлургии гранул // Полет. 2008, № 11, с. 49-51
- 42 Береснев А.Г., Логачева А.И., Логунов А. В. Проблемы и перспективы применения металлургии гранул для ракетно-космической техники // Двигатель. 2008, №2 (56), с. 8-10
- 43 *Логачева А.И.*, Береснев А. Г., Логунов А. В., Синельников С. И., Богданова Т. Г. Опыт-экспериментальная технология изготовления ротора ГТД методом гранульной металлургии из разнородных сплавов // Материалы 5-й Международной конференции «Теория и практика технологий производства изделий из композиционных материалов и новых металлических сплавов». Москва, изд. Знание, 2008, с. 711 – 715

- 44 Самаров В.Н., *Логачева А.И.*, Быков Ю. Г., Ларионов В. Н., Логунов А. В. Некоторые аспекты технологии изготовления цельносварного ротора КВД// Авиация и космонавтика вчера, сегодня, завтра. 2007, т. 6, с. 49-54
- 45 *Логачева А.И.*, Береснев А. Г., Логунов А. В., Синельников С. И., Богданова Т. Г., Ларионов В. Н., Быков Ю. Г. Исследования структуры и механических свойств гранульного жаропрочного никелевого сплава АЖК в конструкции имитатора сварного ротора компрессора высокого давления авиационного газотурбинного двигателя // Сборник трудов 2-й международной конференции «Деформация разрушения материалов и наноматериалов». 2007, М.: «ИМЕТ», с. 296-298
- 46 *Логачева А.И.*, Тимофеев А.Н., Разумовский И.М., Богданова Т.Г., Логачев А.В., Таран П.В. Сплав на основе интерметаллида  $Ni_3Al$  и изделие, выполненное из него // Патент РФ № 2297467. Оpubл. 20.04.2007. Бюллетень изобретений, № 11
- 47 *Логачева А.И.*, Тимофеев А.Н., Богданова Т.Г., Логачев А.В., Логунов А.В., Таран П.В. Сплав на основе интерметаллида  $NiAl$ // Патент РФ № 2299918. Оpubл. 27.05.2007. Бюллетень изобретений, № 15
- 48 *Логачева А.И.* Разработка технологии гранульной металлургии комбинированных деталей для двигателей ракетно-космической и авиационной техники. // автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук / Московский государственный авиационный институт. Москва, 2008
- 49 *Логачева А.И.* Разработка технологии гранульной металлургии комбинированных деталей для двигателей ракетно-космической и авиационной техники. // диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / Московский государственный авиационный институт. Москва, 2008
- 50 *Логачева А.И.*, Тимофеев А.Н., Логунов А.В., Воробьева С.А., Логачев А.В., Разумовский И.М. Интерметаллидный сплав на основе ниобия // Патент РФ № 2257422. Оpubл. 27.07.2005. Бюллетень изобретений, № 21
- 51 Портной В.К., Третьяков К.В., *Логачева А.И.*, Логунов А.В., Разумовский И.М. Метод механохимического синтеза для создания нанокристаллических Nb-Al сплавов. Физика металлов и металловедение. 2004, в. 97 с. 79-84
- 52 Портной В.К., Третьяков К.В., *Логачева А.И.*, Логунов А.В., Разумовский И.М. Сплавы на основе интерметаллидов ниобия – перспективные жаропрочные материалы. Тезисы док. 26 международной конференции «Композиционные материалы в промышленности», 2-6 июня 2003, г. Ялта, Крым, с. 92-93

### Список литературных источников

- 1 50 лет впереди своего века (1946-1996г.г.) // М.: «Российское космическое агентство» 1998г., 255 с.
- 2 Белов А.Ф. Металлургия гранул – новый путь повышения качества конструкционных материалов // Вестник АН СССР. 1975, №5, с. 74-84.
- 3 Гарибов Г.С. Металлургия гранул в авиадвигателестроении // Технология легких сплавов. 2001, №5-6, с. 138 – 148.

- 4 Фаткуллин О.Х. Современное состояние металловедения быстрозакаленных жаропрочных сплавов // Технология легких сплавов. 2005, № 1 – 4, с. 24 – 31.
- 5 Vampton C., Goodin W., Van Daam T., Creeger G., James S. Net-shape HIP powder metallurgy components for rocket engines // Proc. Intern. Conf. on Hot Isostatic Pressing. Eds. Raison G. et al. Paris, 2005, p. 53-62.
- 6 Падалко А.Г. Практика горячего изостатического прессования неорганических материалов // М., «Академкнига», 2007г., 267 с.
- 7 Береснев А.Г. Влияние горячего изостатического прессования на структуру и свойства литых поликристаллических лопаток газотурбинных двигателей из жаропрочных никелевых сплавов // Металлы. 2012, №3 с. 48-56.
- 8 Каблов Е.Н. Литые лопатки газотурбинных двигателей // М., «МИСИС», 2001г., 632 с.
- 9 Reed R.C. The Superalloys. Fundamentals and Applications // U.K. Cambridge, “University Press”, 2008. – 372 p.
- 10 Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина: научно-технический сборник под ред. Каблова Е.Н. // М., «Наука», 2006г., 272 с.
- 11 Razumovskii I.M., Ruban A.V., Razumovskiy V.I., Logunov A.V., Larionov V.N., Ospennikova O.G., Poklad V.A., Johansson B. New generation of Ni-based superalloys designed on the basis of first-principles calculations // Mater. Sci. Eng. A. 2008, v. 497, p. 18 - 24.
- 12 Киттель Ч. Введение в физику твердого тела // М., «Наука», 1978г. – 792 с.
- 13 Ильин А.А., Колачев Б.А., Польшкин И.С. Титановые сплавы. Справочник // М., «ВИЛС-МАТИ», 2009г. - 520 с.
- 14 Ночовная Н.А., Анташев В.Г., Алексеев Е.Б. Проблемы повышения ресурсных характеристик жаропрочных титановых сплавов // Технология легких сплавов. 2008г., № 3, с. 28-33.
- 15 Бокштейн С.З., Гинзбург С.С., Кишкин С.Т., Разумовский И.М., Строганов Г.Б. Авторадиография поверхностей раздела и структурная стабильность сплавов // М., «Металлургия», 1987г., 272 с.
- 16 А.М. Глезер. Принципы создания многофункциональных конструкционных материалов // Успехи физических наук. 2012, т. 182, № 5, с. 559-566.
- 17 Столяров В.В., Прокофьев Е.А., Прокошкин С.Д., Добаткин С.В., Трубицина И.Б., Хмелевская И.Ю., Пушин В.Г., Валиев Р.З. Структурные особенности, механические свойства и эффект памяти формы в сплавах, полученных равноканальным угловым прессованием // ФММ. 2005, т. 100, № 6, с. 91.