

ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО  
«КОМПОЗИТ»

На правах рукописи

**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»

Диссертация на соискание ученой степени  
доктора технических наук

*Научный консультант:*      *член-корреспондент РАН*  
*Бурханов Геннадий Сергеевич*

г. Королев Московской области

2016

## Содержание

ВВЕДЕНИЕ.....	3
Глава 1. Анализ методов производства порошков многокомпонентных сплавов. Преимущества технологии центробежного плазменного распыления быстровращающегося расходоуемого слитка (метод PREP – гранульная металлургия) для получения деталей ответственного назначения ракетно-космической техники.....	26
Глава 2. Модернизация технологического цикла порошковой (гранульной) металлургии для производства изделий ракетно-космической техники.....	50
Глава 3. Концепция упрочнения границ зерен и разработка нового поколения жаропрочных порошковых сплавов на основе титана и никеля.....	113
Глава 4. Применение порошковой (гранульной) металлургии для изготовления замкового соединения из сплава на основе никелида титана с эффектом памяти формы.....	129
Глава 5. Разработка технологических процессов изготовления тонкостенных трубчатых элементов 3Д конфигурации сложной формы из гранул титановых сплавов.....	164
Глава 6. Разработка технологических процессов изготовления сплава на основе соединения $Ni_3Al$ , работоспособного при температуре $1250^{\circ}C$ , для камер сгорания жидкостных ракетных двигателей.....	240
Глава 7. Комплексная технология механодиспергирования и механосинтеза интерметаллидных сплавов на основе соединения $Ni_3Al$ для получения порошков с нанокристаллическими элементами субструктуры.....	278
Глава 8. 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.....	308
ВЫВОДЫ.....	353
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	357
ПРИЛОЖЕНИЯ.....	375

## **ВВЕДЕНИЕ**

### **Общая характеристика работы**

#### **Актуальность темы**

Первые опыты применения технологии порошковой металлургии (ПМ) 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 соответствии 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  $800^{\circ}C$  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 металлическим конструкционным сплавам 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 лайнера 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. Развитые 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 лайнера методом металлургии гранул из титанового сплава 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 лейнера 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 13 патентах, перечень которых приведен в конце автореферата.

#### **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 F42В 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 состава 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](http://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](http://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., Шайдуров 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. Опытнo-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

# **Глава 1. Анализ методов производства порошков многокомпонентных сплавов. Особенности технологии центробежного плазменного распыления быстровращающегося расходуемого слитка (метод PREP – гранульная металлургия) для получения деталей ответственного назначения ракетно-космической техники**

## **1.1. Классификация порошков по размерам и методам получения**

В порошковой металлургии (ПМ) используются порошки разных форм и размеров [1.1,1.2,1.3]. Например, крупные порошки размером до 850 микрометров долгое время применялись для производства быстрорежущей стали. В настоящее время в большинстве случаев для производства изделий из специальных сплавов используются порошки меньшего размера - 600 и менее микрометров. В традиционном ПМ производстве обычно получают порошки в широком диапазоне размеров, когда только около 10-20 % получаемых порошковых частиц имеют размеры 180 - 250 микрометров. Однако развитие технологий ПМ требует получения мелких (fine) порошков, размеры которых составляют 100 - 20 микрометров. Порошки с размером частиц от 0.1 до 1 микрона называют субмикронными порошками. Если размеры порошковых частиц находятся в интервале до 100 нанометров включительно, то их называют нанопорошками. Классификация порошков по размерам частиц и методам их получения в широком диапазоне размеров приведена на рисунках 1.1 и 1.2.

Опытным путем было установлено, что чаще всего размеры совокупности получившихся частиц распределяются по логарифмическому закону, рисунок 1.3. Это распределение зависит от двух параметров: среднего размера частиц во всем объеме -  $D_{50}$  и стандартного отклонения -  $\sigma$ , которое равно 1.0 в случае частиц одинакового размера и возрастает до значения в 2.3 для порошков, полученных, например, газовым распылением. Значение стандартного отклонения может быть рассчитано как отношение  $D_{84}/D_{50}$  и  $D_{50}/D_{16}$ . В настоящее время разработаны специальные программы для подобного статистического анализа в производстве: такой подход выгоден с экономической точки зрения. На рисунке 1.3 показан график типичного

распределения по размерам суммарного количества порошкового продукта в логарифмических координатах. Средний размер получаемых частиц по массовой медиане ( $D_{50}$ ) в данном случае равен 60 микронам. Массовая медиана дает представление об объеме частиц различных размеров порошка в процентах, распределение размеров частиц которого установлено.

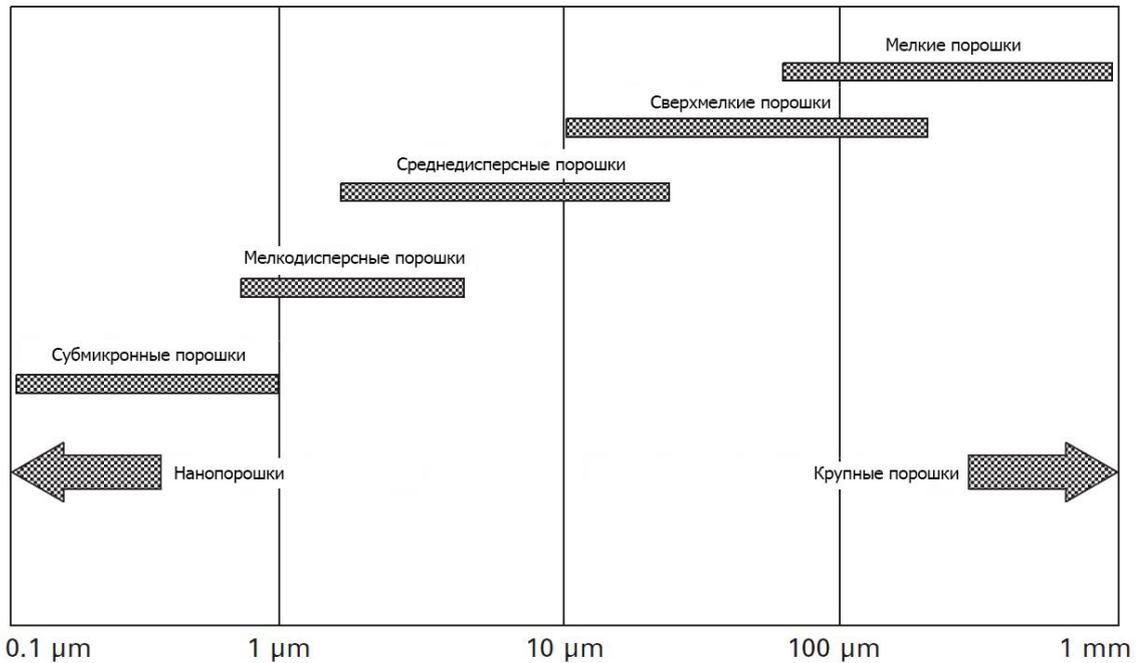


Рисунок 1.1 - Классификация порошков по размерам их частиц

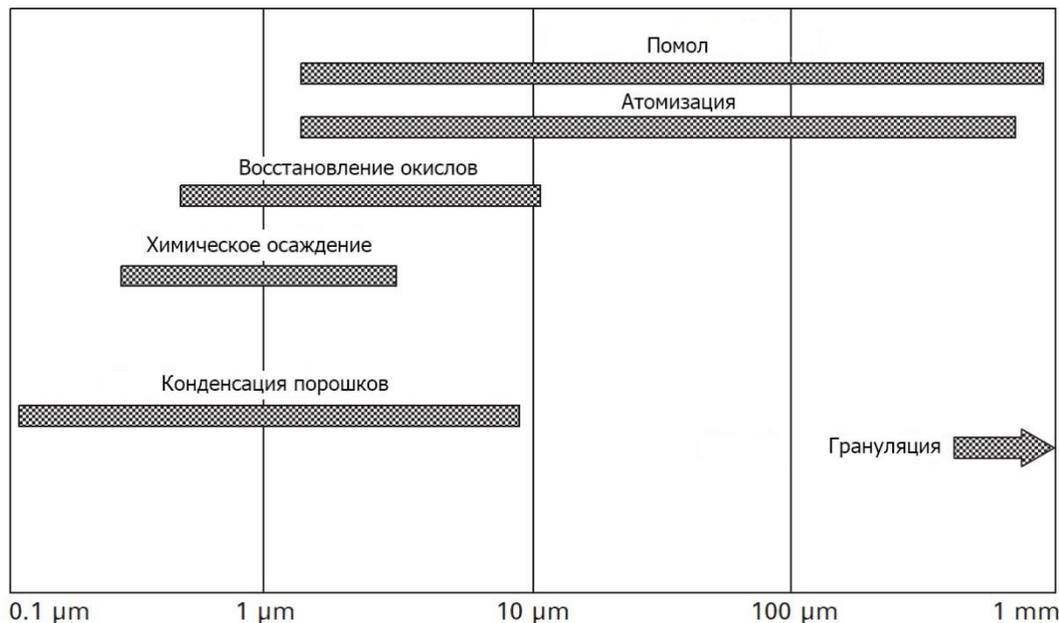


Рисунок 1.2 - Классификация методов получения порошков разного размера.

Методы «атомизации» включают технологии гранульной металлургии

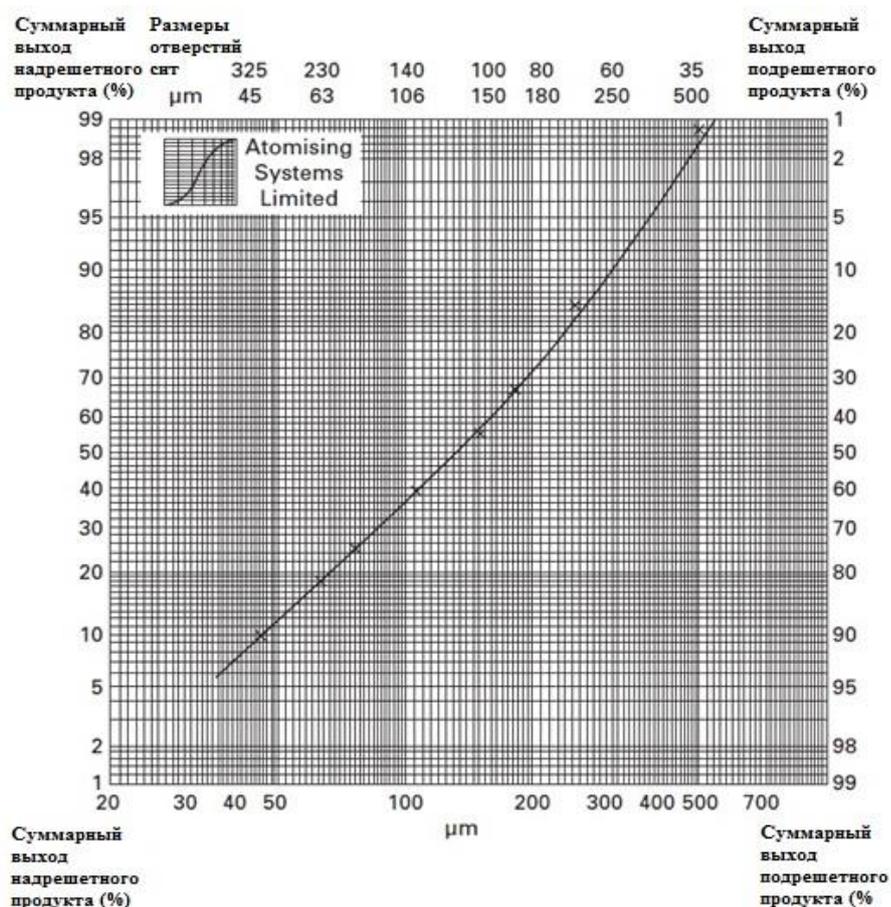


Рисунок 1.3 - Зависимость суммарного выхода подрешетного продукта от диаметров сит

## 1.2. Методы получения порошков

Металлические порошки – основа порошковой металлургии [1.1,1.2,1.3], технология которой начинается с их получения. Метод производства и природа соответствующего металла, сплава или интерметаллидного соединения определяют химические (содержание основного металла, примесей и загрязнений, пирофорность и токсичность), физические (форма, размер, удельная поверхность, истинная плотность и микротвердость частиц) и технологические (насыпная плотность, текучесть, уплотняемость, прессуемость и формуемость порошка) свойства получаемого с помощью ПМ продукта.

Часто свойства порошка одного и того же металла существенно изменяются в зависимости от метода производства. Порошки, идентичные по химическому составу, могут иметь разные физические характеристики и

резко различаться по технологическим свойствам, что приводит к значительным изменениям условий дальнейшего превращения порошка в готовые изделия и влияет на их свойства. Разнообразие требований, предъявляемых к порошкам в зависимости от области их применения, а также свойства (природа) самих металлов объясняют существование большого числа различных методов производства металлических порошков.

Существуют различные методы производства порошков, в этом обзоре будут рассматриваться традиционные способы, применимые к сплавам на основе титана [1.4] и никеля.

Существуют следующие основные методы получения порошков:

- 1) Измельчение частиц путем помола в шаровых мельницах или атриторах (Grinding).
- 2) Измельчение путем гидравлического удара (Shotting).
- 3) Процесс центробежного распыления вращающегося слитка-электрода под воздействием потока плазмы (PREP - Plasma Electrode Rotating Process).
- 4) Процесс газоструйного распыления расплава.
- 5) Атомизация (Gas Atomization, Electrode Induction Melting-gas Atomization).
- 6) Индукционно-плазменная сфероидизация мелких частиц (Induction Plasma Spheroidization (IPS))
- 7) Восстановление химических элементов из окислов (Oxide reduction (OR)).
- 8) Химическое осаждение (Chemical precipitation (CP)).
- 9) Метод конденсации в среде инертного газа (Condensation of vapour).

Следует отметить, что применяются и другие методы получения порошков, например, такие, как Hydride-Dehydride (HDH) процесс. При использовании данного метода получают конгломераты порошковых частиц в виде губок (титан и его сплавы). В дальнейшем мы не будем рассматривать подобные

методы, а рассмотрим процессы получения порошков в виде отдельных частиц, которые используются (либо могут быть использованы) для производства деталей и узлов ракетно-космической техники.

*1.2.1. Процесс центробежного распыления электрода под воздействием плазменного потока инертного газа (модификация PREP - Plasma Electrode Rotating Process).*

Процесс получения порошков путем центробежного распыления вращающегося электрода под воздействием плазменного потока, схема которого приведена на рисунке 1.4, был разработан компанией Nuclear Metals/Starmet [1.5]. В данном процессе плазменный поток гелия используется для плавления вращающегося электрода. Расплавленные частицы под действием центробежной силы отрываются от расплавляемого электрода и затвердевают в виде сферических гранул. Весь процесс происходит в камере из нержавеющей стали, 2.4 метра диаметром, наполненной инертным газом или под вакуумом. Схематически данная технология показана на рисунке 1.4.

Распределение размера получаемых порошковых гранул зависит от скорости вращения электрода, материала электрода, диаметра электрода. При вращении со скоростью 15000 об/мин типичный размер получаемого порошка из вращающейся заготовки-электрода Ø 50 мм сплава Ti-6Al-4V колеблется от 100 до 300 микрон [1.6], Приблизительно 1 % порошка от всего объема получают размером 50 и менее микрон (рисунок 1.5).

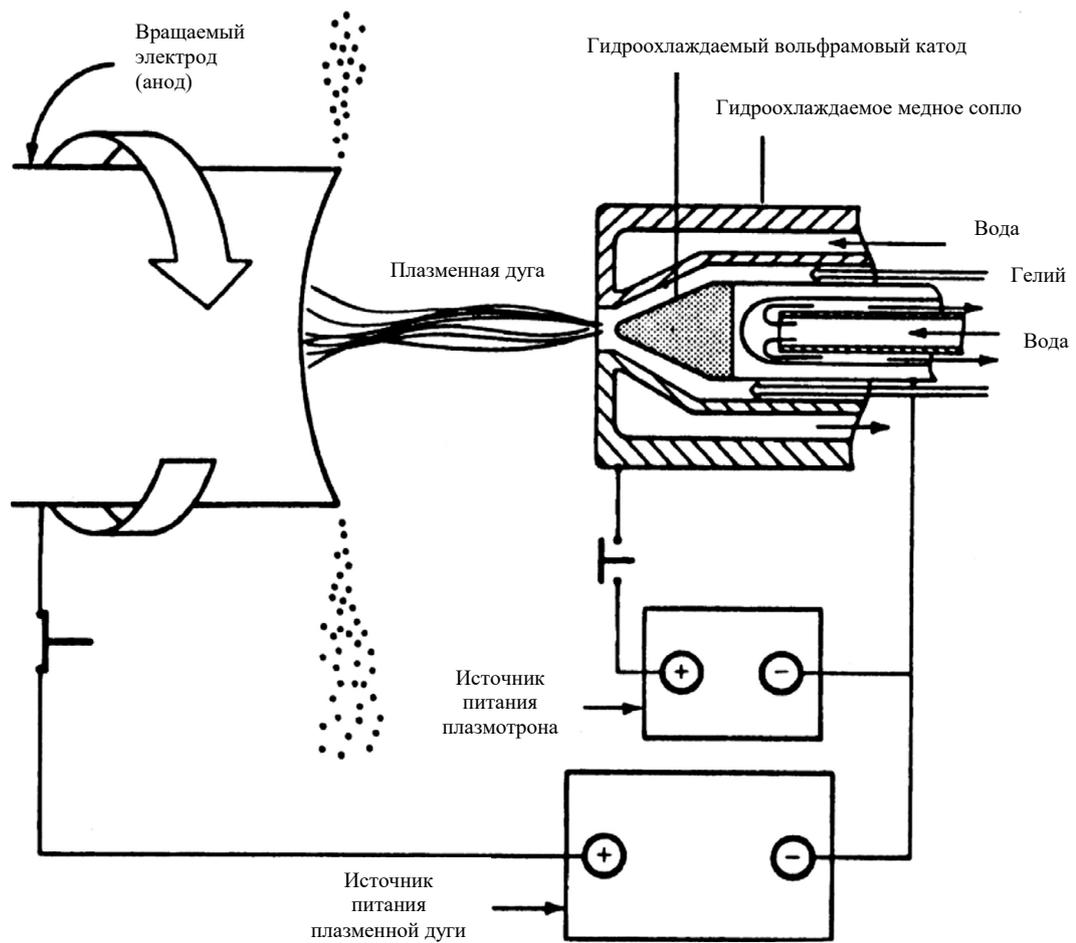


Рисунок 1.4 - Схематическое изображение процесса центробежного распыления вращающегося электрода [1.5]

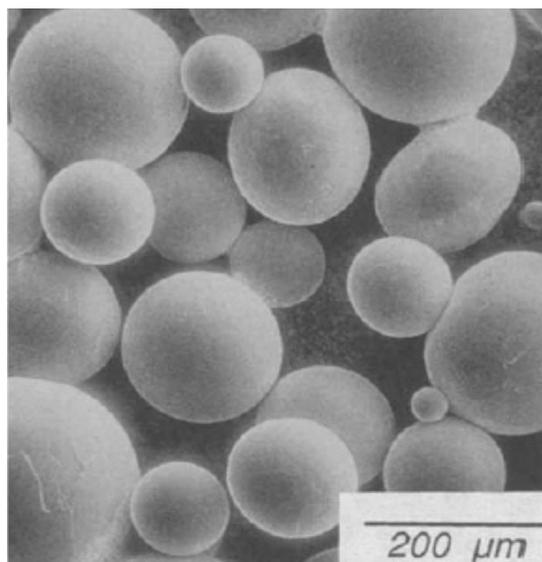


Рисунок 1.5 - Ti-6Al-4V порошки, полученные методом PREP

Отметим, что процессы центробежного распыления имеют свои особые преимущества в производстве перед другими аналогичными процессами [1.2]. Так, значение параметра  $\sigma$ , рисунок 1.3, распределения порошковых частиц для данного процесса находится в интервале от 1.3 до 1.5, также процесс может непрерывно протекать в атмосфере инертного газа, либо в вакууме. Количество оксидов в получаемых порошках невелико и суммарное содержание кислорода в порошках является низким. Кроме того, частицы порошка получаются по форме близкими к сферической (более 98% частиц получаемого порошка – сферы). Из недостатков можно выделить громоздкость установки центробежного распыления, поскольку для затвердевания капель разбрызгиваемого расплава требуется большой объем рабочей камеры. Затраты на очистку такого оборудования могут быть существенными.

### **1.2.2. Процесс газоструйного распыления расплава.**

Процесс пневматического распыления, схема которого приведена на рисунке 1.6, был разработан фирмой Crucible Materials Corporation в 1988 году. Шихту в объеме 45 кг, расположенную в медном тигле с подведенной системой охлаждения, расплавляют в атмосфере инертного газа, либо в вакууме. Полученная расплавленная смесь распыляется через специальное сопло или форсунку под действием газа, подаваемого под высоким давлением. Схема данного процесса приведена на рисунке 1.6 [1.7].

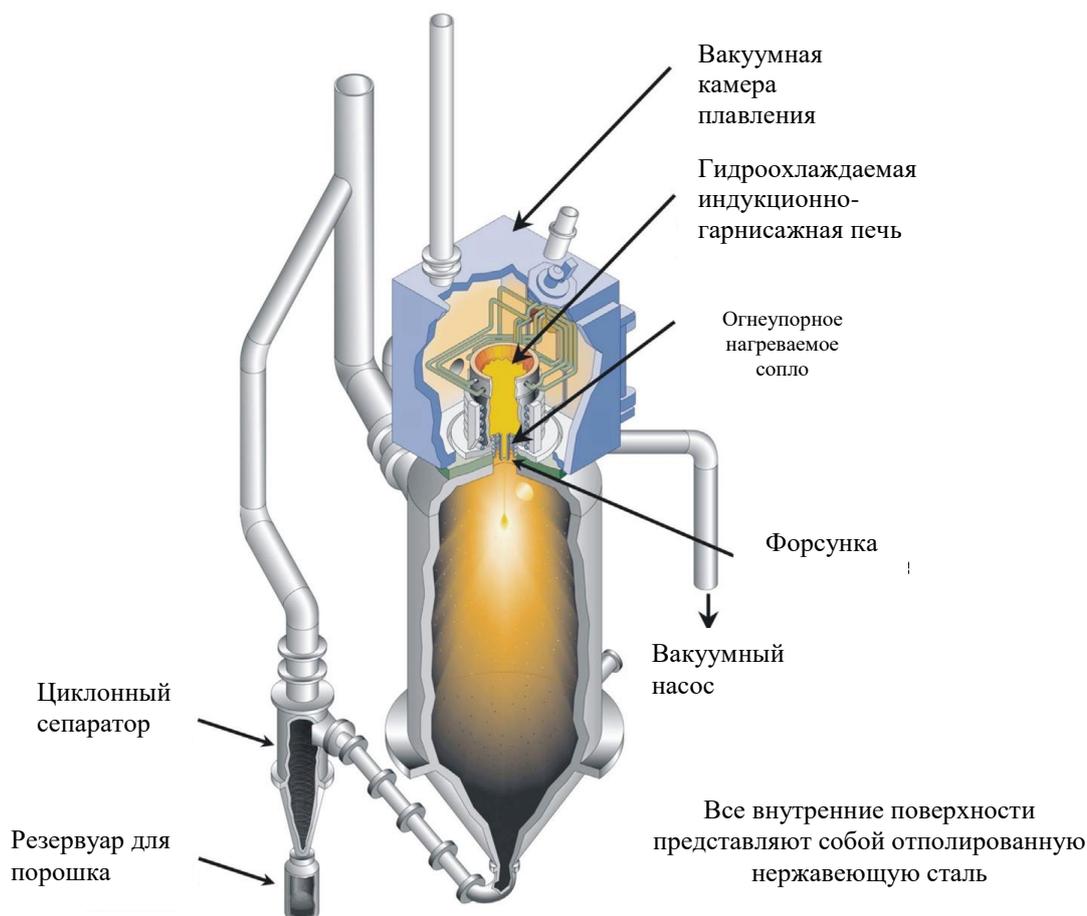


Рисунок 1.6 - Схематическое изображение процесса газоструйного распыления [7].

Исходный материал, используемый в данном процессе, может быть как чистым металлом, так и сплавом на его основе в виде, например, слитков. Поскольку изначально загруженная шихта расплавляется в тигле в результате индукционного нагрева, то на стенках тигля образуется настыль, состоящая из того же материала.

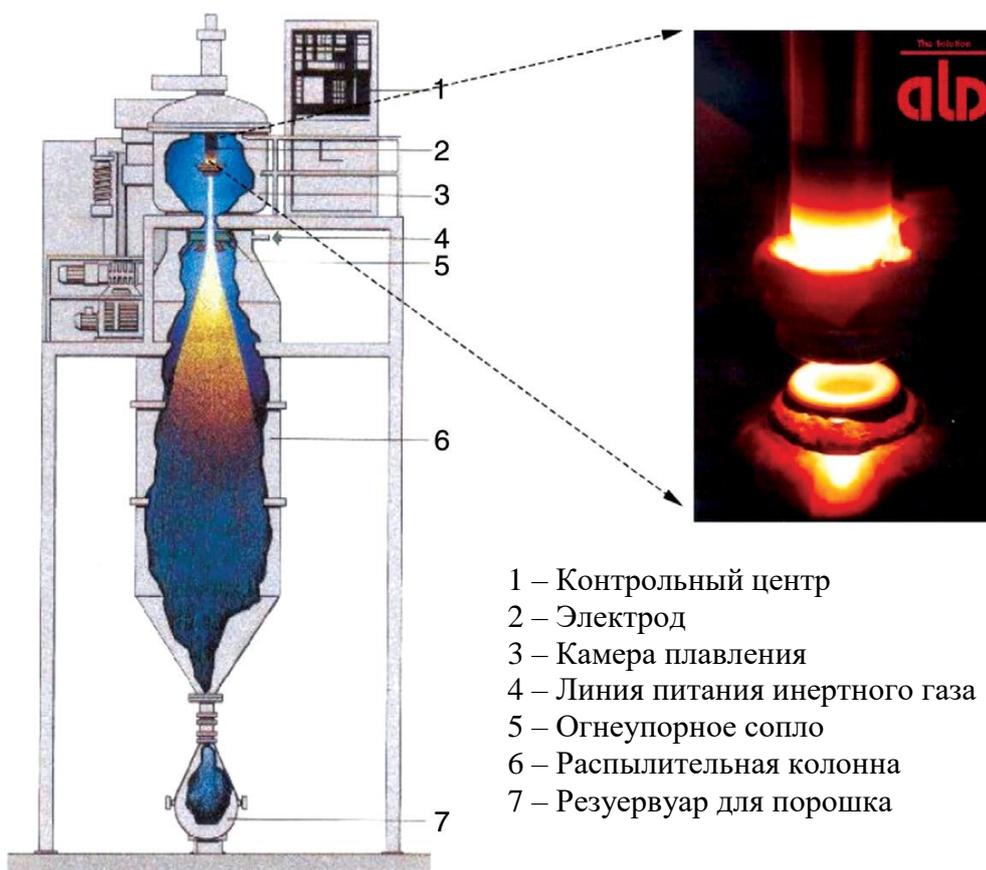
В данной схеме за счет действия первой индукционной катушки (зона гарнисажной печи) возникает поток расплава, который стекает в зону действия второй индукционной катушки – огнеупорное сопло, но здесь уже отсутствует система охлаждения, и, следовательно, не образуется настыль. В дальнейшем расплав распыляется пневматически. При этом поток расплава распадается на микрослитки-гранулы, которые затвердевают во время распыления, т.е. получается порошок. Газовый поток переносит порошковые частицы в циклонный сепаратор, откуда частицы в дальнейшем

распределяются по резервуарам. Заметим, что одним из недостатков данного процесса является образование на частицах порошка сателлитов и значительного количества примесей в получаемом материале в сравнении с другими процессами [1.7].

Аналогичный процесс газового распыления расплава разработан фирмой Iowa Powder Atomization Technologies Inc, США [1.8,1.9]. В этом процессе используется два близко расположенных распылителя для получения “дробящего” газового потока. Целью данной разработки является производство порошков более мелких фракций (менее 40 микрон).

### **1.2.3. Модификации метода PREP**

Оригинальный вариант технологии распыления вращающегося электрода разработан фирмой ALD Vacuum Technologies и отличается, также как и PREP, отсутствием плавильного тигля. В данном методе медленно вращающийся электрод-заготовка подается в зону действия конической индукционной катушки. Под действием индукции часть вращающегося электрода плавится, и получаемый расплав стекает в форсунку, которая распыляет его по диспергационной колонне, откуда затвердевшие микрослитки-гранулы попадают в резервуар [1.10]. Схематически данный процесс изображен на рисунке 1.7.



- 1 – Контрольный центр
- 2 – Электрод
- 3 – Камера плавления
- 4 – Линия питания инертного газа
- 5 – Огнеупорное сопло
- 6 – Распылительная колонна
- 7 – Резервуар для порошка

Рисунок 1.7 - Схематическое изображение процесса распыления заготовки-электрода, плавящегося в результате индукционного нагрева

Диаметр используемого электрода в данной модификации метода обычно составляет 25-70 мм, скорость подачи заготовки в зону действия индукции равна 40-60 мм/мин.

Экспериментальные распределения получаемых порошков по размерам для титановых и ниобиевых сплавов, а так же нержавеющей стали при заданных диаметрах заготовок [35, 45, 60 мм], представлены в логарифмических координатах и сравниваются на рисунке 1.8.

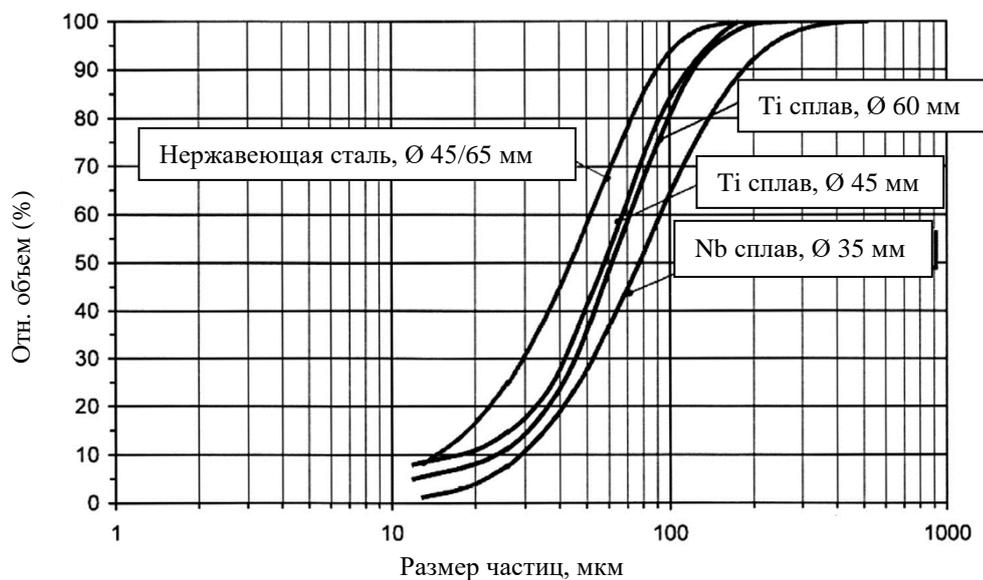


Рисунок 1.8 - Сравнение логарифмических распределений по размерам порошковых продуктов из титановых и ниобиевых сплавов, а так же нержавеющей стали

Порошки титанового сплава, произведенные из заготовки диаметром 60 мм, получают с меньшим отклонением по размерам по сравнению с порошками, получаемыми из заготовок Ø 50 мм, и имеют хорошие технологические характеристики. Установлено, что данным способом можно получить порошки более мелких фракций чем, например, при использовании PREP. Компания Osaka Titanium Technologies Co. Ltd. разработала подобный процесс для производства порошка из титана [1.11]. Порошковые гранулы, полученные данным методом, показаны на рисунке 1.9.

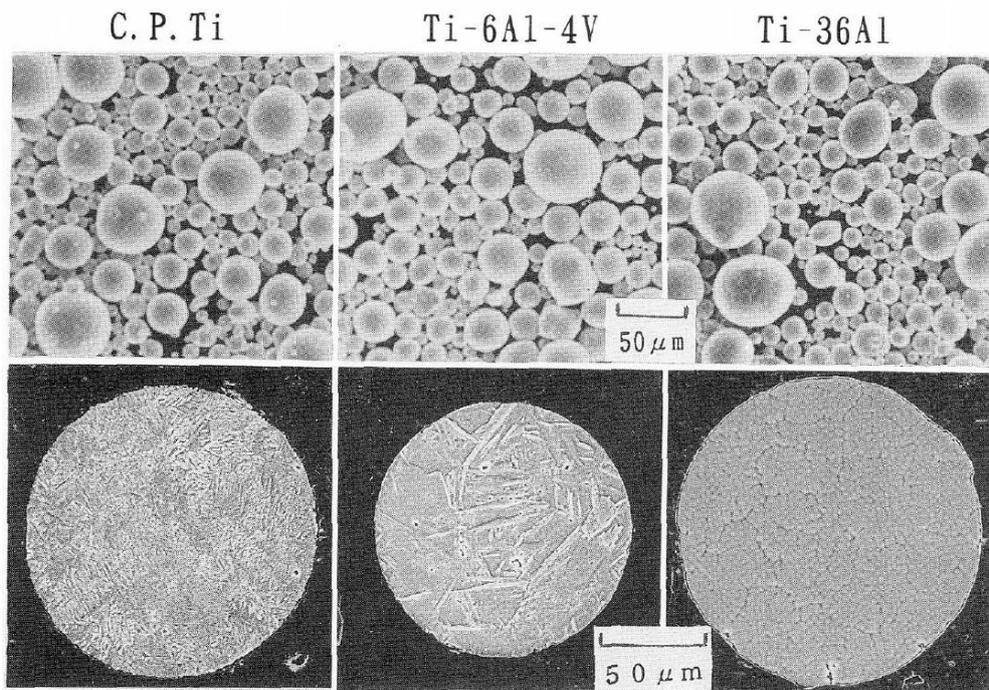


Рисунок 1.9 - Частицы порошков из титана и его сплавов, полученные методом, разработанным в Osaka Titanium Technologies Co. Ltd. [1.11]

Вариант технологической схемы плазменного распыления электрода с использованием двух плазмотронов показан на рисунке 1.10 [1.12].

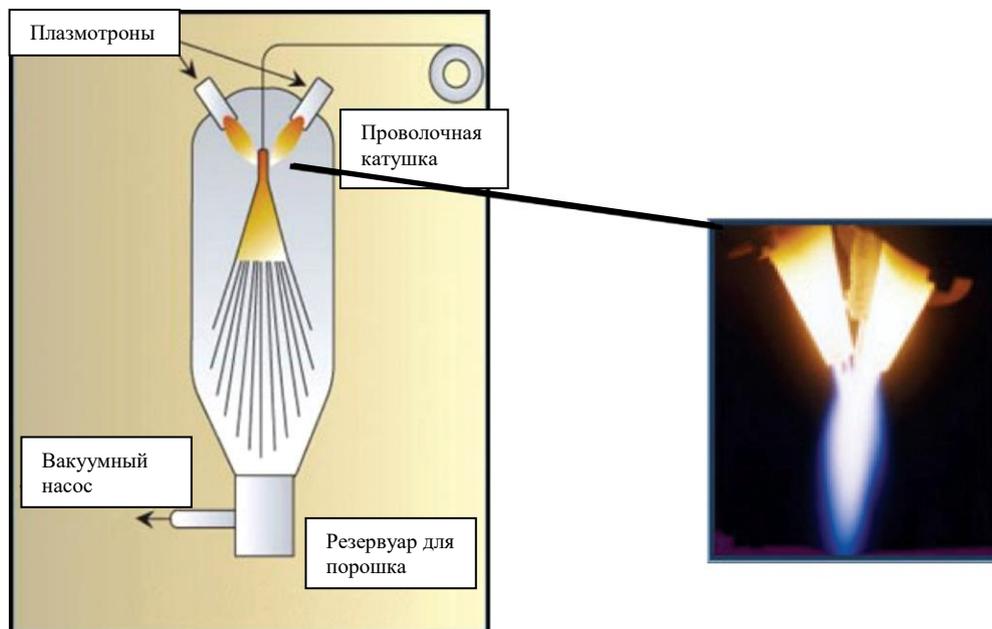


Рисунок 1.10 - Схематическое изображение процесса плазменного распыления с использованием двух плазмотронов

Аналогично процессам, описанным выше, распыляемый расплав, в виде капель, затвердевает во время полета и в дальнейшем частицы скапливаются в резервуаре [1.12]. Весь процесс происходит в вакуумной камере. Порошки, получаемые данным методом, имеют сферическую форму, при этом в полученном материале почти отсутствуют примеси. Средний размер получаемых гранул составляет 40 микрон. Произведенный методом плазменного распыления порошок показан на рисунке 1.11.

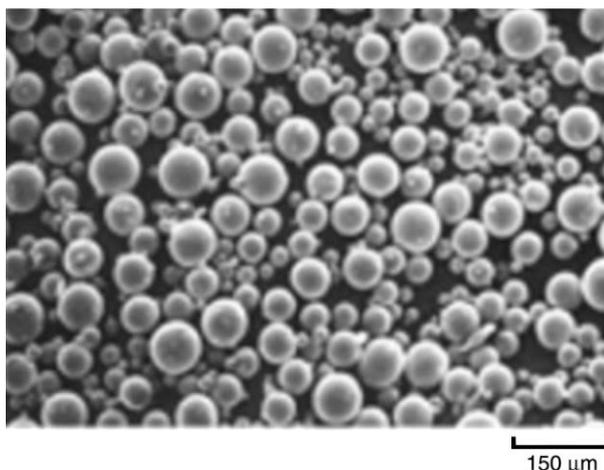


Рисунок 1.11 - Изображение гранул, полученных методом плазменного распыления с использованием двух плазмотронов (сканирующая электронная микроскопия)

#### *1.2.4. Индукционная плазменная сфероидизация частиц*

Данный процесс отличается тем, что преобразовывает уже имеющийся порошок несферической формы, произведенный химическими методами, в сферический [1.13]. Схематическое изображение данного процесса, разработанного фирмой Plasma Systems Inc., показано на рисунке 1.12.

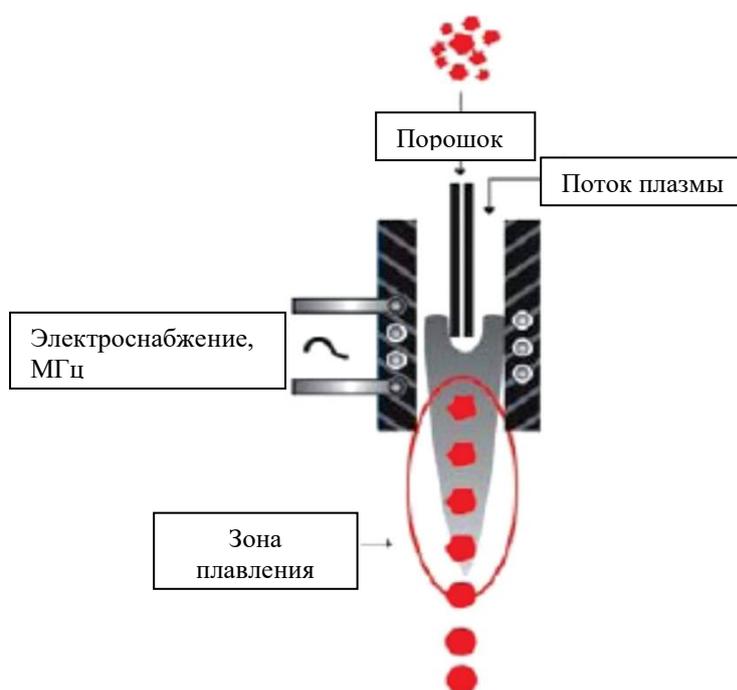


Рисунок 1.12 - Схематическое изображение процесса индукционной плазменной сфероидизации частиц [1.13]

В данном процессе исходный несферический порошок подается через специальный патрубок в разогретый посредством индукции до состояния плазмы газовый поток. Порошок расплавляется и почти сразу затвердевает. Таким образом, получаются порошки сферической формы. Пример такого порошка, полученного из частиц неправильной формы, приведен на рисунке 1.13.

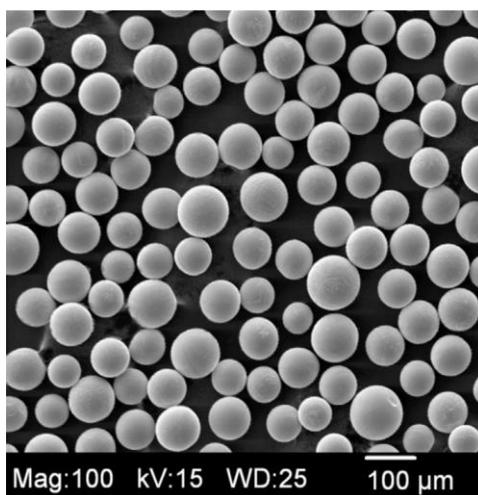


Рисунок 1.13 - Порошок, полученный методом плазменной индукционной сфероидизации [1.13]

### **1.3. Методы обработки и консолидации порошков: механическое легирование и горячее изостатическое прессование**

Существуют два основных способа получения порошков многокомпонентных сплавов:

1) предварительное изготовление слитков-электродов заданного химического состава и их последующее распыление на гранулы. В рассмотренных выше способах получения порошков сплавов реализован именно такой подход.

2) Механическая обработка порошков (механохимический синтез (МС)) чистых компонентов сплава, когда взаимодействие компонентов происходит на атомном уровне. Физико-химические и технологические принципы *получения порошковых сплавов методом МС в настоящее время* установлены для многих металлических и интерметаллидных сплавов [1.14-1.17].

Полученные с помощью ПМ сплавы редко используются в виде порошков, обычно их применяют для консолидации и изготовления критических узлов и деталей ракетно-космической техники. В таких случаях для компактирование порошков обычно проводят с помощью горячего изостатического прессования, параметры которого зависят от многих факторов: химического состава сплава и размерных характеристик порошка, конфигурации и размера детали, особенностей поведения порошка в капсуле при компактировании и т.п. Поэтому для выявления общих закономерностей необходимо исследовать поведение модельной системы порошок-капсула при горячем изостатическом прессовании, и затем разработать опытные П\М технологии для производства как крупногабаритных, так и тонкостенных деталей двигателей.

При консолидации порошков сплавов с помощью ГИП независимо от способа получения порошков (распыление слитка или МС) и системы легирования сплава формируется мелкозернистая поликристаллическая структура, в которой важную роль играют границы зерен (ГЗ). ГЗ в

поликристаллах характеризуются повышенной диффузионной проницаемостью, что уменьшает сопротивление ползучести жаропрочных сплавов при повышенных температурах [1.18]. Ускорение диффузии атомов вдоль ГЗ представляет собой универсальное явление, которое свойственно поликристаллам различных материалов. Поэтому актуальной проблемой является изыскание универсальных способов «укрепления» ГЗ в жаропрочных сплавах, получаемых с помощью технологий ПМ. Одновременно с повышением когезивной прочности ГЗ в жаропрочных сплавах на основе титана и никеля необходимо стремиться и к повышению энергии когезии матрицы – твердых растворов на основе титана и никеля.

## **1.4. Химические методы получения порошков сплавов**

### **1.4.1. Метод химического осаждения**

Химическими методами можно получать не только порошки чистых химических элементов, но и порошки сплавов.

В работе [1.19] композитный порошок W-25%Cu производился посредством следующей термодинамической схемы. В качестве исходного материала (прекурсора) для реакций были использованы нитрат меди и вольфрамат натрия. Были выявлены и изучены продукты всех стадий реакций, включающих  $\text{Cu}_2\text{WO}_4(\text{OH})_2$  и  $\text{CuWO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  в качестве сырых осадков,  $\text{CuWO}_{4-x}$ ,  $\text{CuO}$ , и  $\text{WO}_3$  как продуктов последующего обжига, и произведенных W-Cu нанокompозитов после реакции восстановления продуктов обжига в водороде.

Реакции восстановления типа



осуществляют с добавлением разного количества нитрата аммония или без него, рисунок 1.14; атомная структура молекулы образующегося соединения меди показана на рисунке 1.12 (II).

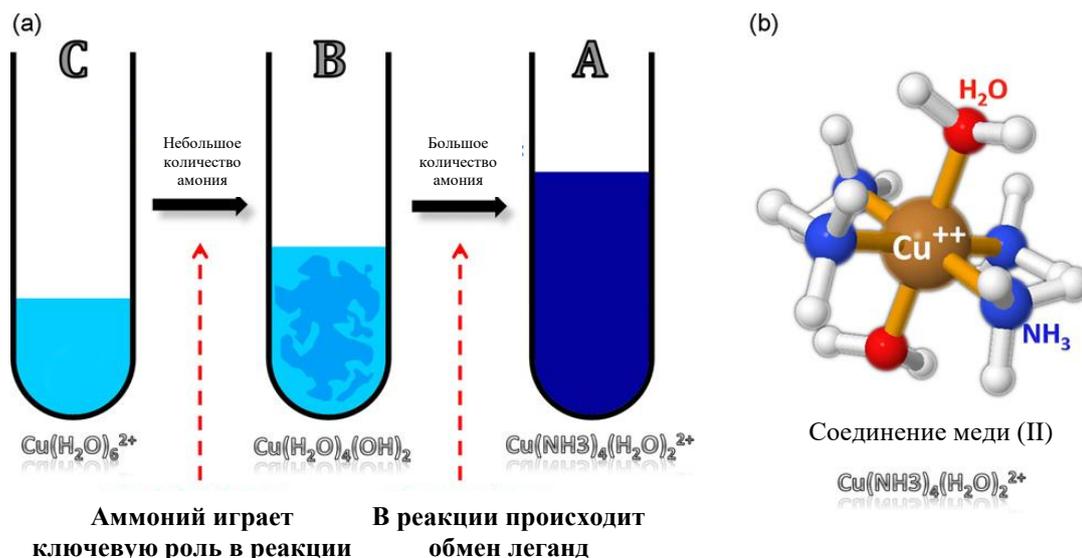


Рисунок 1.14 - а) Растворы с высоким (А), низким (В) количеством нитрата аммония, и без добавления нитрата аммония (С); б) атомная структура молекулы соединения меди (II).

На рисунке 1.15 показаны дифрактограммы образцов после реакции осаждения в водных растворах вольфрамата натрия и нитрата меди, подвергнутых процедуре высушивания при 150°C в течение 45 минут.

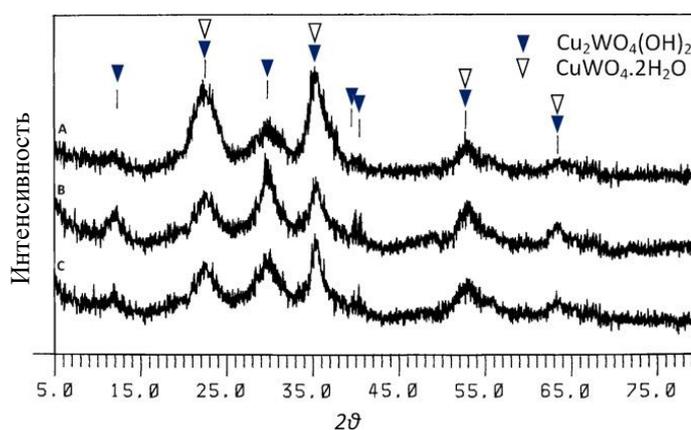


Рисунок 1.15 - Дифрактограммы образцов после сушки для комплектов А, В, С

На рисунке 1.16 приведены СЭМ изображения порошков W-25%Cu, полученных по схемам А, В, С соответственно.

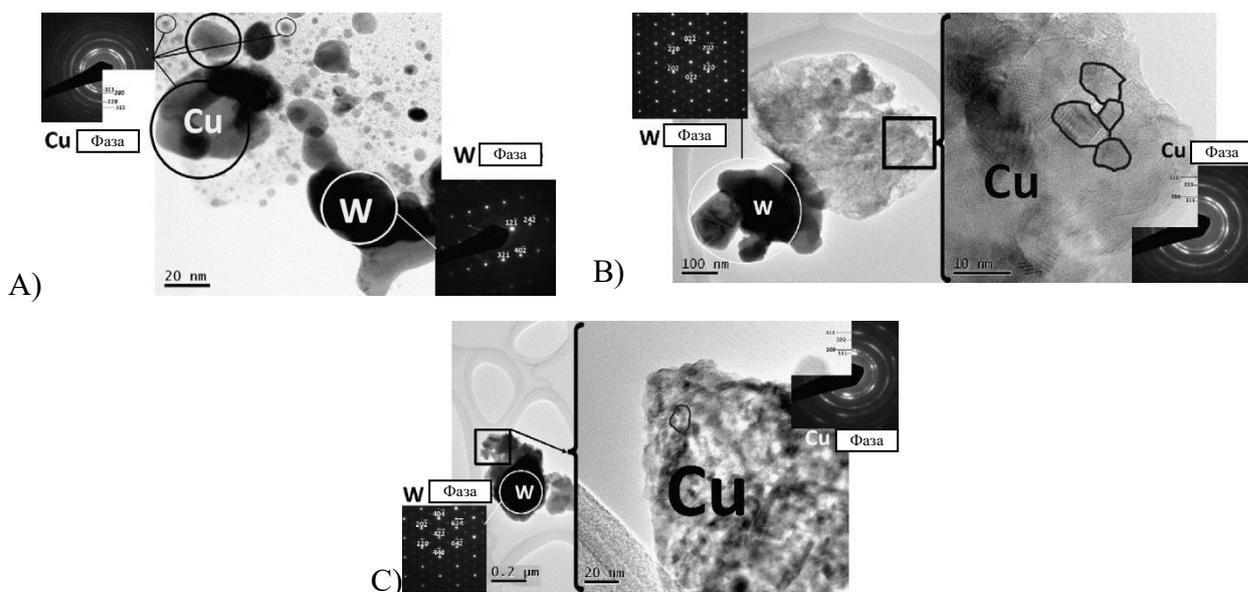


Рисунок 1.16 - СЭМ фотографии порошков системы W-Cu, полученных с использованием технологических схем А, В и С.

#### 1.4.2. Метод химической конденсации порошка (Chemical Condensation of vapour или CVC)

В работе [1.20] нанопорошки сплава ( $Fe_{1-x}Co_x$ ,  $x \leq 50$  wt.%) были получены методом химической конденсации, при этом изучалось влияние скорости потока газа на размеры получаемых частиц и исследовались магнитные свойства полученного материала.

Схема, по которой производились порошки, показана на рисунке 1.17.

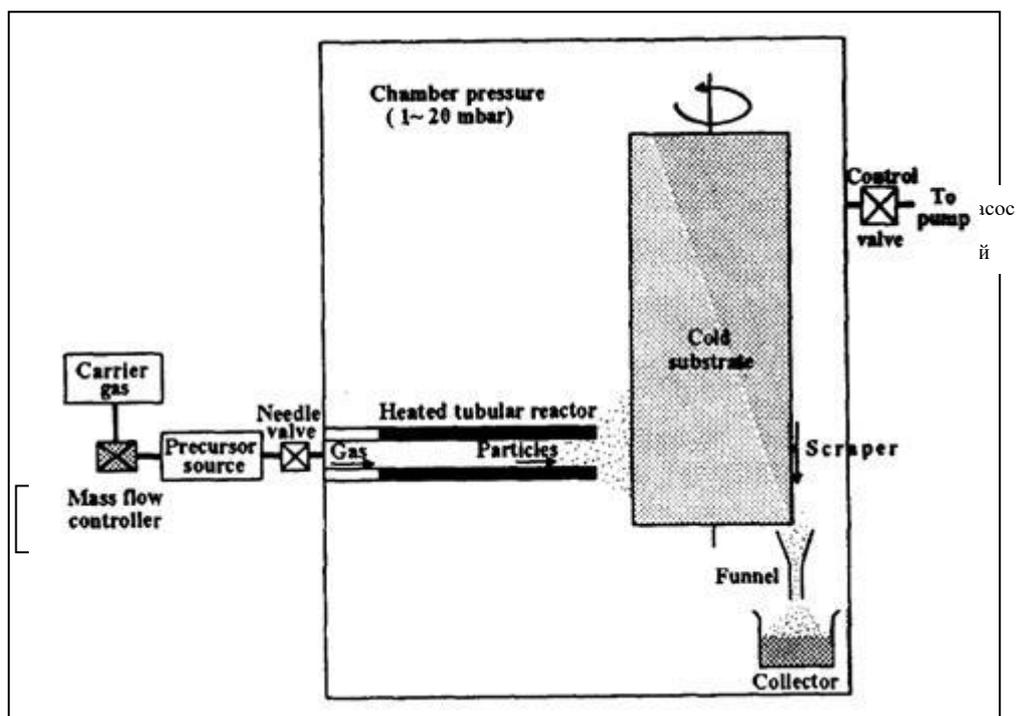


Рисунок 1.17 - Схема метода химической конденсации [1.20,1.21]

Процесс химической конденсации подробно описан в работе [1.21]. Полученные этим методом нанопорошки показаны на рисунке 1.18; средний размер частиц составляет 15 нм.

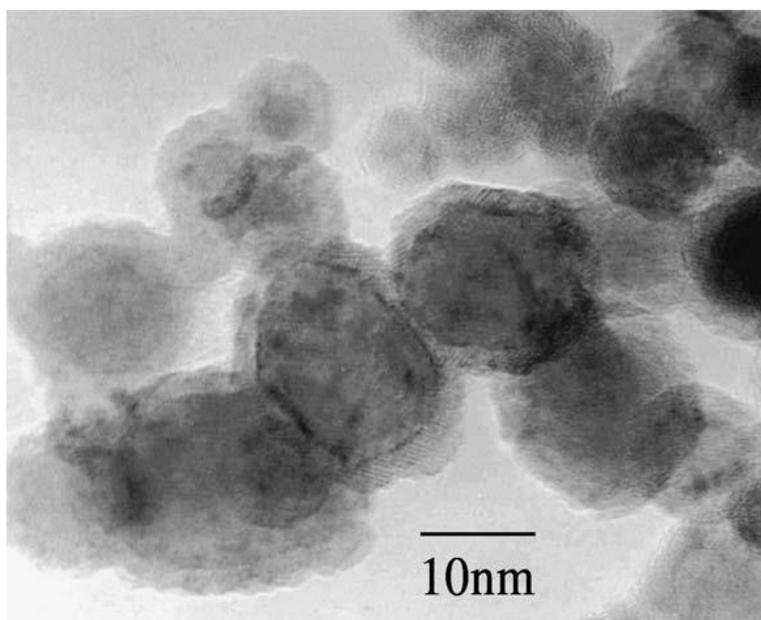


Рисунок 1.18 - Порошок системы Fe-Co, полученный методом химической конденсации [1.20]

Природа методов химической конденсации такова, что с их помощью практически невозможно решать задачи получения порошков многокомпонентных конструкционных и функциональных сплавов.

### **1.5. Заключение**

Характеристики порошков сплавов (фракционный состав, морфология частиц, содержание примесей, микроструктура и др.), полученных различными методами, важны потому, что они оказывают существенное влияние на структуру и свойства конечного продукта - изготовленных из порошков деталей. Этот фактор имеет принципиальное значение при изготовлении из порошков критических узлов и деталей авиационной и ракетно-космической техники.

Инновационным способом получения деталей сложной формы являются аддитивные 3d-технологии (АТ) [1.22, 1.23]. В этом случае изготовление детали осуществляется путем последовательного добавления материала к основе и формирование изделия с помощью цифровой компьютерной модели. В качестве строительного материала обычно используются порошки сплавов с соответствующими конструкционными и функциональными свойствами. Возникает вопрос: какими должны быть порошки, предназначенные для АТ, и методы их получения?

Сравнительное исследование влияния наиболее распространенных способов получения порошков титанового сплава Ti-6Al-4V на характеристики слоистых структур, полученных с помощью АТ – методом направленной лазерной наплавки (Laser Direct Metal Deposition (LDMD)) - проведено авторами работы [1.24]. Данные порошки получали двумя различными методами: а) газового распыления (Gas Atomization, GA) и б) плавления плазмой вращающегося электрода (Plasma Rotating Electrode Process, PREP, гранульная металлургия в отечественной классификации). Морфология GA и PREP порошков, представленная на рисунке 1.19, типична для данных методов. Порошок GA характеризуется не очень гладкой поверхностью с мелкими частицами-сателлитами и видимыми порами; PREP

порошок имеет сферическую форму без сателлитов и явных признаков пористости. Результаты более детального микротомографического анализа пористости GA и PREP порошков приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 - Характеристики пористости GA и PREP порошков сплава Ti-6Al-4V, полученные с помощью микротомографии

Образец	Объем порошка (мм <sup>3</sup> )	Объем пор (мм <sup>3</sup> )	Пористость в %
GA	3,877	0,002117	0,055
PREP	2,329	0,000399	0,017

Из таблицы 1.1 следует, что в PREP порошках внутренняя пористость все же имеется, однако объемная доля пор в них почти на порядок величины меньше, чем в порошках GA.

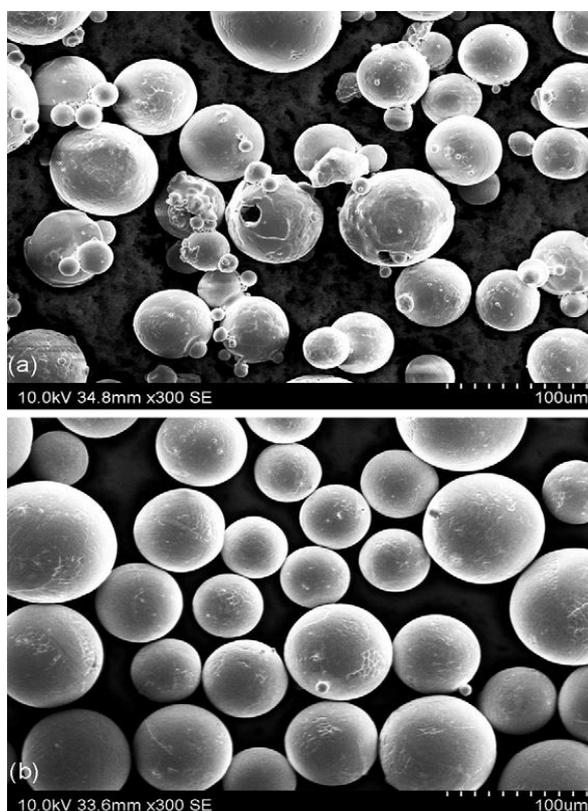


Рисунок 1.19 - SEM фотографии порошка Ti-6Al-4V сплава, полученного разными методами: (a) GA; (b) PREP [1.24]

Исследования порошковых образцов с помощью сканирующей электронной микроскопии и дифракционного анализа показали, что GA порошок имеет больший средний размер частиц, чем PREP порошок (95 мкм и 70 мкм, соответственно).

Микроструктуры тонкостенных слитков в верхней части и в основании приведены на рисунке выявляет что образцы содержат обе - альфа и бета фазы (рисунок 1.20). С помощью сканирующей электронной микроскопии было показано, что в сохранившихся зернах  $\beta$  фазы обнаруживаются выделения  $\alpha$  фазы, формируя похожую на Видманштеттову структуру, рисунок 1.21. Расстояние между пластинами ( $S_{\alpha+\beta}$ ) увеличивается с увеличением лазерной мощности, и, по - видимому, остается неизменным с изменением скорости потока массы порошка.

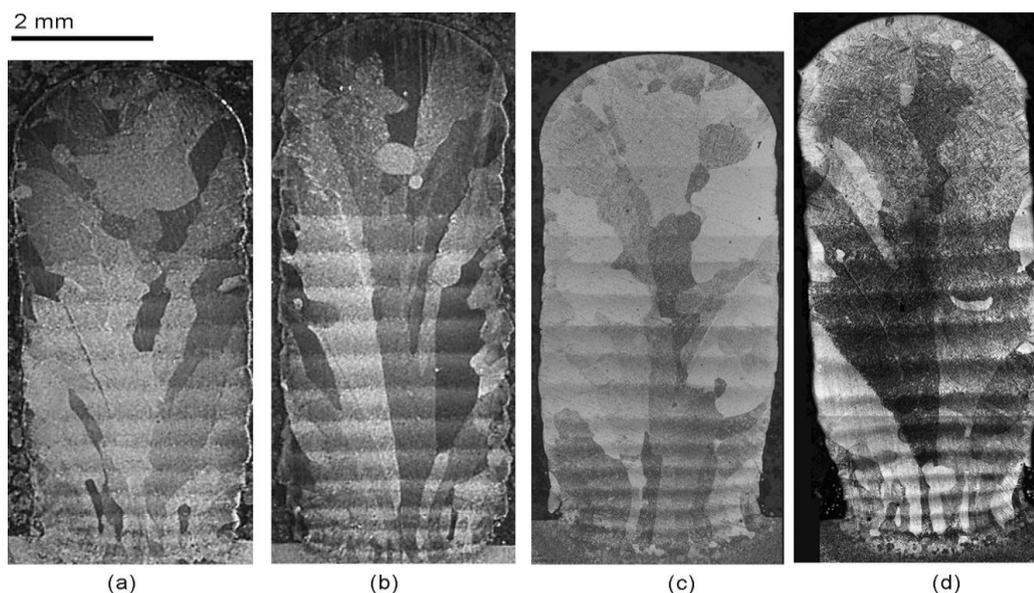


Рисунок 1.20 - Структура тонкостенных образцов сплава Ti-6Al-4V; видны столбчатые наследственные границы  $\beta$  зерен и морфология групп слоев при  $0,033 \text{ g s}^{-1}$  скорости потока масс: (a) GA, мощность лазера 800 Вт; (b) PREP мощность лазера 800 Вт (c) GA, мощность лазера 1000 Вт; (d) PREP мощность лазера 1000 Вт [1.24].

Авторы [1.24] отмечают, что полученные ими результаты показывают потенциальное преимущество порошков, полученных методом PREP, для

аддитивных технологий. При использовании порошков PREP реализуется более высокая скорость наплавки, наплавленные слои имеют меньшую пористость и менее грубую поверхность.

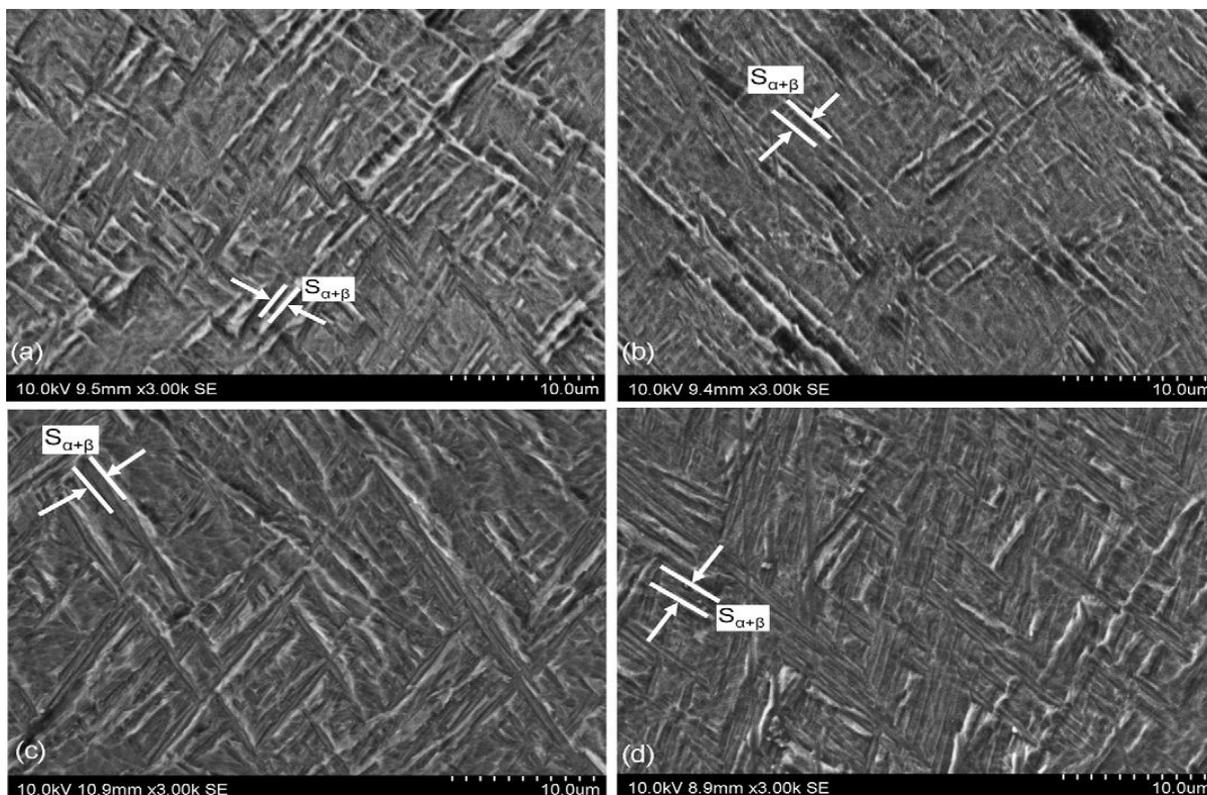


Рисунок 1.21 - Микроструктура осажденных образцов, показывающая вариации расстояний между пластинами в пластинчатой  $\alpha+\beta$  структуре при скорости потока масс: (a) GA, мощность лазера 800 Вт; (b) PREP мощность лазера 800 Вт (c) GA, мощность лазера 1000 Вт; (d) PREP мощность лазера 1000 Вт.

Эффективным способом уплотнения микроструктуры деталей, полученных с помощью АТ, является горячее изостатическое прессование (ГИП). В работе [1.24] исследована эффективность ГИП для уплотнения образцов, полученных с помощью 2-х видов АТ: электронно-лучевого (ЭЛ) и лазерно-лучевого (ЛЛ) методов.

Таким образом, результаты работы [1.24] и других авторов, ссылки на которые можно найти в [1.24,1.25], показывают, что порошки сплавов, полученные методом гранульной металлургии (PREP), обладают большими

потенциальными возможностями при их использовании в аддитивных технологиях.

Еще одним преимуществом гранульной металлургии является получение порошков не только металлических, но и интерметаллидных сплавов, например, функциональных NiTi сплавов с эффектом памяти формы [1.26]. Авторы [1.26] отмечают, что технология PREP является эффективной для производства порошков NiTi сплавов, поскольку позволяет подавить активное взаимодействие расплава с примесями при кристаллизации микрослитков-гранул и обеспечивает производство порошков высокой чистоты.

Указанные выше достоинства PREP технологии П\М обеспечили ее распространение в РФ и неоднократно подтвердили ее состоятельность как в авиационной технике [1.27, 1.28, 1.29], так и в РКТ [1.30, 1.31, 1.32].

Для получения порошков сплавов методом 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 скорости 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 создать оборудование «УЦР» нового поколения для получения мелких порошков с высоким выходом годного фракции менее 105мкм.

## **Глава 2. Совершенствование технологии гранульной металлургии для производства металлических и интерметаллидных сплавов**

Технология металлургии гранул является эффективным способом получения заготовок из сложнолегированных жаропрочных сплавов, которые невозможно получить другим способом, в том числе литьем и деформацией. Надо отметить, что термин гранульная металлургия существует только в России, за рубежом данная технология является частью порошковой металлургии. Гранулы фактически являются микрослитками сплава, имеют сферическую форму и размер до 500 мкм. Гранулы могут содержать неметаллические частицы, наследуемые из слитка-электрода. В слиток-электрод неметаллические частицы попадают в процессе выплавки в вакуумно-индукционной печи и являются результатом взаимодействия расплава с материалом тигля. Чем крупнее гранула, тем крупнее неметаллическая частица, которая может в ней содержаться. Вместе с гранулами неметаллические частицы попадают в компактную заготовку. Чем крупнее неметаллическая частица в детали, тем выше вероятность ее разрушения, ниже ресурс, надежность и эксплуатационные характеристики. Поэтому для обеспечения высокой надежности и эксплуатационных характеристик детали необходимо уменьшать размер неметаллических включений. Это возможно обеспечить только за счет уменьшения размера применяемых гранул для новых жаропрочных сплавов на основе никеля до 100 мкм и на основе титана до 250 мкм. Кроме этого гранулы высоколегированных тугоплавкими элементами жаропрочных никелевых сплавов нового поколения имеют однородный химический в интервале размеров (40-100) мкм. Гранулы большего размера имеют неоднородность химического состава, которая в итоге не позволяет получить деталь требуемого качества. Таким образом, необходимо создать оборудование и технологии промышленного производства гранул размером (40-100)мкм с целью существенного снижения размера и количества неметаллических включений в гранулах, а также, для обеспечения равномерного химического

состава гранул сложнолегированных сплавов нового поколения. Такие гранулы, имеющие низкое содержание и малый размер неметаллических включений, а также равномерный химический состав, несмотря на высокое содержание тугоплавких легирующих элементов, и которые будут получены в рамках данной работы, имеют улучшенное качество.

Значительный объем работ в области создания технологии и развития методов гранульной металлургии осуществлен в России, в первую очередь в ВИЛСе. В частности, именно в этой научной организации были успешно проведены исследования по повышению качества гранул и осуществлены следующие мероприятия [2.1, 2.2-2.5]:

1. Снижение количества кислорода, попавшего в гранулы в процессе распыления (основная причина - недостаточно чистая атмосфера при распылении).

С этой целью разработана технология, предусматривающая:

- прогрев предварительно очищенной от возгонов камеры распыления горячей водой (80-90 °С) при вакуумировании установки, что обеспечивает протекания процесса десорбции и удаления газовых примесей. Одновременно осуществление этого мероприятия позволяет снизить содержание влаги в атмосфере распыления с 39-40 ppm до 8-12 ppm. Все это дает возможность уменьшить концентрацию кислорода в гранулах на 0,003 % мас. Операция внедрена как обязательная в промышленное производство.

- уменьшение остаточного содержания кислорода и влаги в баллонных аргоне и гелии, используемых для заполнения установок распыления. Для этого была создана весьма эффективная система ИО-6-М2 для очистки инертных газов от этих примесей. Анализ газов показал, что очистка их на этой установке снижает содержание кислорода в аргоне с 4-150 ppm (данные анализов 50 баллонов) до 1 ppm; в гелии - с 2-32 ppm до 1 ppm; и влаги в обоих газах - с 20-40 до 1 ppm.

- для окончательной очистки атмосферы распыления в промышленное производство гранул была внедрена еще одна операция: перед изготовлением гранул промышленной крупности проводят распыление 1/3 - 1/2 первой заготовки на получение крупного порошка. Этот порошок окисляется остатками примесей кислорода и влаги в атмосфере распыления, очищая последнюю, и выводится из установки, не загрязняя промышленную партию. Если некоторое количество этих гранул останется в установке и попадет в основную массу порошка, то при расसेве, как более крупные, они будут удалены.

- стабилизации достигнутого качества гранул способствовала также разработанная в ВИЛСе технология распыления с использованием системы рециркуляции плазмообразующего газа. Этот процесс (по сравнению с ранее применявшимся распылением в проточной атмосфере с добавлением все новых порций гелия и аргона из баллонов) обеспечивает получение гранул в одном предварительно очищенном объеме газа. Такой процесс, кроме того, значительно (более чем в 10 раз) снижает расход дорогих и дефицитных инертных газов и способствует серьезному снижению стоимости получаемых гранул.

Указанный комплекс мероприятий позволил снизить содержание кислорода в гранулах жаропрочных никелевых сплавов по техническим условиям (и рекомендуемому зарубежными исследователями содержанию кислорода) с 0,010 до 0,007 % масс. Реально же получаемые по этой технологии гранулы содержат кислород в пределах 0,003-0,006 % мас. (в том числе и кислород адсорбированного воздуха в анализируемых пробах), то есть практически содержание кислорода в гранулах приблизилось к концентрации его в распыляемой заготовке [2.1].

2. Снижение содержания адсорбированного через возросшую в тысячи раз суммарную поверхность гранул большого количества воздуха и влаги из окружающей атмосферы. Этому способствует проведение процессов производства гранул полностью в инертной атмосфере, и адсорбированный

воздух полностью удаляется в процессе термической дегазации перед герметизацией гранул в капсулы.

Капсулирование гранул проводят в специально созданной установке термической дегазации в вакууме (не имеющей аналогов в мире). Операция включает: заполнение гранулами, термическую дегазацию гранул в летящем в капсулу потоке; регулирование скорости заполнения капсулы гранулами, виброуплотнение массы гранул в капсуле механическим вибратором, встроенным в установку; электроннолучевую герметизацию капсулы с гранулами [2.6]. Термическая дегазация гранул в летящем в вакууме потоке весьма эффективна, так как способствует десорбции с поверхности гранул молекул воды, водорода, азота, окиси углерода и других соединений. Кинетические зависимости десорбции газов с поверхности гранул от температуры дегазации отражают условия удаления в достаточной степени адсорбированной воды с их поверхности, также достаточно полно удаляются другие соединения (окись углерода, азот и др.). Общее количество образующегося на поверхности гранул водорода невелико. Кроме того, установлено, что термическая дегазация в глубоком вакууме до  $133,3 \times 10^{-4,5}$  Па создает надежные предпосылки для последующего диффузионного сращивания гранул в капсуле при одновременном воздействии высоких температур и давлений в процессе прямого ГИП.

3. Снижение содержания кислорода в гранулах в виде окисных соединений (частицы шлака, керамики, попадающие в порошок из распыляемой заготовки) достигается как предотвращением загрязнений (при выплавке металла, получении и последующей переработке гранул), так и специальными технологическими мероприятиями по очистке полученного дисперсного материала. В числе таких мер, наиболее эффективной по качеству очистки массы гранул от неметаллических включений является сепарация с использованием сил электрического поля. В настоящее время наибольшее применение имеет метод электростатической сепарации гранул [2.1].

Чистота газовой среды, в которой проводят все работы по плазменной плавке и центробежному распылению, классификации порошков-гранул по крупности, сепарации порошков-гранул и др., повышена в 2,5 раза: по содержанию  $O_2$ ,  $H_2$  и  $H_2O$  вместо 10 ppm установлена норма 4 ppm [2.6].

И, наконец, поскольку частицы неметаллических включений в компактных заготовках являются источниками зарождения микротрещин, что обуславливает снижение характеристик долговечности, сопротивления малоциклового усталости и т.д., то проводится уменьшение размера этих включений путем

- *уменьшения размера гранул* в процессе их получения методом распыления,
- за счет отделения крупных фракций гранул при расसेве [2.7].

*Уменьшение размера гранул при их получении достигается в первую очередь за счет увеличения частоты вращения распыляемой заготовки.*

Чистота порошков-гранул по неметаллическим и керамическим включениям повышена более чем в 5 раз: вместо 50 частиц в пробе (1 кг) порошков-гранул допущено только 10 частиц (эта норма записана в стандарте ВИЛСа) [2.6], что существенно меньше, чем в заготовках дисков, штампованных из слитков, выплавленных по разным технологиям. Фактически же в 1 кг гранул число неметаллических включений размером менее 100мкм составляет от 3 до 6 штук (эта норма записана в стандарте ВИЛСа) [2.8].

Также организованы процесс полиградиентной магнитной сепарации массы гранул и контроль количества частиц железа, стали, меди [2.6].

Вместе с тем успешное использование технологии гранульной металлургии требует дополнительного решения ряда проблем, определенным образом влияющих на уровень получаемых эксплуатационных характеристик.

К числу важнейших проблем в области совершенствования технологии ГМ следует отнести:

- улучшение качества продукции, заключающееся в повышении показателей прочности, плотности, пластичности, вязкости разрушения, коррозионной стойкости, усталостных характеристик, снижении чувствительности к концентраторам напряжений получаемых материалов и деталей из них;

- минимизация неравномерности и анизотропии механических характеристик, повышение их стабильности от партии к партии;

- снижение энергоемкости и трудозатрат при производстве заготовок и деталей;

- повышение коэффициента использования сырья и материалов;

- совершенствование методов контроля качества продукции и их автоматизация и др.

Как известно, основными элементами технологической цепи гранульной металлургии являются следующие:

- распыление жидкого сплава (металла) или его диспергирование;

- рассев гранул;

- сепарация и очистка гранул от металлических и неметаллических включений;

- дегазация гранул, засыпка и их герметизация в капсулах;

- компактирование, штамповка и прессование.

Рассмотрим поэтапно каждый из этих элементов с целью выявления и реализации возможности повышения качества изготавливаемого продукта. В данной работе был осуществлен комплексный подход, сочетающий модернизацию имеющегося оборудования и совершенствования технологии, для максимально возможного повышения качества продукции гранульной металлургии.

## **2.1. Получение гранул**

Возрастающие требования к качеству гранул и компактных заготовок делают актуальной проблему совершенствования и модернизации этого оборудования и осуществляемых на нём технологических процессов.

В первую очередь это связано с современной тенденцией уменьшения размеров фракций гранул с (50-140) мкм до размеров, не превышающих 100 мкм. Такие гранулы характеризуются минимальным количеством металлических и неметаллических включений, практическим отсутствием внутренней газовой пористости и адсорбированных на их поверхности газов, что обеспечивает стабильность свойств, высокую надежность деталей за счет совершенства технологии производства и контроля [2.15, 2.16, 2.5]. Установка центробежного распыления УЦР является ключевой в обеспечении высокого качества распыляемых гранул.

### **2.2.1. Модернизация узла плазмотрона**

Для плавления торца распыляемого слитка-электрода в установке центробежного распыления использовался электродуговой плазмотрон постоянного тока ПСМ-100 мощностью 100 КВт с вкладышами из тугоплавких металлов (молибдена и вольфрама). Для увеличения выхода мелкой фракции гранул менее 100 мкм особенно для титановых и интерметаллидных сплавов необходимо подавать на плазмотрон более высокую мощность, чем при стандартном режиме распыления.

За счет повышения температуры плазменного потока (рост температуры плазмы уменьшает вязкость расплавляемого материала) возрастает производительность – быстрее происходит расплавление электрода (заготовки).

Высоковольтные переходные процессы в режиме коммутации (включение и выключение плазмотрона), а также работа на повышенных мощностях вызывают локальную кольцевую эрозию анода,

заканчивающуюся в итоге прогоранием стенки водоохлаждаемого анода (рисунок 2.1).



Рисунок 2.1 - Прогорание стенки водоохлаждаемого анода сопла плазматрона

Ситуация осложняется тем, что через образовавшееся отверстие в камеру распыления выбрасывается вода из системы охлаждения плазматрона (анода). В результате происходит сильное окисление поверхности оставшейся части слитка-электрода и всех гранул, полученных за текущий рабочий цикл, а также – сильное загрязнение стенок камеры продуктами взаимодействия воды с расплавом. Для минимизации вероятности возникновения подобных аварийных ситуаций, повышения надежности работы плазматрона с целью обеспечения стабильности процесса плавления при распылении, а также реализации возможностей изменения скоростей плавления в широких пределах разработана конструкторская документация (сборочный чертеж показан на рисунке 2.2) и изготовлен плазматрон нового типа (рисунок 2.3) мощностью 200 кВт.

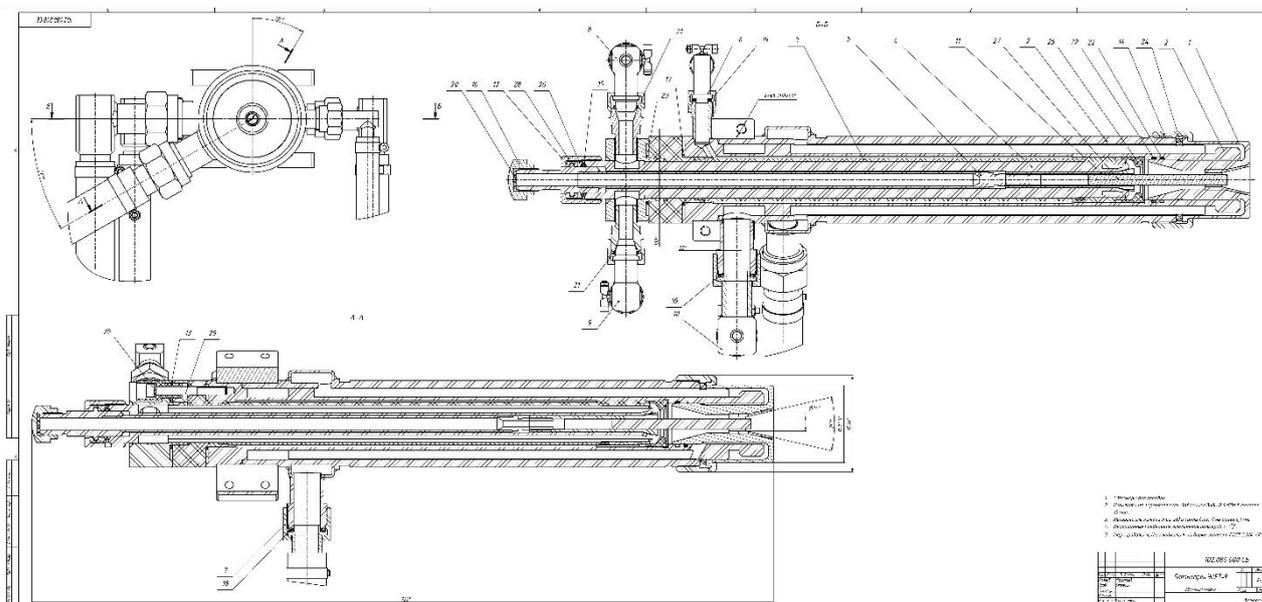


Рисунок 2.2 - Сборочный чертеж плазматрона нового типа



Рисунок 2.3 - Изготовленный плазматрон нового типа

Мощность плазматрона нового типа можно изменять в более широких пределах (200 кВт вместо имевшихся 100 кВт), что позволяет устанавливать оптимальную скорость плавления и при этом существенно повысить стабильность и надежность работы плазматрона при одновременном улучшении качества расплавленных гранул.

### 2.3. Проведение опытных процессов центробежного распыления с целью определения вольт-амперных характеристик плазматрона с последующим выбором оптимальных режимов распыления сложнелегированных сплавов на основе никеля и титана и их опробованием для опытно-промышленного применения

Мощность плазматрона влияет на фракционный состав получаемых гранул. При возрастании мощности плазменной струи увеличивается перегрев расплавленного металла, что повышает его жидкотекучесть и уменьшает поверхностное натяжение, способствуя, таким образом, отрыву капель расплава на более ранней стадии. В результате в процессе распыления получаются гранулы более мелкого фракционного состава.

Мощность плазматрона определяется величиной действующего напряжения и силы тока. Для определения вольт-амперных характеристик плазматрона (величины действующего напряжения и силы тока) провели опытные процессы центробежного распыления сложнелегированных сплавов на основе никеля и титана. Зависимости, связывающие мощность и напряжение с силой тока, представлены на рисунке 2.4.

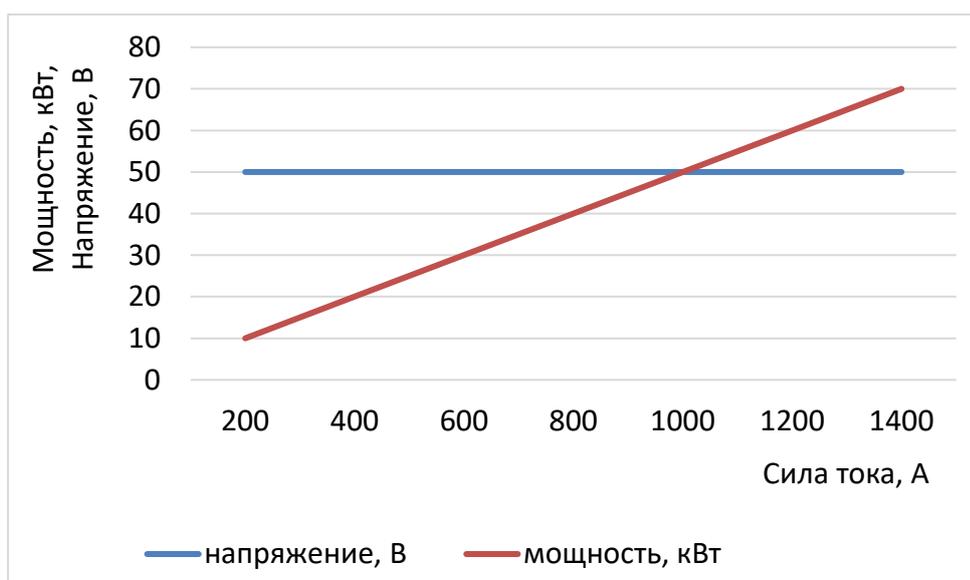


Рисунок 2.4 - Зависимости, связывающие мощность и напряжение с силой тока

Из рисунка 2.4 видно, что при изменении сила тока от 200 до 1400 А напряжение сохраняет постоянное значение равное 50 В, поэтому мощность плазматрона линейно зависит от величины силы тока. Данная зависимость является оптимальной, так как позволяет точно регулировать и поддерживать величину мощности при опытно-промышленном производстве гранул. В ходе проведения опытных процессов центробежного распыления с целью определения вольт-амперных характеристик плазматрона получили партии гранул сложнелегированных сплавов на основе никеля (сплавы ЭП741НП и АЖК) и титана (сплав ВТ6) при различных значениях мощности плазматрона. Фракционный состав гранул из сплавов ЭП741НП, АЖК и ВТ6, полученных при различных значениях мощности, определен методом отсева на ситах с размером ячеек (40, 100, 125, 160, 200 и 250) мкм (сухой ситовый анализ по ГОСТ 18318-94). Данную операцию выполнили, используя ситовый анализатор А-30 (рисунок 2.5), предназначенный для сухого отсева в периодическом режиме на фракции. Полученные результаты представлены на рисунках 2.6-2.8 соответственно.



Рисунок 2.5 - Ситовый анализатор А-30 для сухого отсева на фракции в периодическом режиме

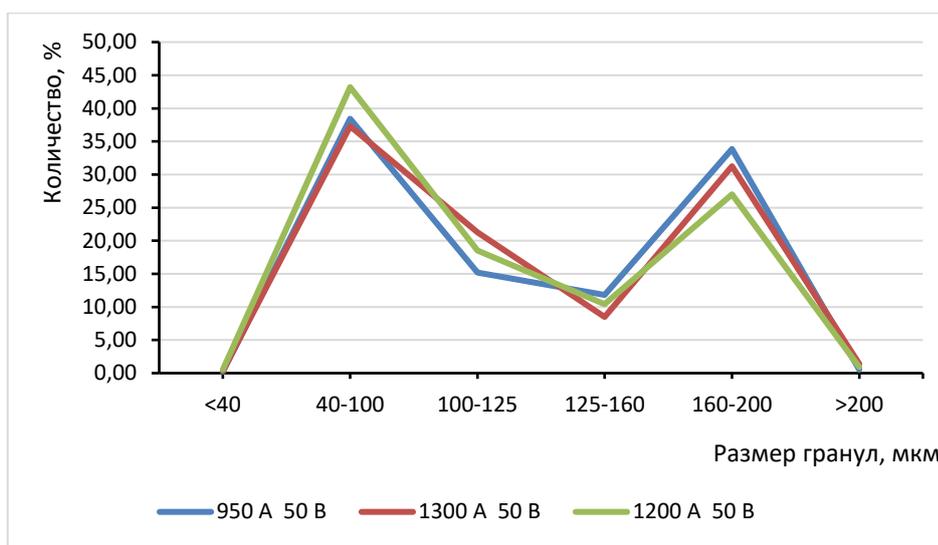


Рисунок 2.6 - Зависимость фракционного состава гранулиз жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП от мощности плазмотрона

Анализ зависимостей на рисунке 2.6 позволяет сделать вывод о том, что оптимальным режимом распыления слитков-электродов из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП, позволяющим получить максимальное количество требуемой фракции менее 100 мкм, является следующий режим: сила тока – 1200 А, напряжение – 50В. Данный режим включен в состав технологического процесса «№ 932.02101.12300 Технологический процесс получения мелких гранул из жаропрочных никелевых сплавов на установке центробежного распыления с повышенными скоростями вращения электродов» для опытно-промышленного применения.

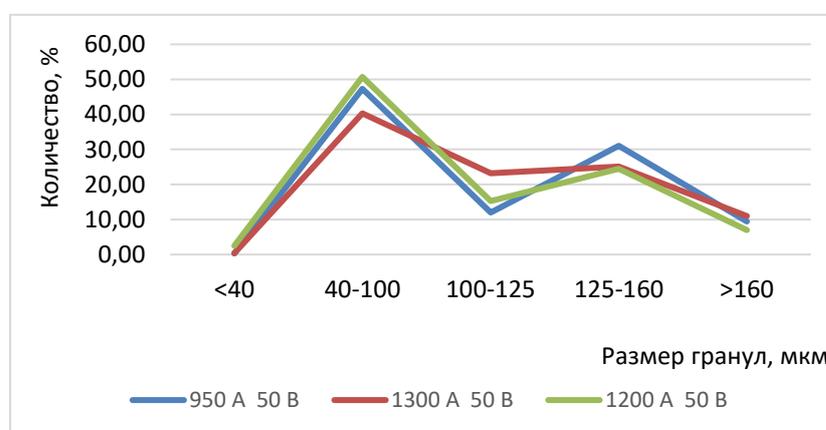


Рисунок 2.7 - Зависимость фракционного состава гранул из жаропрочного никелевого сплава АЖК от мощности плазмотрона

Анализ зависимостей на рисунке 2.7 позволяет сделать вывод о том, что оптимальным режимом распыления слитков-электродов из жаропрочного никелевого сплава АЖК, позволяющим получить максимальное количество требуемой фракции менее 100 мкм, является следующий режим: сила тока – 1200А, напряжение – 50В. Данный режим включен в состав технологического процесса «№ 932.02101.12300 Технологический процесс получения мелких гранул из жаропрочных никелевых сплавов на установке центробежного распыления с повышенными скоростями вращения электродов» для опытно-промышленного применения.

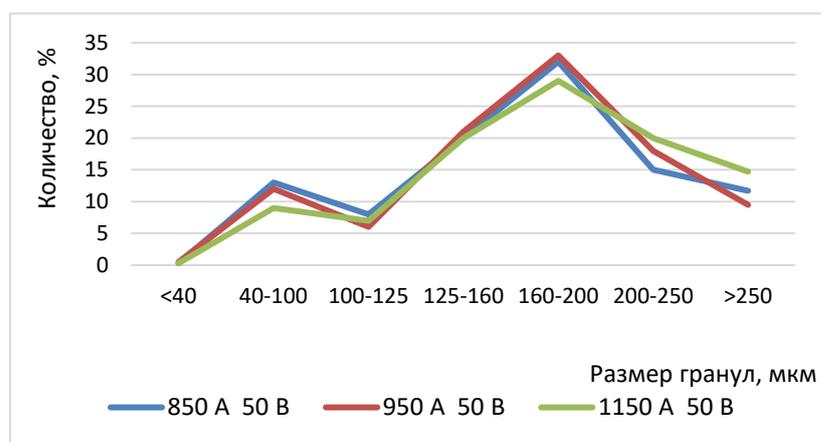


Рисунок 2.8 - Зависимость фракционного состава гранул из титанового сплава ВТ6 от мощности плазмотрона

Анализ зависимостей на рисунке 2.8 позволяет сделать вывод о том, что оптимальным режимом распыления слитков-электродов из титанового сплава ВТ6, позволяющим получить максимальное количество требуемой фракции менее 100 мкм, является следующий режим: сила тока – 1150 А, напряжение – 50 В. Данный режим включен в состав технологического процесса № 932.02101.12200 Технологический процесс получения мелких гранул из титановых сплавов на установке центробежного распыления с повышенными скоростями вращения электродов» для опытно-промышленного применения.

**2.4. Разработка конструкторской документации, изготовление оснастки для очистки и охлаждения газовой смеси, водоохлаждаемого экрана для увеличения скорости кристаллизации гранул, современной камеры распыления и вакуумной системы; модернизация узла подачи электродов и системы циркуляции газовой смеси в зоне распыления**

Для проведения модернизации УЦР разработана следующая конструкторская документация (КД) и изготовлена оснастка:

- 63447.03.01.500 СБ УЦРТ-9 «Оснастка для очистки газовой смеси» (рисунок 2.9);
- 63447.03.01.600 СБ УЦРТ-9 «Оснастка для охлаждения газовой смеси» (рисунок 2.10);
- 102.081.000 СБ «Водоохлаждаемый экран» (рисунок 2.11);
- 63447.14.01.000 СБ УЦРТ-9 «Камера распыления» (рисунок 2.12);
- 63447.02.00.000 СБ УЦРТ-9 «Вакуумная система» (рисунок 2.13);
- 63447.21.04.000 СБУЦРТ-9 «Узел подачи электродов» (рисунок 2.15);
- 63447.00.00.000 ВЗУЦРТ-9 «Система циркуляции газовой смеси в зоне распыления» (рисунок 2.16)

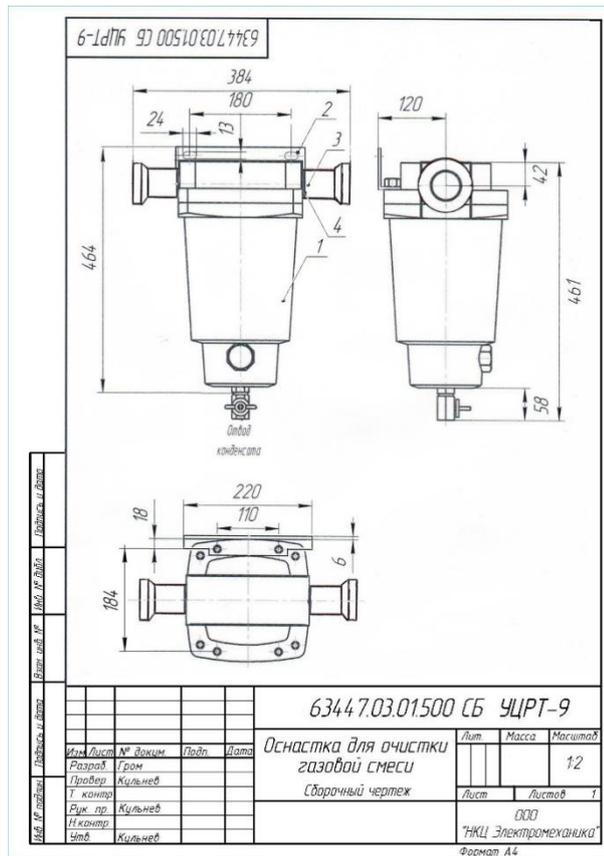


Рисунок 2.9 - Оснастка для очистки газовой смеси 63447.03.01.500 CB

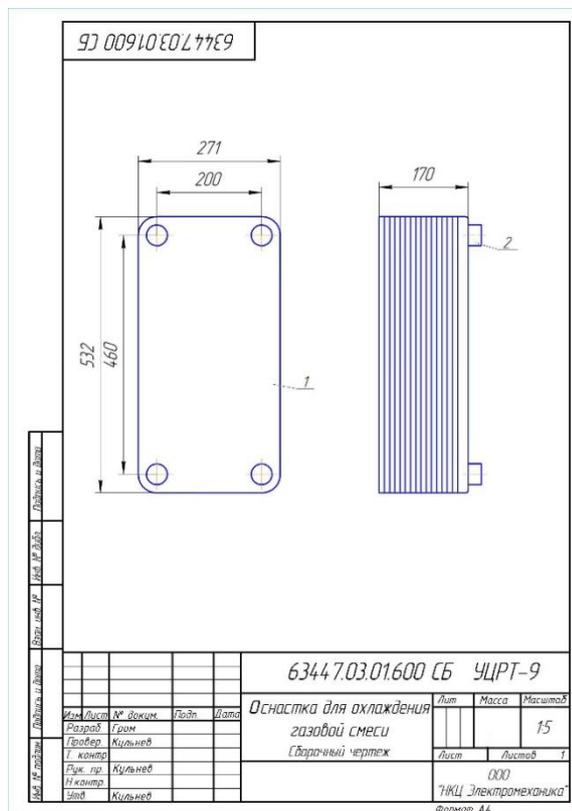


Рисунок 2.10 - Оснастка для охлаждения газовой смеси 63447.03.01.600 CB

Разработка оснастки для охлаждения газовой смеси выполнена с учетом тепловых расчетов по результатам, которых определена необходимая мощность теплообмена оснастки охлаждения газовой смеси. Расчеты представлены ниже:

Мощность плазмотрона  $N = 150$  кВт

Тепловая мощность  $Q_{\text{п}} = 150 \times 860$  ккал/час = 129000 ккал/час = 2150 ккал/мин

Объем плавильной камеры равен  $5,5$  м<sup>3</sup>

Объем камеры загрузки равен  $2,25$  м<sup>3</sup>

Объем камеры приводов равен  $0,5$  м<sup>3</sup>

Общий объём камер установки равен  $8,25$  м<sup>3</sup>

Плотность аргона  $1,783$  кг/ м<sup>3</sup> при  $0$  °С и  $760$  мм рт. ст.

Плотность гелия  $0,1785$  кг/ м<sup>3</sup> при  $0$  °С и  $760$  мм рт. ст.

В процентном соотношении закачка аргона и гелия производится  $50$  % на  $50$  %

Плотность газовой смеси:  $\rho_{\text{см}} = (1,783 + 0,1785) / 2 = 0,98$  кг/ м<sup>3</sup>

Плотность закачиваемой газовой смеси при  $p = 1,2$  атм и  $T = 20^{\circ}$ :

$$\rho = \rho_{\text{см}} \times T_0/T \times P/P_0 = 0,98 \times 273,15/293,15 \times 1,2/1,0 = 1,1 \text{ кг/ м}^3 \quad (1)$$

Нагрев газовой смеси без охлаждения:

$$\Delta t = Q / C(t) \times m, \quad (2),$$

где  $Q$  – количество тепла от плазмотрона в мин  $Q = 2150$  ккал/мин;  $C(t)$  – удельная теплоёмкость аргона  $C(p) = 0,1245$  ккал/кг·град;  $m$  – масса газа  $m = V \times \rho = 8,25 \times 1,1 = 9,1$  кг;  $C(t)$  – удельная теплоёмкость гелия  $C(p) = 1,24$  ;  $C(t)_{\text{смеси}} = (1,24 + 0,1245) / 2 = 1,36/2 = 0,68$

$$\Delta t = 2150 / 0,68 \times 9,1 = 347 \text{ }^{\circ}\text{C} \quad (3)$$

Общая площадь охлаждаемых стенок камер  $\rho = 20$  м<sup>2</sup>

При конвективной теплоотдаче плотность теплового потока на стенке  $g_c$  определяется по закону Ньютона:

$$g_c = \alpha_k (t_r - t_c), \quad (4)$$

где  $\alpha_k = 23$  ккал/м<sup>2</sup>·час·град;  $t_r = 347$  °С;  $t_c = 15$  °С

$$g_c = 23 (347^\circ - 15^\circ) = 7721 \text{ ккал/м}^2 \cdot \text{час} \cdot \text{град} = 7721 \text{ Вт/м}^2$$

Количество тепла проходящее за время 1 час через площадь  $S = 20$  м<sup>2</sup>:

$$Q = 7721 \times 20 = 154419 \text{ Вт} = 132800 \text{ ккал/час}$$

Тепловая мощность газовой смеси аргона + гелия равна:

$$Q = 132800 - 129000 = 3800 \text{ ккал/час} = 4,4 \text{ кВт/час}$$

Производительность воздуходувки:

$$Q_p = 387 \text{ м}^3/\text{час}; m = 387 \times 1,1 = 425,7 \text{ кг/час}$$

Тепловой поток воздуходувки после системы охлаждения смеси газа в охлаждающем компрессоре и теплообменнике:

$$Q_{\text{т.м.}} = 425,7 \times 0,68 \times (-15^\circ) = 4342 \text{ ккал/час} = 5,05 \text{ кВт/час}$$

Теплообмен в оснастке охлаждения и воздуходувка по суммарной мощности охлаждения газовой смеси должны обеспечить тепловой баланс системы:

$$Q_{\text{о.о.}} + Q_{\text{т.м.}} > \quad (5)$$

Отсюда отбираемый тепловой поток в оснастке охлаждения:

$$Q_{\text{о.о.}} > Q_{\text{п}} - Q_{\text{т.м.}}$$

$$Q_{\text{о.о.}} > 129000 - 4342 = 124658 \text{ ккал/час} = 150 \text{ кВт}$$

*Таким образом, в конструкции оснастки охлаждения газовой смеси необходимо обеспечить теплообмен мощностью не менее 150 кВт.*

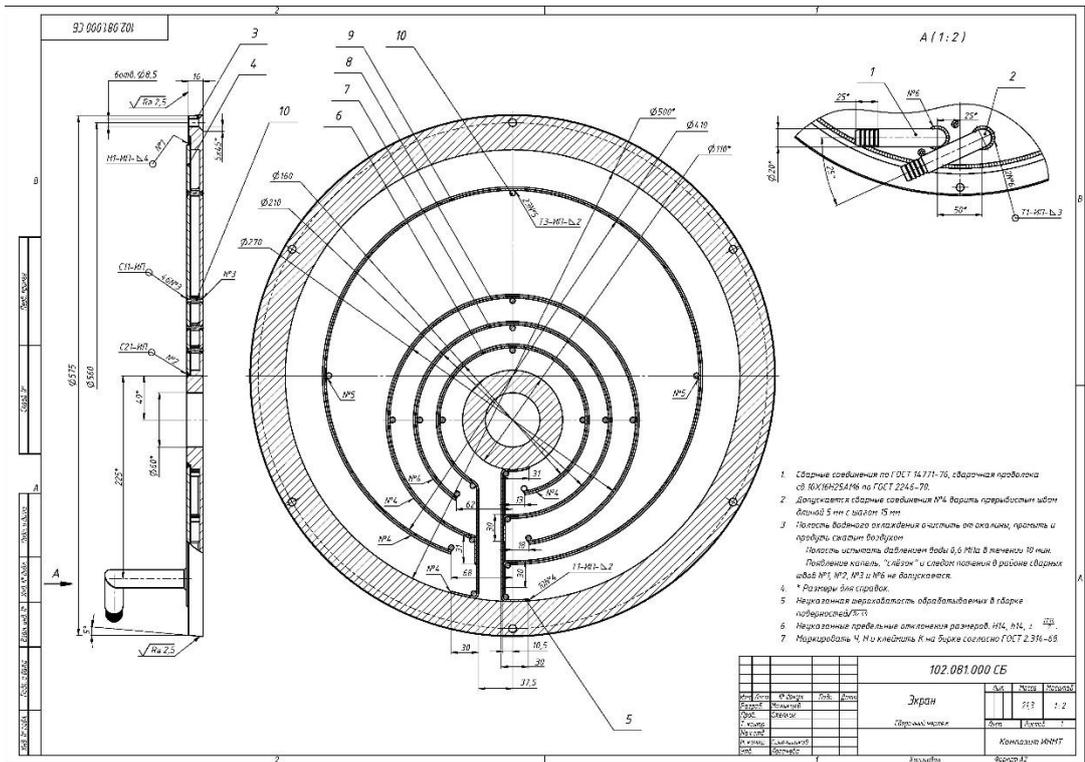


Рисунок 2.11 - Водоохлаждаемый экран 102.081.000 СБ

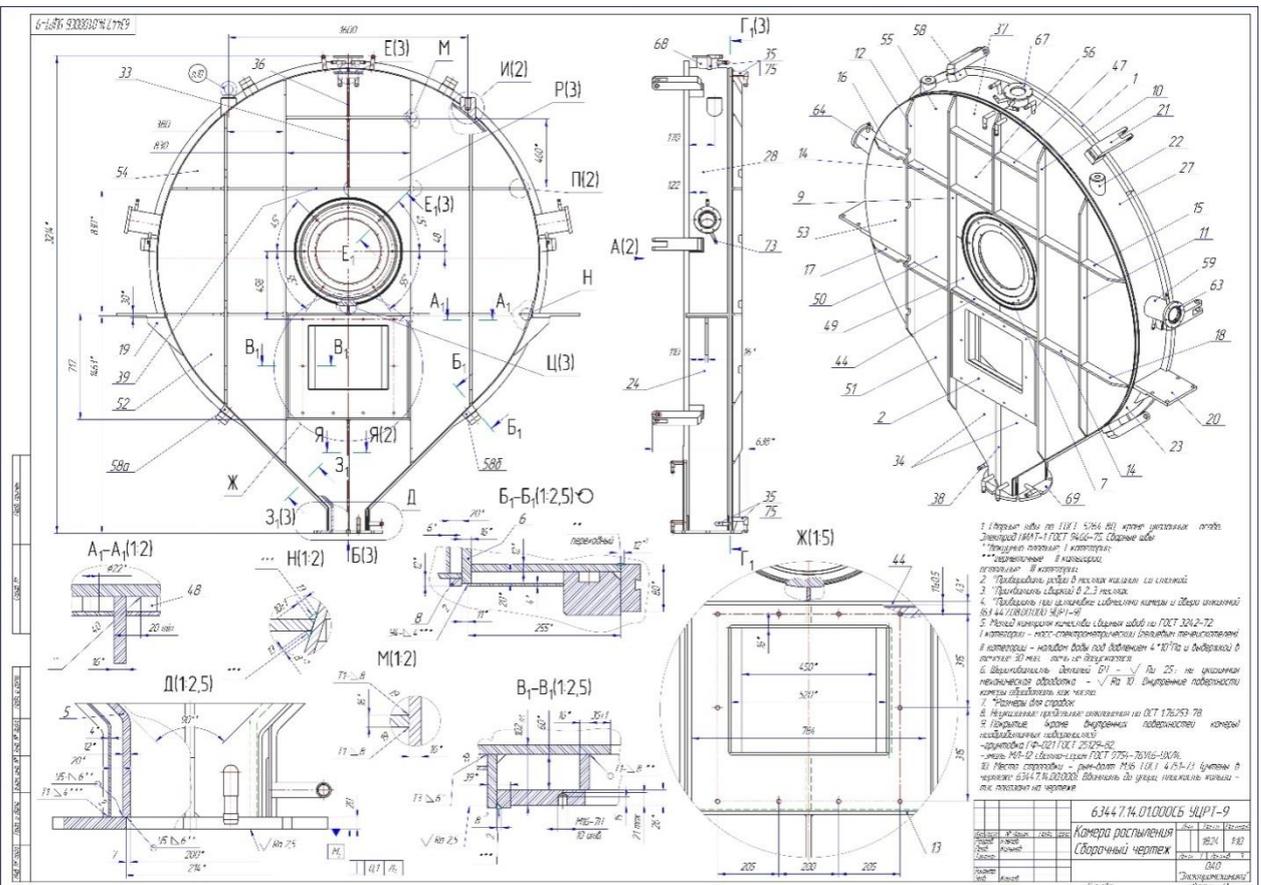


Рисунок 2.12 - Камера распыления 63447.14.01.000 СБ

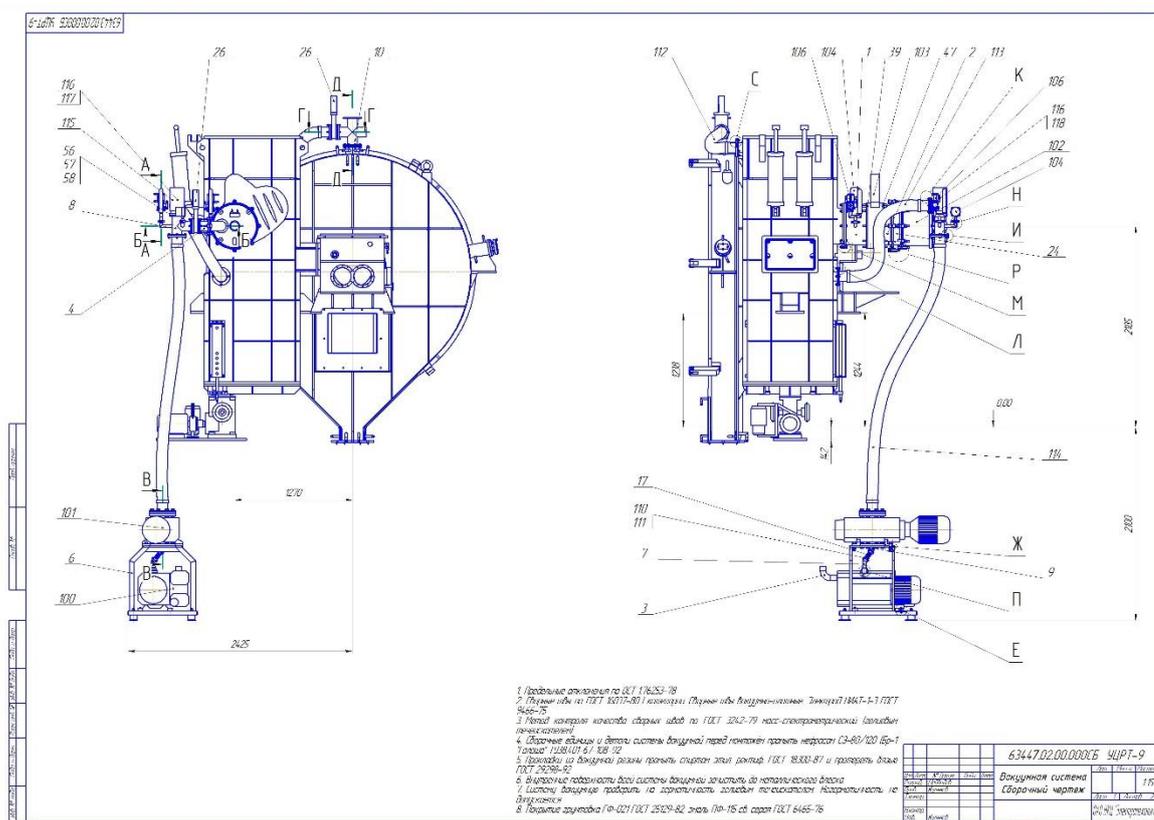


Рисунок 2.13 - Вакуумная система 63447.02.00.000 СБ

Система вакуумная обеспечивает:

- откачку воздуха из рабочей камеры и поддержание вакуума в камере не ниже  $1,33 \times 10^{-2}$  Па ( $1 \times 10^{-4}$  ммрт.ст);

- время достижения рабочего вакуума при повторной откачке.

Напуск воздуха в рабочую камеру осуществляется через пылевлагоуловительный фильтр, расположенный на присоединительном фланце вакуумной системы к камере.

В состав вакуумной системы входит вакуумная камера, вакуумные трубопроводы и насосная система для создания рабочего вакуума ( $5 \times 10^{-5}$  ммрт.ст.) с использованием высоковакуумного насоса «ЕВТ-3500».

Вакуумная система установки обеспечивает два режима откачки: низковакуумный и высоковакуумный.

Низковакуумный режим откачки воздуха из рабочей камеры обеспечивается механическим золотниковым насосом НВЗ-160Т и двухроторным насосом RVB-22.30.

Высоковакуумный режим откачки обеспечивается насос «ЕВТ-3500Е», для подготовки к работе (разогрева) высоковакуумного насоса «ЕВТ-3500» применяется пластинчато-роторный насос 2НВР-5ДМ.

Вакуумная система должна выполнять следующие технологические операции:

- получение в рабочей камере низкого вакуума;
- подготовка насоса «ЕВТ-3500» к работе;
- отключение низковакуумной линии;
- включение насоса «ЕВТ-3500» на камеру и получение высокого вакуума;
- последовательное отключение высоковакуумной линии по окончанию процесса синтеза;
- напуск атмосферного давления в рабочую камеру.

Управление системой откачки и контроль состояния осуществляется в автоматическом режиме программируемым контроллером. Параметры откачки заданы в программе обработки, либо задаются оператором. Контролируемые параметры выводятся на монитор.

### **Расчет вакуумной системы**

#### **1. Последовательность расчета вакуумной системы установки УЦРТ-9**

Для расчета вакуумной системы и оценки ее общего состояния необходимо располагать следующими исходными данными:

- 1.1. Требуемой величиной разряжения.
- 1.2. Условиями, предъявляемыми к составу остаточной газовой среды.
- 1.3. Величиной суммарного газового потока  $Q_{\Sigma}$  при синтезе.

1.4. Величиной быстроты откачки газов  $S_n$ , поступающих в вакуумную систему.

1.5. Временем достижения заданного разряжения.

По пунктам 1.1 и 1.2 выбирается тип вакуумного насоса или агрегата и составляется вакуумная схема. На основании требований 1.3 и 1.4 по известным формулам вакуумной техники проводится расчет вакуумной системы и определяется требуемая производительность насоса выбранного типа. На основании требования 1.5 оценивается общее состояние вакуумной системы.

## 2. Состав и алгоритмы работы вакуумной системы установки «УЦР».

Вакуумная система установки УЦРТ-9 (рисунок 2.14) состоит из унифицированных автономных линий: низковакуумной (линия №1) и высоковакуумной (линия № 2).

Производительность станций определяется объёмом рабочей камеры и объёмом газовых выделений при спекании.

Вакуумная система последовательно выполняет следующие технологические операции:

- получение низкого вакуума в камере (работа линии №1);
- подготовка высоковакуумной линии №2 к работе;
- отключение низковакуумной линии №1;
- включение высоковакуумной линии №2 для откачки на камеру;
- проверка натекания;
- отключение высоковакуумной линии №2 по окончанию процесса синтеза изделия;
- напуск атмосферного давления в рабочую камеру.

В состав линии № 1, предназначенной для получения низкого вакуума, входят насос «RVB-22.30», механический насос «НВЗ-160Т», пневматические клапаны, датчики для измерения вакуума.

В состав линии № 2, предназначенной для получения высокого вакуума, входят высоковакуумный насос «ЕВТ-3500», механический насос «5НВР-5ДМ», пневматические клапаны, датчики для измерения вакуума.

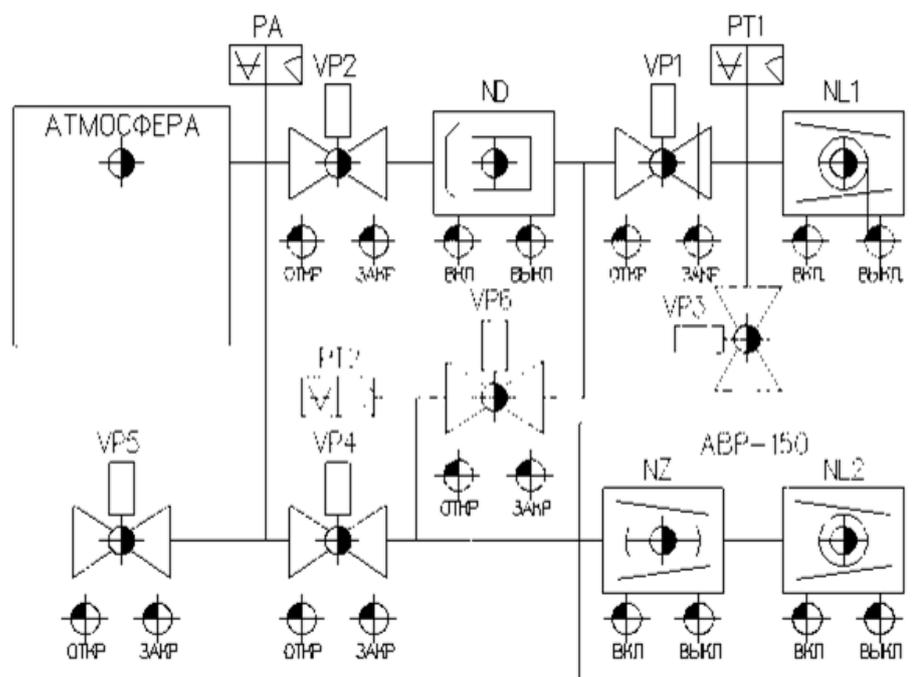


Рисунок 2.14 - Схема вакуумной системы установки УЦРТ-9:

- VP1 - клапан откачки вакуума из-под насоса «ЕВТ-3500»; - VP2 - клапан основной линии высоковакуумной откачки; - VP3 - клапан напуска атмосферы в механический насос; - VP4 - клапан основной линии низковакуумной откачки; - VP5 - клапан напуска атмосферы в рабочую камеру; - VP6 - клапан откачки из-под высоковакуумного насоса в рабочем режиме; - PA1 – датчик низковакуумный (ПМТ-2) для диагностирования работы механического насоса NL1; - PA3 – датчик высоковакуумный для контроля давления в рабочей камере; - PA4 - датчик низковакуумный (ПМТ-2) для диагностирования работы роторного насоса «RVB-22.30»;

- NL1 – механический насос «5НВР-5ДМ»; - NL2 – механический насос «НВЗ-160Т»; - NZ – насос «RVB-22.30»; - ND – высоковакуумный насос «ЕВТ-3500».

Вакуумная система обеспечивает:

- разрежение камеры до  $1 \cdot 10^{-2}$  ммрт.ст. в течение не более 15 минут;

- предельный вакуум  $5 \cdot 10^{-5}$  ммрт.ст. в течение не более 10 минут при подготовленной работе высоковакуумной линии.

Вакуумная система выполняет следующие технологические операции:

- откачка форвакуума;
- подготовка высоковакуумного агрегата к работе;
- отключение форвакуумной линии;
- включение высоковакуумного агрегата на камеру и откачка высокого вакуума;

- последовательное отключение высоковакуумной линии по окончанию процесса синтеза изделия;

- напуск атмосферного давления в вакуумную камеру.

*Алгоритмы макроопераций получения вакуума установки УЦРТ-9:*

Рабочий цикл установки УЦРТ-9 представляет собой последовательную отработку следующих этапов:

- получение вакуума;
- проверка натекания;
- спекания.

Этап «Получение вакуума» состоит из последовательности операций, каждая из которых может выполняться по отдельности:

- 1) Подготовка к работе высоковакуумного насоса «ЕВТ-3500».
- 2) Форвакуумная откачка.
- 3) Получение рабочего вакуума.

*Алгоритм макрооперации «Подготовка высоковакуумного насоса «ЕВТ-3500»»:*

- включить насос NL1;

- если показание датчика давления РА1 более 0.1 ммрт.ст., следует ожидать данного значения в течение 2 минут, после чего выдать сообщение об ошибке и прекратить цикл;

- открыть VP1 (показание датчика давления РА2 должно быть менее 70 мм.рт.ст., иначе ошибка и конец цикла);

- если показание датчика давления РА2 более 0.1 ммрт.ст., следует ожидать данного значения 5 минут, после чего выдать сообщение об ошибке и прекратить цикл;

- включить насосвысоковакуумный насос «ЕВТ-3500».

*Алгоритм макрооперации «Форвакуумная откачка»:*

- закрыть клапан VP2;

- включить насос NL1;

- открыть клапан VP1;

- закрыть клапан VP3;

- включить насос NL2

- если показание датчика давления РА3 лучше, чем  $3 \cdot 10^{-4}$  мм рт.ст., операцию не проводить, в случае, когда макрооперация выполняется в цикле, перейти на откачку рабочего вакуума;

- если VP5 не закрыт, закрыть его;

- включить насос NL2;

- если показание давления в точке РА4 более  $5 \cdot 10^{-2}$  ммрт.ст., ждать этого уровня 2 минуты, после чего выдать сообщение об ошибке и прекратить цикл;

- если дверь открыта, выдать сообщение об ошибке и прекратить цикл;

- если показание датчика давления РА3 лучше, чем 50 мм рт.ст., включить NZ, потом открыть VP4, иначе – открыть VP4 и ждать этого уровня в течение 30 минут, после чего выдать сообщение об ошибке и прекратить цикл;

- в течение не более 30 минут показание датчика давления РА3 должно стать не хуже  $4 \cdot 10^{-3}$  ммрт.ст., а показание датчика давления РА2

менее  $5 \cdot 10^{-5}$  мм. рт.ст, иначе выдать сообщение об ошибке и прекратить цикл.

*Алгоритм макрооперации «Получение рабочего вакуума»:*

- ожидание готовности насоса «ЕВТ-3500» к работе;
- закрыть VP1;
- выключить насос NL1;
- открыть VP3;
- закрыть VP4;
- открыть VP6.

*Алгоритм макрооперации «Проверка натекания»:*

- если показание датчика давления РА3 хуже  $5 \cdot 10^{-4}$  мм рт.ст., операцию не проводить;
- закрыть VP4;
- закрыть VP2;
- зафиксировать показание датчика давления РА3 и начать отсчет 1 минуты;
- по истечении 1 минуты снова получить показание РА3 и рассчитать величину натекания;
- если показание давления в точке РА3 менее  $5 \cdot 10^{-3}$  мм рт.ст., открыть VP2, иначе – включить макрооперацию «Откачка»;
- сравнить рассчитанную величину натекания с заданной, и при превышении уровня допустимого натекания выдать сообщение об ошибке.

Давление в рабочей камере определяется равновесием между удаляемым с помощью вакуумного насоса потоком газа и потоком, поступающим в камеру при спекании. Газовый поток, поступающий в камеру, определяется по следующей формуле:

$$Q'_{\Sigma} = Q'_{\text{изд.}} + Q'_{\text{газ}} + Q'_{\text{газм}} + Q'_{\text{нат}} \quad (6)$$

$$Q'_{\Sigma} = Q'_{\text{изд.}} + Q'_{\text{газ}} + Q'_{\text{газм}} + Q'_{\text{нат}} \cdot \frac{\text{Па} \cdot \text{м}^3}{\text{с}} \quad (7)$$

где:  $Q'_{\text{изд}}$  – количество газов из изделия;  $Q'_{\text{газ}}$  – поток газов, выделяющихся со стенок вакуумной камеры;  $Q'_{\text{газ м}}$  – поток газов, выделяющихся со стенок манипулятора изделия;  $Q'_{\text{нат}}$  – поток газов натекающих в камеру из атмосферы.

$Q'_{\text{изд}}$ ,  $Q'_{\text{газ}}$ ,  $Q'_{\text{газ м}}$  определяются как результат выделения газов, содержащихся в материале изделий и сорбированных на поверхностях, обращенных в рабочую камеру установки.

Поток газов  $Q'_{\text{изд}}$  можно оценить по формуле:

$$Q'_{\text{изд}} = \frac{G \cdot q_{\text{изд}}}{t} \cdot \xi \quad (8)$$

где:  $G$  – масса нагретого материала изделия, кг

$q_{\text{изд}}$  – удельное газовое выделение из материала обрабатываемых изделий,  $\text{м}^3 \text{ Па/кг}$  (для титана -  $q_{\text{изд}} = 0,4 \text{ м}^3 \text{ Па/кг}$ ).

$t$  – длительность процесса синтеза, с;

$\xi$  – коэффициент, учитывающий неравномерность процесса газового выделения, обычно  $\xi = 1,5 \div 3$

Например, проводим расчёт для процесса спекания длительностью 1 с и значением коэффициента  $\xi$  равным 2, масса нагретого материала – 0,01 кг.

Таким образом, количество газов из свариваемого изделия составляет:

$$Q'_{\text{изд}} = \frac{0,01 \cdot 0,4}{1} \cdot 2 = 0,008 \frac{\text{Па} \cdot \text{м}^3}{\text{с}}$$

Поток газов  $Q'_{\text{газ}}$ , выделяющихся со стенок рабочей камеры, обращённых в вакуумную полость, определяется по формуле:

$$Q'_{\text{газ}} = q_{\text{газ}} \cdot F \quad (9)$$

где:

$q_{\text{газ}}$  – удельное газовое выделение с единицы площади поверхности стенок вакуумной камеры ( $\text{Па м}^3/\text{м}^2 \text{ с}$ );

$F$  – поверхность, обращенная в вакуумную полость,  $\text{м}^2$ .

Принимаем площадь поверхности рабочей камеры «УЦР» равным 11 м<sup>2</sup>. Рабочая камера изготовлена из нержавеющей стали.

Для нержавеющей стали  $q_{газ} = 1,7 \cdot 10^{-4} \frac{м^3 Па}{м^2 \cdot с}$ . Подставляем полученные данные в формулу (5) и получаем:

$$Q'_{газ} = q_{газ} \cdot F = 1,7 \cdot 10^{-4} \cdot 11 = 1,87 \cdot 10^{-3} \frac{м^3 Па}{с} \quad (10)$$

Поток газов  $Q'_{газ м}$ , выделяющихся со стенок манипулятора изделия, обращённых в вакуумную полость, определяется по формуле:

$$Q'_{газ м} = q_{газ м} \cdot F_m \quad (11),$$

где:

$q_{газ}$  – удельное газовое выделение с единицы площади поверхности манипулятора (Па м<sup>3</sup>/м<sup>2</sup>с);

$F_m$  – поверхность манипуляторов, обращенная в вакуумную полость, м<sup>2</sup>.

При расчете потока  $Q'_{газ м}$  принимаем, что манипулятор изготовлен из нержавеющей стали,  $q_{газ} = 1,7 \cdot 10^{-4} \frac{м^3 Па}{м^2 \cdot с}$ ;  $F_m$  равным 3 м<sup>2</sup>.

$$Q'_{газ м} = q_{газ м} \cdot F_m = 1,7 \cdot 10^{-4} \cdot 3 = 5,1 \cdot 10^{-4} \frac{м^3 Па}{с} \quad (12),$$

Поток газов  $Q'_{нат}$ , натекающих в рабочую камеру, обычно рассчитывается по произведению чувствительности течеискателя на число мест, которые могут быть источниками натекания. Полагая число возможных мест натеканий равным 20 и считая, что проверка осуществляется масс-спектрометрическим течеискателем с чувствительностью  $7 \cdot 10^{-13}$  м<sup>3</sup> Па/с, получаем:

$$Q'_{нат} = 7 \cdot 10^{-13} \cdot 20 = 1,4 \cdot 10^{-11} \frac{м^3 Па}{с} \quad (11)$$

Таким образом, суммарный газовый поток составляет:

$$Q'_{\Sigma} = Q'_{изд.} + Q'_{газ} + Q'_{газ м} + Q'_{нат} = \\ 0,008 + 0,00187 + 5,1 \cdot 10^{-4} + 1,4 \cdot 10^{-11} = 0,0099 \frac{м^3 Па}{с} \quad (12)$$

Определяем необходимую быстроту откачки газов  $S_n$ , поступающих в вакуумную систему, по формуле:

$$S_n = \frac{Q_\Sigma}{P} = \frac{0,0099}{1 \cdot 10^{-2}} = 0,099 \cdot 10^1 \frac{M^3}{c} \quad (13)$$

где:

$P$  – заданное давление в камере,  $10^{-2}$  Па

По быстроте откачки выбираем высоковакуумные насосы.

$$S'_n = \frac{S_o}{K} = \frac{0,99}{0,6} 1000 = 1650 \frac{л}{c} \quad (14)$$

где:

$K$  – для высоковакуумных насосов составляет  $0,5 \div 0,6$ .

Таким образом, исходя из необходимой быстроты откачки, выбираем один высоковакуумный насос «ЕВТ-3500» с быстротой откачки 3500 л/с.

Последовательно с высоковакуумным и роторным насосами должны быть последовательно подключены вспомогательные насосы. Вспомогательный насос должен не только удалять в единицу времени определённое количество газов, поступающих из основного насоса, но и поддерживать необходимое выпускное давление на его выходе.

Выбор параметров вспомогательного насоса основан на том, что поток откачиваемых газов  $Q$  должен быть одинаковым в рассматриваемый момент времени в любом сечении вакуумной системы, а также для основного и вспомогательного насоса, соединенных последовательно:

$$Q = S_1 \cdot P_1 = S_2 \cdot P_2 \quad (15)$$

где:

-  $S_1$  – быстродействие основного насоса при давлении  $P_1$  на входе в основной насос;

-  $S_2$  – быстродействие форвакуумного насоса при давлении  $P_2$  на входе в форвакуумный насос.

После того как выбран тип насоса предварительного разряжения, его быстродействие определяется исходя из максимального потока газов  $Q$ , которое предполагается удалить одним высоковакуумным насосом:

$$S_2 = \frac{Q}{P_2} \quad (16)$$

где  $P_2$  – наибольшее допустимое давление на входе в механический насос, принимаем  $P_2 = 1,33$  Па.

Для высоковакуумной линии с насосом «EVT-3500» быстродействие откачки газов при заданном давлении составит:

$$S_2 = Q / P_2 = 0,0099 / 1,33 = 0,0076 \text{ м}^3/\text{с} = 7,6 \text{ л/с} \quad (17)$$

Итак, в качестве предварительного насоса разрежения для высоковакуумного насоса «EVT-3500» выбираем механический насос «5НВР-5ДМ».

Для роторного насоса «RVB-22.30» из уравнения 13:

$$S_{1днв} \cdot P_{1днв} = S_{2авз} \cdot P_{2авз} \quad (18)$$

где

- $S_{1днв}$  – быстродействие роторного насоса «RVB-22.30»;
- $P_{1днв}$  – давление на входе в роторный насос;
- $S_{2авз}$  – искомое значение быстродействия механического насоса;
- $P_{2авз}$  – давление на входе в механический насос.

В результате получаем:

$$S_{2авз} = \frac{S_{1днв} \cdot P_{1днв}}{P_{2авз}} \quad (19)$$

Подставляем численные значения параметров:

$$S_{2авз} = 3970,67 / 6,7 = 39,7 \text{ л/с} \quad (20)$$

Таким образом, в качестве предварительного насоса разрежения для роторного насоса «RVB-22.30» выбираем механический насос «НВЗ-160Т» производительностью 160 л/с.

При откачке реальных вакуумных систем условие течения газа, когда давление  $P$  и поток  $Q$  неизменны во времени, а режим течения газа одинаков по всей длине трубопровода, не соблюдаются. Для определения соответствия значения натекания в рабочей камере допустимому значению проводят операцию «Проверка натекания».

*Алгоритм макрооперации «Проверка натекания»:*

- если показание давления в рабочей камере менее  $5 \cdot 10^{-4}$  ммрт.ст., операцию не проводить;
- закрыть клапаны VP2;
- зафиксировать показание давления в рабочей камере  $P_1$  и начать отсчет 60 секунд;
- по истечении 60 секунд снова получить показание датчика давления  $P_2$  и рассчитать величину натекания по формуле:

$$N = \frac{V \cdot (P_2 - P_1)}{t} \text{ (л.мкмрт.ст./с)} \quad (21)$$

где  $V$  – объем камеры в литрах;

$t$  – время падения вакуума от значения  $P_1$  до  $P_2$  (с);

$P_1$  – значение вакуума (мкм рт.ст.) в начале отсчета;

$P_2$  – значение вакуума (мкм рт.ст.) в конце отсчета.

Далее необходимо сравнить рассчитанную величину натекания с заданной ( $N_{\text{зад}} = 20$  л мкм рт. ст./с). При превышении уровня допустимого натекания выдать сообщение об ошибке.

Расчет длительности откачки до определенного остаточного давления позволяет оценить общее состояние вакуумной системы путем сопоставления расчетной и фактической (экспериментальной) длительности откачки. Кроме того этот расчет может быть использован для выбора

элементов вакуумной системы (насосов, сечения трубопроводов и т.д.), обеспечивающих требования технологического процесса по производительности.

В общем случае расчет времени откачки осуществляется по следующей формуле:

$$t = 2,3 \frac{V}{S_H K_H} \lg \frac{P_1}{P_2} \quad (22)$$

где:

$S_H$  – быстрота откачки насоса;

$P_1, P_2$  – диапазон давлений от атмосферного до рабочего (разбивается на несколько участков в зависимости от текущего давления и рабочего насоса);

$K_H$  – коэффициент использования насоса (принимается равным 1);

$V$  – объём камеры.

Расчет времени откачки в диапазоне давлений от  $10^4 \text{ Па}$  (760 ммрт.ст.) ÷  $13,3 \text{ Па}$  ( $10^{-1}$  ммрт.ст). На данном участке работает механический насос НВЗ-160Т с производительностью  $S_{H2} = 160 \text{ л/с}$ .

$$t_1 = 2,3 \frac{V}{S_{H2}} \cdot \lg \frac{P_2}{P_3} = \frac{2,3 \cdot 2,34 \cdot 10^3}{160} \cdot \lg \frac{760}{10^{-1}} = 33,63 \cdot 3,880 = 130,5 \text{ с} = 2,2 \text{ мин} \quad (23)$$

Расчет времени откачки в диапазоне давлений от  $13,3 \text{ Па}$  ( $10^{-1}$  ммрт.ст.) до  $1,33 \times 10^{-1} \text{ Па}$  ( $10^{-3}$  ммрт.ст) (на данном участке работает роторный насос «RVB-22.30» с производительностью  $S_{H3} = 397 \text{ л/с}$ ):

$$t_2 = 2,3 \frac{V}{S_{H3}} \lg \frac{P_3}{P_4} = \frac{2,3 \cdot 2,34 \cdot 10^3}{397} \cdot \lg \frac{10^{-1}}{10^{-3}} = 13,56 \cdot 2 = 27,1 \text{ с} \quad (24)$$

Расчет времени откачки в диапазоне давлений от  $1,33 \times 10^{-1}$  Па ( $10^{-3}$  мм рт.ст.) до  $6,665 \times 10^{-3}$  Па ( $5 \cdot 10^{-5}$  ммрт.ст.) (на данном участке работает высоковакуумный насос «ЕВТ-3500» с производительностью  $S_{н4} = 3500$  л/с):

$$t_3 = k \cdot 2,3 \frac{V}{S_{н4}} \lg \frac{P_4}{P_5} = \frac{2,3 \cdot 30 \cdot 2,34 \cdot 10^3}{3500} \cdot \lg \frac{10^{-3}}{5 \cdot 10^{-5}} = 46,1 \cdot 1,301 = 60,02 \text{ с} \quad (25)$$

$k$  – поправочный коэффициент.

Суммарное время откачки от 760 мм.рт.ст. до  $5 \cdot 10^{-5}$  мм.рт.ст. равно

$$\sum t = t_1 + t_2 + t_3 = 130,5 + 65,52 + 60,02 = 256,04 \text{ с} = 4,27 \text{ мин} \quad (26)$$

Расчет времени откачки высоковакуумным насосом часто значительно отличается от реального времени. Это объясняется тем, что в данном случае длительность откачки системы определяется не только объемом заключенного в ней газа, но и газовым выделением со стенок камеры и материалов (устройств), находящихся в ней. При этом чем ниже конечное давление  $P$ , тем большее влияние газового выделения со стенок камеры и материалов (устройств), находящихся в ней.

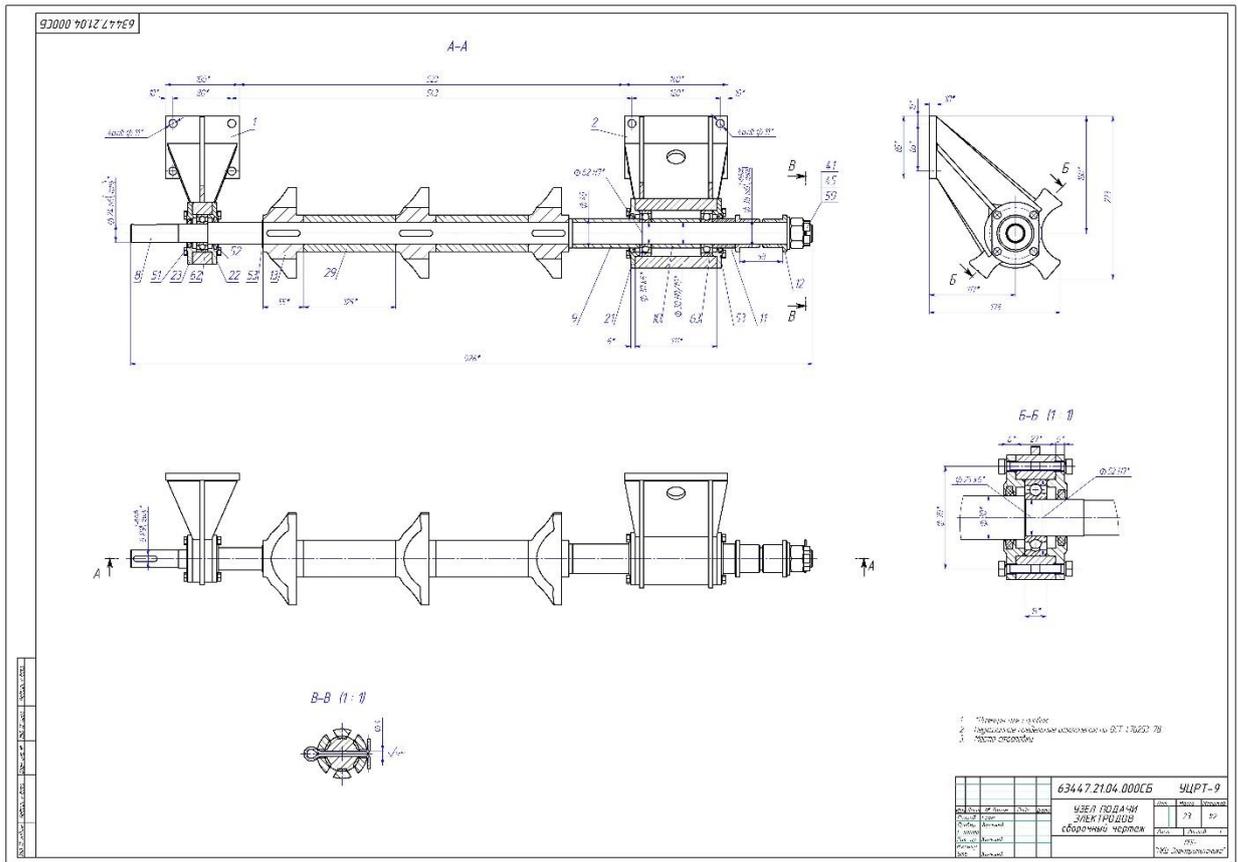


Рисунок 2.15 - Узел подачи электродов 63447.21.04.000 СБ

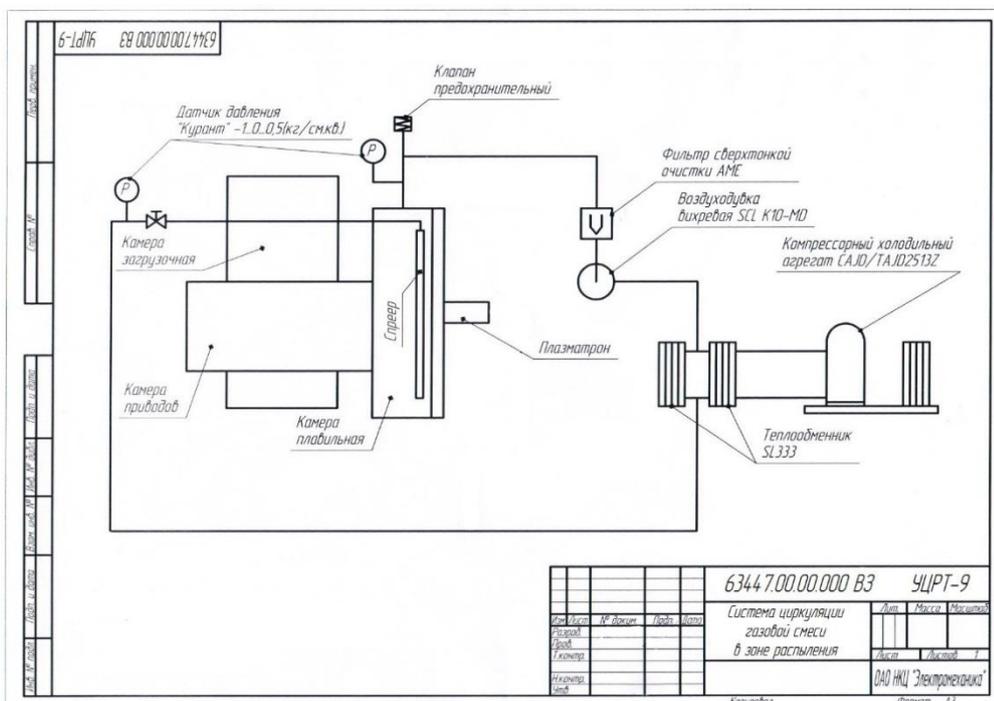


Рисунок 2.16- Система циркуляции газовой смеси в зоне распыления 63447.00.00.000 ВЗ

Технологическая оснастка для очистки газовой смеси представляет собой фильтр сверхвысокой очистки (рисунок 2.17).



Рисунок 2.17 - Общий вид технологической оснастки для очистки газовой смеси

Оснастка для охлаждения газовой смеси изготовлена и представляет теплообменник (рисунок 2.18).

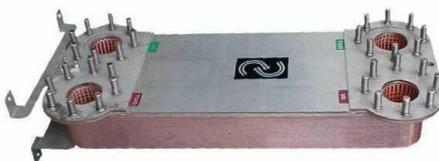


Рисунок 2.18 - Общий вид технологической оснастки для охлаждения газовой смеси

Водоохлаждаемый экран в установке центробежного распыления УЦРТ-9 для увеличения скорости кристаллизации гранул состоит из полого диска с патрубками (рисунок 2.19).



Рисунок 2.19 - Общий вид водоохлаждаемого экрана

Современная камера распыления для установки центробежного распыления УЦРТ-9 состоит из водоохлаждаемого корпуса с герметично закрываемой крышкой (рисунок 2.20) диаметром 2,5 м.



Рисунок 2.20 - Общий вид современной камеры распыления

Вакуумная система для установки УЦРТ-9 состоит из вакуумного насоса, патрубков и секций установки УЦРТ-9 (рисунок 2.21).

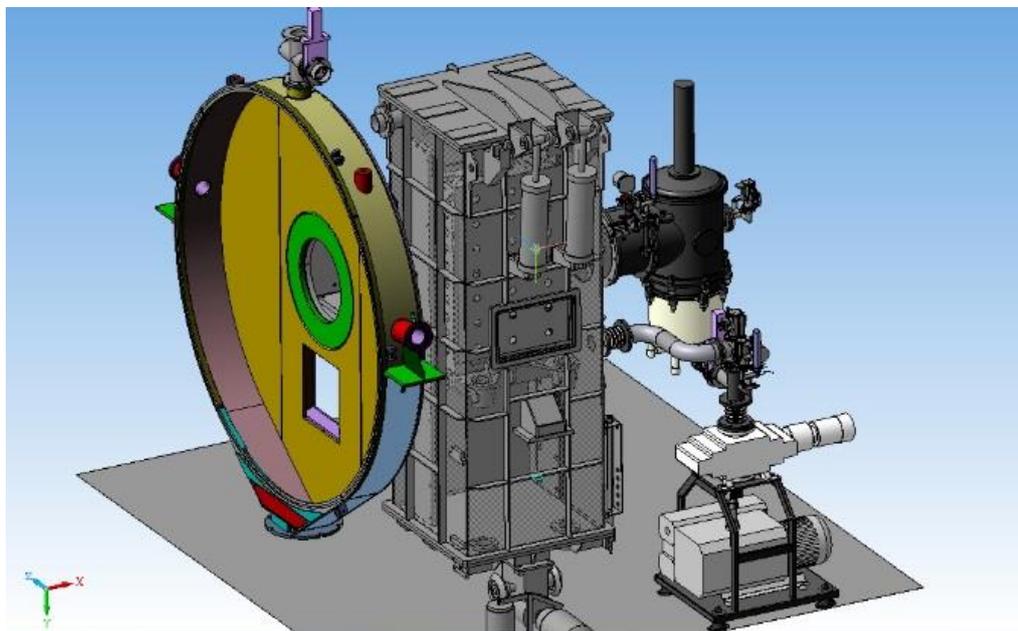


Рисунок 2.21 - Общий вид вакуумной системы установки центробежного распыления (УЦРТ-9)

Модернизированный узел подачи электродов состоит из разделителя электродов (рисунок 2.22).



Рисунок 2.22 - Общий вид модернизированного узла подачи электродов

Система циркуляции газовой смеси в зоне распыления и состоит из компрессора (рисунок 2.23).



Рисунок 2.23 - Общий вид системы циркуляции газовой смеси

**2.5. Разработка технологических процессов получения гранул на установках центробежного распыления со скоростями вращения электродов свыше  $24 \times 10^3$  об/мин. Изготовление гранул и проведение испытаний.**

На основе результатов, полученных при проведении оптимальных режимов распыления сложнoleгированных сплавов на основе никеля и титана разработаны технологические процессы получения гранул на установках центробежного распыления со скоростями вращения электродов свыше  $24 \times 10^3$  об/мин:

- №932.02101.12200 «Технологический процесс получения мелких гранул из титановых сплавов на установке центробежного распыления с повышенными скоростями вращения электродов»;
- №932.02101.12300 «Технологический процесс получения мелких гранул из жаропрочных никелевых сплавов на установке центробежного распыления с повышенными скоростями вращения электродов».

По разработанным технологическим процессам изготовлены гранулы из титанового сплава ВТ-6 фракционного состава менее 100 мкм (внешний вид гранул представлен на рисунке 2.24); из жаропрочного никелевого сплава АЖК фракцией меньше 100 мкм (рисунок 2.25) и гранулы из сплава ЭП741НП фракцией меньше 100 мкм (рисунок 2.26). Гранулы изготовлены методом

*центробежного распыления вращающегося электрода со скоростями вращения свыше  $(24 \times 10^3)$  об/мин.*

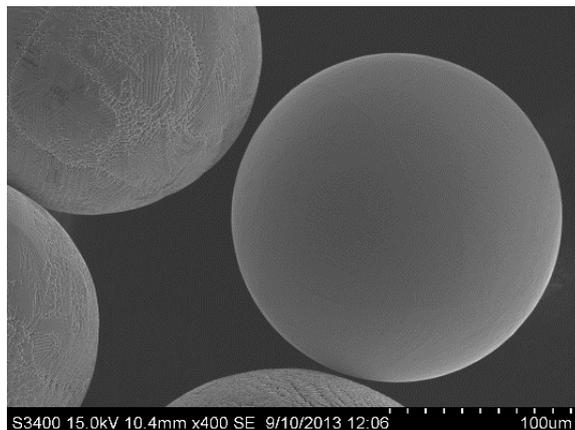


Рисунок 2.24 - Гранулы титанового сплава ВТ-6

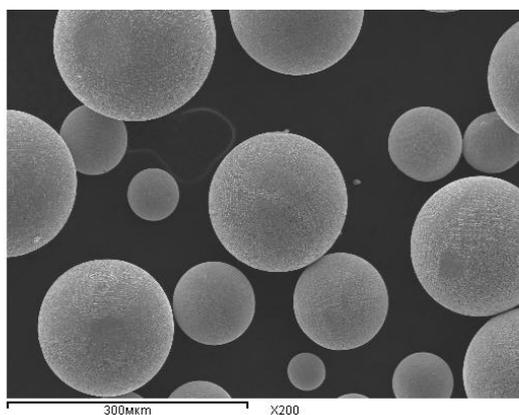


Рисунок 2.25 - Гранулы никелевого сплава АЖК

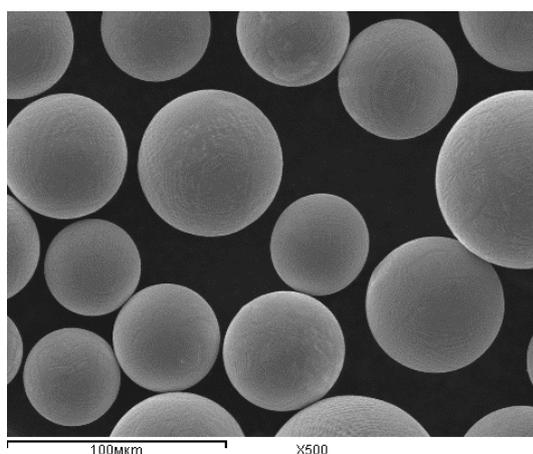


Рисунок 2.26 - Гранулы никелевого сплава ЭП741НП

Из рисунков 2.24-2.26 видно, что все гранулы имеют сферическую форму, на поверхности гранул отсутствуют налипания и включения.

Проведенные испытания гранул показали, что содержание кислорода:

- в гранулах из титанового сплава ВТ-6 составляет 0,17% масс., что меньше, чем требования ГОСТ 19807-91 (0,2%)

- в гранулах из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП составляет 0,004% масс., что меньше, чем требования ТУ 1-801-1201-86 (0,007%)

- в гранулах из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП составляет 0,003% масс., что меньше, чем требования ТУ 1-801-1201-86 (0,007%)

Для определения наличия внутренней пористости и равномерности распределения легирующих элементов изготовили шлифы гранул (рисунок 2.27).

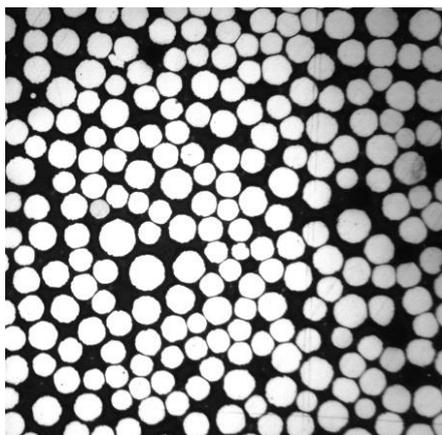


Рисунок 2.27 - Характерный вид гранул: оптическая металлография

Как видно из рисунка 2.27, гранулы не имеют внутренней пористости.

После травления шлифов гранул из сплавов ВТ-6, АЖК и ЭП741НП соответствующим реактивом измерили их микротвердость. Испытания провели на микротвердомере фирмы Leitz.

Внешний вид шлифов гранул с отпечатками микротвердомера представлен на рисунке 2.28 (а, б, в). Результаты определения микротвердости представлены в таблицах 2.1-2.3.

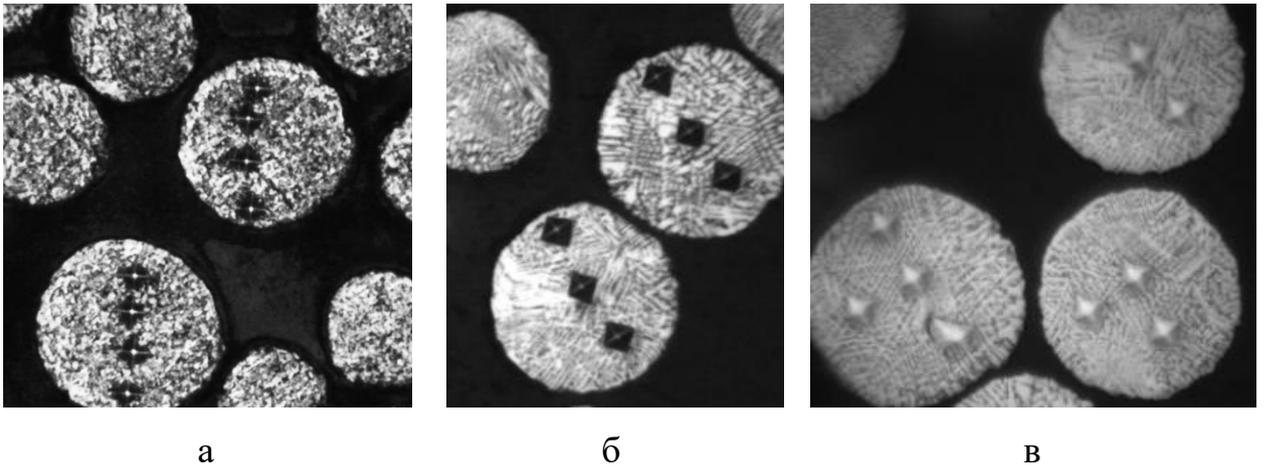


Рисунок 2.28 - Шлифы гранул с отпечатками микротвердомера: а - из сплава ВТ6, б - из сплава АЖК, в - из сплава ЭП741НП

Таблица 2.1 - Микротвердость гранул из сплава ВТ6 фракции менее 250 мкм

№ п/п	Нагрузка, Н	Диагональ отпечатка, мм	Величина микротвердости
1	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,1	376
2	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,2	370
3	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,1	376
4	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,0	383
5	$490,5 \cdot 10^{-3}$	10,9	390
6	$490,5 \cdot 10^{-3}$	10,9	390
7	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,0	383
8	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,2	370
9	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,2	370
10	$490,5 \cdot 10^{-3}$	10,8	397
11	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,1	376
12	$490,5 \cdot 10^{-3}$	10,9	390
13	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,1	376
14	$490,5 \cdot 10^{-3}$	10,8	397
15	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,1	376
16	$490,5 \cdot 10^{-3}$	10,9	390
17	$490,5 \cdot 10^{-3}$	11,0	383
18	$490,5 \cdot 10^{-3}$	10,8	397
Среднее значение микротвердости			382,8

Микротвердость гранул сплава ВТ6 – равномерна, разброс не превышает 7 %, что подтверждает равномерность распределения легирующих элементов по грануле.

Таблица 2.2 - Микротвердость гранул из сплава АЖК фракции менее 100 мкм

№ п/п	Нагрузка, Н	Диагональ отпечатка, мм	Величина микротвердости
1	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,9	367
2	$490,5 \cdot 10^{-3}$	16,0	362
3	$490,5 \cdot 10^{-3}$	16,0	362
4	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,5	386
5	$490,5 \cdot 10^{-3}$	16,0	362
6	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,9	367
7	$490,5 \cdot 10^{-3}$	16,0	360
8	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,9	367
9	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,9	367
10	$490,5 \cdot 10^{-3}$	16,0	362
11	$490,5 \cdot 10^{-3}$	16,1	358
12	$490,5 \cdot 10^{-3}$	16,1	358
13	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,5	386
14	$490,5 \cdot 10^{-3}$	16,0	362
15	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,5	386
16	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,9	367
17	$490,5 \cdot 10^{-3}$	16,0	362
18	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,5	386
Среднее значение микротвердости			368,2

Микротвердость гранул сплава АЖК – равномерна, разброс не превышает 8 %, что подтверждает равномерность распределения легирующих элементов по грануле.

Таблица 2.3 - Микротвердость гранул из сплава ЭП741НП фракции менее 100мкм

№ п/п	Нагрузка, Н	Диагональ отпечатка, мм	Величина микротвердости
1	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,5	441
2	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,7	429
3	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,5	441
4	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,0	412
5	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,7	429
6	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,0	412
7	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,8	423
8	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,0	412
9	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,7	429
10	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,8	423
11	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,8	423
12	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,7	429
13	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,0	412
14	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,8	423
15	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,7	429
16	$490,5 \cdot 10^{-3}$	14,8	423
17	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,0	412
18	$490,5 \cdot 10^{-3}$	15,0	412
Среднее значение микротвердости			423,0

Микротвердость гранул сплава ЭП741НП – равномерна, разброс не превышает 5 %, что подтверждает равномерность распределения легирующих элементов по грануле.

## 2.6. Исследование изменения содержания кислорода при переходе от слитка-электрода к гранулам жаропрочных никелевых сплавов

С уменьшением размеров гранул до (-40-50) мкм повышается долговечность материала, полученного из них. Для того, чтобы обеспечить получение гранул с минимальным количеством включений, необходимо для изготовления деталей двигателя использовать гранулы крупностью не более 100 мкм. Однако уменьшение крупности гранул имеет и свои негативные последствия – значительно увеличивается удельная поверхность гранул, в результате чего может повышаться содержание кислорода, особенно на поверхности частиц, что увеличивает протяженность наследственных границ гранул в структуре компактного металла и влияет на его свойства.

Свойства получаемого никелевого гранулированного (порошкового) материала сильно зависят от содержания кислорода, поэтому необходимо провести исследования эволюции содержания кислорода на этапах технологического цикла: от слитка-электрода к гранулам для различных фракционных составов.

### 2.6.1. Технологические особенности изготовления гранул для снижения концентрации кислорода.

Кислород всегда присутствует в гранулах и наследуется из слитков-электродов, которые являются исходной заготовкой для их получения. Для никелевых сплавов содержание кислорода не должно превышать **0,007% масс.** В процессе изготовления гранул методом сверхбыстрой кристаллизации решается труднейшая задача – не привнести дополнительный кислород в процессе распыления и удержать его на уровне слитка - электрода. Для этого используют два основных пути реализации:

- 1) снижение кислорода в слитке – электроде;
- 2) контроль атмосферы в процессе распыления при получении гранул.

При получении мелкодисперсных гранул (менее 100 мкм) требования по чистоте инертной атмосферы в процессе распыления на содержание кислорода и паров воды должны быть ужесточены до уровня его

содержания менее 4 ppm, поэтому обработку и хранение гранул следует вести в атмосфере сверхчистых инертных газов.

Для снижения кислорода при производстве слитков-электродов реализована технология двойного вакуумного переплава. Изготовление электродов по схеме (ВИ+ВДП) обеспечивает значительное повышение их качества - содержание азота снижается в 1,2 раза, а кислорода - в 2,3 раза. Именно такая схема выплавки слитков-электродов в настоящее время принята в *ОАО «Композит»* в качестве основной.

Для снижения концентрации кислорода в процессе сверхбыстрой кристаллизации разработаны и реализованы следующие технологические особенности при изготовлении гранул:

- прогрев в процессе вакуумирования стенок камеры, предварительно очищенной от возгонов, горячей водой, имеющей температуру (80-90) °С, что позволяет заметно снизить уровень влаги в атмосфере распыления камеры установки центробежного распыления (УЦР) в атмосфере распыления с (39-40) ppm до (8-12) ppm. и уменьшить остаточную концентрацию кислорода в гранулах на 0,003 % мас., т.е. на (20-30) %. При этом отличием от уже существующих таких систем является использование современных стандартных водонагревателей, которые не только имеют высокие показатели по скорости и температуре нагрева, но и позволяют автоматизировать данный процесс. Также надо отметить, что такой подход наряду с высоким качеством проведения данного технологического мероприятия, обеспечивает его низкую себестоимость.

- дополнительная очистка остаточной атмосферы в камере от примесей кислорода и влаги: перед изготовлением гранул проводят распыление (1/3 – 1/2) первой заготовки - электрода на получение крупного порошка. Этот порошок окисляется остатками примесей кислорода и влаги в атмосфере распыления, очищая последнюю, и выводится из установки, не загрязняя основную партию гранул. В случае попадания этих гранул в основную массу

порошка (в результате неполного удаления из камеры), то при расसेве, как более крупные, они будут удалены.

Получение более мелких гранул (в нашем случае менее 100 мкм) позволяет уменьшить не только размер включений, но и в свою очередь увеличивает удельную поверхность, на которой могут адсорбироваться газы, а именно кислород, что предъявляет дополнительные требования к чистоте атмосферы, в которой происходит процесс распыления. А также требует проведения исследований эволюции (изменение химического состава) содержания кислорода от слитка-электрода к гранулам жаропрочных никелевых сплавов, причем в зависимости от фракционного состава, что позволит дополнительно оценить качество изготавливаемых гранул.

Для проведения анализа на кислород в гранулах использовался прибор Лесо ТСН-600 (рисунок 2.29). Принцип действия этого анализатора основан на восстановительном плавлении пробы в потоке инертного газа и количественном анализе продуктов плавления методом инфракрасного поглощения.



Рисунок 2.29 - Анализаторы азота, кислорода и водорода ТСН-600

### **Определение содержания кислорода.**

Анализ содержания кислорода проводился следующим образом. Взвешенная проба гранул помещалась в тигель, изготовленный из графита

высокой чистоты, и плавилась в потоке гелия при температуре, достаточной для полного выделения кислорода, азота и водорода.

Кислород из пробы соединялся с углеродом тигля в монооксид углерода CO. Азот, находящийся в пробе, выделялся в виде молекулярного азота, а водород – в виде молекулярного водорода. С помощью гелия выделившиеся газы из печи переносились в анализатор.

Кислород и водород измерялись с помощью инфракрасной абсорбции. Газы, выделившиеся из пробы, сначала попадали в инфракрасный модуль и проходили через ячейки, где регистрировали CO и CO<sub>2</sub>. Кислород измерялся по содержанию CO и CO<sub>2</sub>. После этого газы проходили через окись меди, которая конвертировала монооксид углерода (CO) в углекислый газ (CO<sub>2</sub>), а водород – в воду. Далее газы снова попадали в инфракрасный модуль с ячейками, где анализировалось содержание CO<sub>2</sub> и H<sub>2</sub>O для измерения общего кислорода и водорода, соответственно.

Результаты анализа отображались на экране монитора в массовых процентах.

Этим методом проведено исследование эволюции содержания кислорода от слитка-электрода к гранулам различных фракционных составов - технологических проб, взятых в процессе распыления при изготовлении партий гранул жаропрочных никелевых сплавов (ЭП741НП, АЖК, НГК-6). Результаты исследований представлены в таблицах 2.4-2.6.

Таблица 2.4 - Содержание кислорода в пробах для сплава ЭП741НП

№ п/п	Образец	O <sub>2</sub>	Примечание
1.	<b>Исходный электрод</b> (сред. знач.)	<b>0,0040</b>	Образец взят от огарка электрода СМК, (ВИ+ВДП)
	1-ая проба	0,0041	
	2-ая проба	0,0039	
	3-ая проба	0,0040	
2.	<b>Гранулы 40-160 мкм</b> (сред. знач.)	<b>0,0040</b>	После распыления
	1-ая проба	0,0043	
	2-ая проба	0,0039	
	3-ая проба	0,0038	
3.	<b>Гранулы 40-90 мкм</b> (сред. знач.)	<b>0,0040</b>	После распыления
	1-ая проба	0,0042	
	2-ая проба	0,0039	
	3-ая проба	0,0039	
4.	<b>Гранулы 40-90 мкм</b> (сред. знач.)	<b>0,0050</b>	На воздухе с <b>12.01.2013</b>
	1-ая проба	0,0052	
	2-ая проба	0,0049	
	3-ая проба	0,0049	
5.	<b>Гранулы 160-200 мкм</b> (сред.знач.)	<b>0,0050</b>	На воздухе с <b>27.11.2012</b>
	1-ая проба	0,0048	
	2-ая проба	0,0053	
	3-ая проба	0,0049	

Таблица 2.5 - Содержание кислорода в пробах для сплава АЖК

№ п/п	Образец	O <sub>2</sub>	Примечание
1.	<b>Исходный электрод</b> (сред. знач.)	<b>0,0035</b>	Образец взят от огарка электрода СМК, (ВИ+ВДП)
	1-ая проба	0,0032	
	2-ая проба	0,0035	
	3-ая проба	0,0038	
2.	<b>Гранулы 40-160 мкм</b> (сред. знач.)	<b>0,0035</b>	После распыления
	1-ая проба	0,0033	
	2-ая проба	0,0037	
	3-ая проба	0,0035	
3.	<b>Гранулы 40-90 мкм</b> (сред. знач.)	<b>0,0035</b>	После распыления
	1-ая проба	0,0036	
	2-ая проба	0,0035	
	3-ая проба	0,0034	
4.	<b>Гранулы 40-90 мкм</b> (сред. знач.)	<b>0,0042</b>	На воздухе с <b>12.01.2013</b>
	1-ая проба	0,0042	
	2-ая проба	0,0039	
	3-ая проба	0,0043	
5.	<b>Гранулы 160-200 мкм</b> (сред. знач.)	<b>0,0050</b>	На воздухе с <b>27.11.2012</b>
	1-ая проба	0,0048	
	2-ая проба	0,0043	
	3-ая проба	0,0049	

Таблица 2.6 - Содержание кислорода в пробах опытного сплава НГК-6

№ п/п	Образец	O <sub>2</sub>	Примечание
1.	<b>Исходный электрод</b> (сред. знач.)	<b>0,0045</b>	Образец взят от огарка электрода СМК, (ВИ+ВДП)
	1-ая проба	0,0045	
	2-ая проба	0,0045	
	3-ая проба	0,0044	
2.	<b>Гранулы 40-160 мкм</b> (сред. знач.)	<b>0,0045</b>	После распыления
	1-ая проба	0,0043	
	2-ая проба	0,0047	
	3-ая проба	0,0045	
3.	<b>Гранулы 40-90 мкм</b> (сред. знач.)	<b>0,0045</b>	После распыления
	1-ая проба	0,0043	
	2-ая проба	0,0044	
	3-ая проба	0,0048	
4.	<b>Гранулы 40-90 мкм</b> (сред. знач.)	<b>0,0060</b>	На воздухе с <b>12.01.2013</b>
	1-ая проба	0,0062	
	2-ая проба	0,0059	
	3-ая проба	0,0059	
5.	<b>Гранулы 160-200 мкм</b> (сред.знач.)	<b>0,0060</b>	На воздухе с <b>27.11.2012</b>
	1-ая проба	0,0058	
	2-ая проба	0,0063	
	3-ая проба	0,0059	

Анализ результатов таблиц показывает, что содержание кислорода в слитках-электродах и гранулах для всех исследованных жаропрочных никелевых сплавов – ЭП-741НП, АЖК, НГК-6 не меняется, после попадания гранул на воздух содержание кислорода в них возрастает, но остается на уровне менее 0,007 % масс., что соответствует требованиям: ТУ 1793-536-56897835-2012 - технические условия на гранулы жаропрочного никелевого сплава АЖК; ТУ 1793-537-56897835-2012 - технические условия на гранулы жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП; ТУ 1793-538-56897835-2012 - технические условия на гранулы жаропрочного никелевого сплава НГК-6.

Сохранить содержание кислорода в гранулах на уровне слитка – электрода, причем в независимости от фракционного состава ((+40-160) мкм и (+40-90) мкм), позволили проведенные технологические операции - прогрев в процессе вакуумирования стенок камеры, предварительно очищенной от возгонов и дополнительная очистка остаточной атмосферы в камере путем распыления первого электрода.

Полученные результаты подтверждают, что разработанный технологический процесс № 932.0102.072.00-2012 ТП «Технологический процесс получения гранул жаропрочных никелевых сплавов с фракционным составом менее 100 мкм» обеспечивает изготовление высококачественных гранул с низким содержанием кислорода на уровне слитка-электрода.

## **2.7. Контроль технологических факторов гранульной металлургии**

### **Методики контроля технологических процессов изготовления гранул**

Для новых перспективных изделий требуются жаропрочные никелевые и титановые сплавы с более высокими эксплуатационными свойствами. Эффективным средством улучшения характеристик данных сплавов является повышение содержания легирующих элементов (в первую очередь – тугоплавких). Повышение содержания легирующих элементов приводит к

усилению зональной и местной неоднородности, уменьшению эффективности гомогенизации, резкому ухудшению деформируемости слитков и, как следствие, к многократному повышению расхода металла и трудоемкости производства, а во многих случаях становится непреодолимым препятствием на пути промышленного освоения новых, более легированных сплавов. Этих недостатков удастся избежать при применении метода металлургии гранул, сочетающего затвердевание расплава в виде микрослитков-гранул с высокой скоростью охлаждения и их консолидацию с достижением беспористой структуры изделий.

Использование высоких скоростей охлаждения при кристаллизации обеспечивает получение однородной мелкозернистой структуры, высокой дисперсности и равномерности распределения фазовых составляющих, возможность введения в сплавы легирующих компонентов в количествах, не достигаемых при обычных методах литья слитков.

Возможности улучшения технологических и эксплуатационных характеристик сплавов, открываемые использованием метода металлургии гранул в значительной мере определяются качеством исходных гранул (микрослитков).

Инородные включения, наследуемые из исходных слитков для распыления, снижают прочностные свойства компактных заготовок. Основным источником включений в распыляемых слитках могут быть загрязненные исходные шихтовые материалы, а так же взаимодействие расплава с атмосферой плавильных печей, материалами плавильного оборудования и литейной оснастки. Эффективными средствами борьбы с вредным влиянием включений является переход на использование все более мелких размеров гранул и тем самым снижение размера возможных дефектов.

Разрабатываемые на данном этапе методики устанавливают порядок и правила контроля выполнения технологических процессов изготовления гранул из жаропрочных никелевых сплавов АЖК и ЭП741НП фракционного

состава менее 100 мкм и из титанового сплава ВТ6 фракционного состава менее 100 мкм.

Целью контроля ТП является соблюдение необходимых условий для обеспечения соответствия выпускаемых гранул из жаропрочных никелевых сплавов АЖК, ЭП741НП и из титанового сплава ВТ6 требованиям, установленным в нормативно-технической документации.

Контроль ТП изготовления гранул проводится в следующей последовательности:

- проверка наличия утверждённой в установленном порядке технологической документации (ТД) на контролируемый ТП;
- проверка соблюдения режимов ТП при изготовлении гранул;
- контроль соответствия оснастки, инструмента, средств измерения, расходных материалов требованиям ТД;
- проверка состояния рабочих мест и наличия журналов на рабочих местах;
- проверка обеспечения в производственных помещениях требуемой температуры, влажности, чистоты воздуха, соблюдения требований безопасности при проведении работ;
- проверка соответствия квалификационного разряда исполнителей разрядности работ, указанных в ТП;
- контроль соответствия качества изготовленных гранул из жаропрочных никелевых сплавов АЖК, ЭП741НП и из титанового сплава ВТ6 требованиям ТД.

Задачей контроля ТП является получение достоверной информации о текущих значениях его параметров с целью своевременного обнаружения несоответствий от проектных значений и принятия эффективных предупреждающих и корректирующих действий по регулированию ТП.

С учетом вышеизложенных требований и задач разработаны:

- «Методика контроля технологического процесса изготовления мелких гранул из жаропрочных никелевых сплавов» 932.0102.090-2014;

- «Методика контроля технологического процесса изготовления мелких гранул из титановых сплавов» 932.0102.088-2014.

### **Методика изготовления шлифов из мелких гранул**

Первым этапом всех металлографических исследований является изготовление шлифов, которые используются для микроскопического исследования с помощью светового и электронного микроскопов. Правильное изготовление шлифов имеет чрезвычайно важное значение, поскольку от этого зависит достоверность толкования микроструктур.

При изготовлении металлографических шлифов необходимо предотвращать повреждения их поверхности, заключающиеся в изменении микроструктуры поверхностного слоя материала в результате деформации или нагрева.

На всех стадиях изготовления шлифа необходимо обеспечить последовательное создание поверхности требуемого качества. Таким образом, каждая следующая стадия процесса проводится с целью удаления повреждения поверхности, внесенного предыдущей обработкой.

Хорошо приготовленный металлографический шлиф должен удовлетворять ряд требований. На поверхности не должно наблюдаться царапин полировального происхождения, а также пятен в результате взаимодействия с жидкостями. Необходимо сохранить после обработки все элементы структуры, в том числе отличающиеся повышенной хрупкостью. Шлиф должен быть плоским, чтобы обеспечить возможность исследований при больших увеличениях.

Разрабатываемые на данном этапе методики определяют последовательность действий, материалы и оборудование для изготовления шлифов из гранул никелевых сплавов размером менее 100 мкм и из гранул титановых сплавов размером менее 100 мкм, получаемых методом центробежного распыления.

Изготовление и подготовка металлографических шлифов из мелких гранул обычно состоит из 3 основных операций:

- заливку гранул эпоксидной смолой;
- шлифование поверхности заготовки;
- полирование.

Изготовление шлифов проводят согласно инструкциям по эксплуатации МА 201382\_4 на импрегнирующую вакуумную систему Cast N 1000 и 4972850\_2 на шлифовально-полировочный станок EcoMet 250/300 с полуавтоматической насадкой AutoMet 250/300.

С учетом вышеизложенных требований и задач разработаны:

- «Методика изготовления шлифов из мелких гранул жаропрочных никелевых сплавов» 932.0102.086-2014;
- «Методика изготовления шлифов из мелких гранул титановых сплавов» 932.0102.091-2014.

## **2.8. Изготовление стенда контроля заготовок деталей из мелких гранул жаропрочных сплавов на основе никеля и титана. Разработка компьютерного моделирования систем обработки и анализа изображений микроструктуры гранул.**

Чтобы обеспечить высокую надежность и качество изделий, получаемых методом гранульной металлургии, необходимо контролировать выполнение технологических процессов на всех этапах производства. На стадии изготовления гранул контролируют их фракционный состав и микроструктуру. Традиционно фракционный состав гранул определяют методом отсева на ситах с требуемым размером ячеек (например: 40, 64, 71, 80, 90 и 100 мкм - сухой ситовый анализ по ГОСТ 18318-94). По результатам измерений и расчетов строится гистограмма распределения (рисунок 2.30).

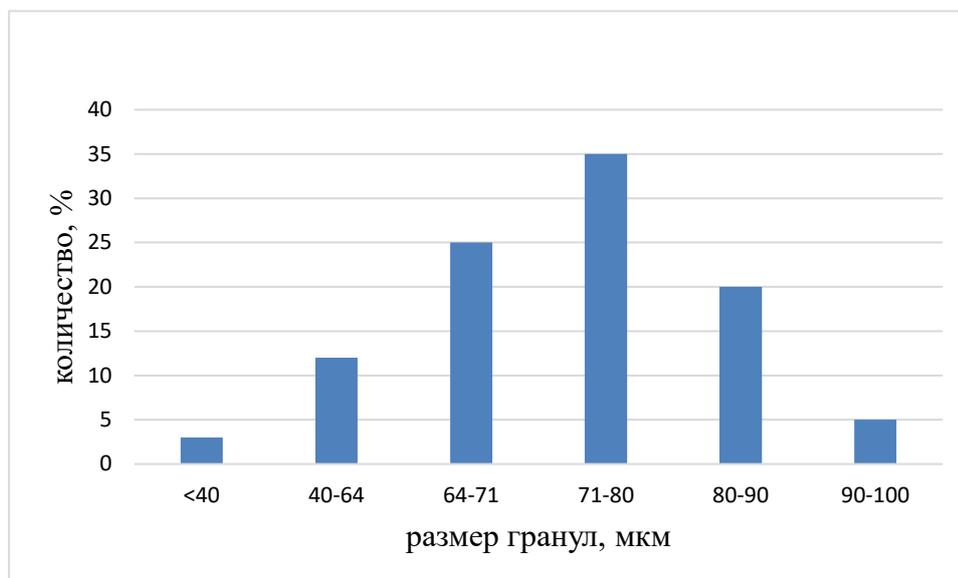


Рисунок 2.30 – Пример гистограммы распределения размеров гранул

Однако, наиболее полную информацию о размерах гранул отражает интегральная кривая распределения, при построении которой учитывается размер каждой гранулы исследуемой пробы. Чем *уже* фракционный состав гранул, тем более значимым становится использование интегральных кривых, так как при ситовом анализе определяются не размеры гранул, а достаточно широкие интервалы их распределения.

При изготовлении гранул вместе с фракционным составом важно контролировать и микроструктуру гранул: дисперсность структурных составляющих, равномерность их распределения, отсутствие инородных включений и пор.

Для решения вышеуказанных задач разработан и изготовлен (рисунок 2.31) стенд контроля заготовок деталей из мелких гранул жаропрочных сплавов на основе никеля и титана.



Рисунок 2.31 - Стенд контроля заготовок деталей из мелких гранул жаропрочных сплавов на основе никеля и титана

В состав стенда входят:

- оптический микроскоп Axio Vert.A1 MAT, (рисунок 2.32) – металлографический инвертированный микроскоп отраженного света состоит из микроскопа, механического предметного столика, видеокамеры BR-3150LC-UF\_RGB;
- дифракционный анализатор размеров частиц Analysette 22 MicroTec plus, (рисунок 2.33) – состоит из двух блоков (модулей) – блока диспергирования в жидкой среде и измерительного блока;
- компьютер для работы с микроскопом;
- компьютер для работы с анализатором.



Рисунок 2.32 – общий вид оптического микроскопа Axio Vert.A1 MAT



Рисунок 2.33 – общий вид дифракционного анализатора размеров частиц Analysette 22 MicroTec plus

Стенд контроля заготовок деталей из мелких гранул жаропрочных сплавов на основе никеля и титана предназначен для контроля размеров гранул из никеля и титана и изучения их микро- и макроструктуры.

Стенд обеспечивает:

- измерение размеров частиц с помощью SOPs (стандартных эксплуатационных процедур);
- анализ проведенных измерений и графическое отображение результатов;
- составление стандартизированных отчетов;
- создание, хранение и поддержку баз данных;
- увеличение при исследовании шлифов x50, x100, x200, x500, x1000;
- плавную регулировку освещенности шлифа;
- трансляцию видеоизображения с камеры микроскопа на монитор;
- сохранение изображения в электронном виде в требуемом формате;
- печать изображений на принтере.

### **2.8.1 Разработка процедуры компьютерного моделирования систем обработки и анализа изображений микроструктуры гранул.**

Разработаны программы моделирования систем обработки и анализа изображений микроструктуры гранул (лист утверждения 932.236-01-0102-14-

ЛУ). Компьютерное моделирование систем обработки и анализа изображений микроструктуры гранул необходимо для обработки данных изображений с целью получения количественных характеристик: размере зерна, размере и количестве инородных включений, соотношении структурных составляющих, и т.п. Алгоритм действий следующий: сначала с помощью камеры микроскопа делается снимок интересующего места шлифа, затем снимок загружается в программу и проводятся необходимые измерения, с использованием набора инструментов программы. Программа содержит следующие функции:

- оценка размеров зерен методом секущих;
- измерения размеров неметаллических включений;
- анализ пористости по выбранному алгоритму;
- анализ микро- и макротвердости;
- получение статистических данных и создание конечных отчетов.

Для написания основной расчётной части программы использовалась библиотека компьютерного зрения с открытым исходным кодом (openCV). OpenCV имеет модульную структуру, что означает, что пакет включает в себя общие или статические библиотеки. Следующие модули включены в основную программу:

- core - компактный модуль определения основных структур данных, в том числе плотных многомерных массивов для математических и базисных функций, используемых всеми другими модулями;
- imgproc - модуль обработки изображения, включает в себя линейную и нелинейную фильтрацию изображения, геометрические преобразования изображений (изменение размера, перспективы), преобразование цветового пространства, гистограммы, и так далее;
- video - модуль видеоанализа, что включает в себя оценку движения, вычитание фона и алгоритмы отслеживания объекта;

- calib3d – базовые алгоритмы работы с геометрическими объектами, моно-и стерео калибровка камеры, оценка объекта, алгоритмы стерео соответствия и элементы 3D реконструкции;
- features2d - характерная особенность - детекторы дескрипторов и дескрипторов-вычислителей;
- objdetect - обнаружение объектов и экземпляров предопределенных классов (например, круги, овалы и так далее);
- highgui - простой в использовании интерфейс для захвата видео, изображения и видео кодеков, а также простых возможностей пользовательского интерфейса;
- GPU – ускорение работы алгоритмов с помощью графической карты из различных модулей OpenCV.

Интерфейс базового модуля представляет собой рабочую панель и меню для работы с изображениями. Для удобства пользователя основные рабочие инструменты вынесены на панель быстрого запуска (рисунок 2.34).

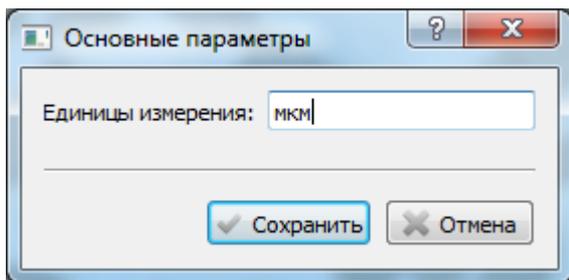


Рисунок 2.34 - Панель быстрого запуска

Панель быстрого запуска содержит следующие кнопки:

-  - пункт меню «Файл/открыть изображение» позволяет открывать любые рабочие изображения наиболее популярных форматов: \*.png, \*.jpg, \*.jpeg, \*.bmp;
-  - пункт меню «Файл/экспорт отчёта» позволяет пользователю выбрать название и место для сохранения отчёта в формате \*.txt;
-  - пункт меню «параметры/основные параметры» позволяет пользователю задать единицы измерения изображения. Основными

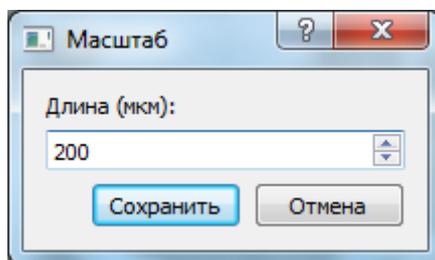
единицами измерения являются «МКМ»:



-  - пункт меню «масштаб» служит для указания рабочего масштаба графического файла. Пользователь с помощью встроенного в изображение масштаба может указать программной оболочке расчётный масштаб и соответствующие реальному размеру пиксели. Для использования инструмента необходимо воспользоваться указателем и выбрать необходимую длину изображения:



После этого пользователь указывает соответствующую линейке длину, и реальный масштаб сохраняется в память программы:



-  - пункт меню «автоселект» служит для выбора изображения по определённому цветовому коду – при выборе пользователем по определённой точке на изображении, он тем самым указывает точку, которая имеет определённое значение цвета. Если соседняя точка отличается от исходной в пределах указанного диапазона, то такая точка воспринимается как часть объекта. Если же соседняя точка отличается значительно (больше, чем указано в диапазоне), то такая точка не принимается в общий массив. Алгоритм просматривает все соседние точки вокруг исходной одну за другой. Затем просматриваются все точки, которые были выбраны рядом с

исходной. И так далее, пока не останется подходящих под параметры точек, либо вычисления не дойдут до границ изображения;



- - пункт меню «смещение» служит для перемещения по изображению выделенной области. Его необходимо использовать, если алгоритм поиска выбрал неверные границы. Выделенная область сохраняет первоначальную форму и перемещается полностью;



- - пункт меню «полигон» позволяет использовать произвольное выделение области изображения и последующее использование данного выделения для расчётов параметров изображения. При запуске данного инструмента пользователь указывает начальную точку работы, после этого необходимо указать следующие точки и завершить построение полигона с помощью клика на исходную позицию. Выделенная область автоматически пересчитывается из пикселей в единицы измерения заданные пользователем с помощью инструмента «масштаб»;



- - пункт меню «удалить» позволяет пользователю выбрать нежелательную область выделения и удалить её;



- - пункт меню «удалить всё» удаляет все области выделения на изображении. В отличие от инструмента «удалить», нет возможности выбрать отдельные области.

Таким образом, программа позволяет автоматизировать решение материаловедческих задач (оценку размеров зерен методом секущих, измерение размеров неметаллических включений, анализ пористости по выбранному алгоритму, анализ микро- и макротвердости и т.д.), представлять, хранить и передавать результаты в виде графических и текстовых файлов.

## 2.9. Заключение

1 Проведены опытные процессы центробежного распыления для определения вольт-амперных характеристик плазмотрона и выбраны оптимальные режимы распыления: для сплава ЭП741НП сила тока – 1200А, напряжение – 50В; для сплава АЖК сила тока – 1200А, напряжение – 50В; для сплава ВТ6 сила тока – 1150А, напряжение – 50В.

2 Изготовлены:

- технологическая оснастка для очистки газовой смеси - 1 шт.;
- технологическая оснастка для охлаждения газовой смеси - 1 шт.;
- водоохлаждаемый экран для увеличения скорости кристаллизации гранул - 1 шт.;
- современная камера распыления - 1 шт.;
- вакуумная система - 1 шт.;
- модернизированный узел подачи электродов - 1 шт.;
- система циркуляции газовой смеси в зоне распыления - 1 шт.

3 Разработаны технологические процессы получения гранул на установках центробежного распыления со скоростями вращения электродов свыше  $24 \times 10^3$  об/мин:

- №932.02101.12200 «Технологический процесс получения мелких гранул из титановых сплавов на установке центробежного распыления с повышенными скоростями вращения электродов»;
- №932.02101.12300 «Технологический процесс получения мелких гранул из жаропрочных никелевых сплавов на установке центробежного распыления с повышенными скоростями вращения электродов».

4 Изготовлены гранулы методом центробежного распыления вращающегося электрода со скоростями вращения свыше  $(24 \times 10^3)$  об/мин.:

- из титанового сплава ВТ-6 фракционного состава менее 250 мкм в количестве 50 кг;

- из жаропрочного никелевого сплава АЖК фракцией меньше 100 мкм в количестве 50 кг;

- из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП фракцией меньше 100 мкм в количестве 50 кг.

5 Проведены испытания гранул. В результате газового анализа установлено, что содержание кислорода:

- гранулах из титанового сплава ВТ-6 составляет 0,17% масс., что меньше, чем требования ГОСТ 19807-91 (0,2%)

- гранулах из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП составляет 0,004% масс., что меньше, чем требования ТУ 1-801-1201-86 (0,007%)

- гранулах из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП составляет 0,003% масс., что меньше, чем требования ТУ 1-801-1201-86 (0,007%)

Результаты испытаний по определению наличия внутренней пористости показали, что гранулы сплавов ВТ-6, АЖК и ЭП741НП не имеют внутренней пористости.

Результаты испытаний по определению микротвердости подтвердили равномерность распределения легирующих элементов в гранулах:

- микротвердость гранул из никелевого сплава АЖК находится в интервале 358-386 единиц по Виккерсу, разброс не более 7 %;

- микротвердость гранул из никелевого сплава ЭП741НП находится в интервале 412-441 единиц по Виккерсу, разброс не более 6,6 %;

- микротвердость гранул из титанового сплава ВТ6 находится в интервале 370-390 единиц по Виккерсу, разброс не более 5%.

### **Глава 3 Концепция упрочнения границ зерен и разработка нового поколения жаропрочных порошковых сплавов на основе титана и никеля**

Среди конструкционных сплавов, предназначенных для эксплуатации при повышенных температурах, на первом месте находятся жаропрочные сплавы (ЖС) на основе никеля, работоспособность которых при длительной эксплуатации сохраняется до температур  $1000 \div 1100$  °С [3.1, 3.2]. Определяющее влияние на характеристики никелевых ЖС оказывает структурный фактор, называемый принципом гетерофазности [3.3]. В соответствии с принципом гетерофазности, высокая жаропрочность никелевых ЖС достигается в случае если 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  $\gamma$ -матрице никелевых ЖС [3.4-3.6]. Для повышения жаропрочности сплавов следует увеличивать прочность связей атомов в кристаллической решетке  $\gamma$ -матрицы. Характеристикой сил связи атомов в кристаллической решетке твердых тел является энергия когезии [3.7]. Корреляция жаропрочности с энергией когезии никелевых ЖС в ряду монокристалльных сплавов ЖС 40, RENE 5, CMSX 4, ЖС32, RENE 6, CMSX 10 и ЖС47 показана в работах [3.5, 3.6], из которых следует, что при заданной микроструктуре для повышения эксплуатационных характеристик ЖС следует легировать элементами, повышающими когезивную прочность матрицы. По мнению авторов данной статьи такой подход является универсальным, то есть он применим к различным высокотемпературным сплавам.

Другую группу наиболее востребованных конструкционных материалов, предназначенных для эксплуатации при повышенных температурах под нагрузкой в авиационных газотурбинных и ракетных двигателях, составляют титановые сплавы [3.8, 3.9]. Несмотря на то, что при

длительной эксплуатации жаропрочные титановые сплавы работоспособны до температуры 650 °С, развитие техники приводит к необходимости повышения рабочих температур титановых сплавов до 800 °С и выше. Если потенциал жаропрочности сплава оценивать по значениям энергии когезии  $E_{\text{coh}}$  и температуры плавления  $T_m$  его основы, то решение такой задачи представляется возможным. Это может быть подтверждено сопоставлением свойств ЖС на основе никеля и титана:  $E_{\text{coh}}(\text{Ni}) = 4,4$  эв/атом,  $E_{\text{coh}}(\text{Ti}) = 4,86$  эв/атом,  $T_m(\text{Ni}) = 1455$  °С,  $T_m(\text{Ti}) = 1668$  °С.

С точки зрения сопротивления ползучести наиболее уязвимым элементом микроструктуры поликристаллических ЖС являются границы зерен (ГЗ). Последние обладают повышенной диффузионной проницаемостью [3.10], что благоприятствует ползучести сплавов при высоких температурах под нагрузкой.

Поликристаллические дисковые ЖС обычно получают методами порошковой металлургии. Переход от традиционной металлургии слитков к порошковой металлургии позволяет, во-первых, минимизировать влияние дефектов литой структуры на механические и технологические свойства сложнолегированных сплавов и, во-вторых, дает возможность получать из порошков детали почти готовой формы (нетто-детали) [3.11].

Конструкционные сплавы, полученные методом порошковой металлургии, в компактированном состоянии представляют собой мелкозернистые поликристаллы. Так, в поликристаллах литейных никелевых ЖС, получаемых методом традиционной металлургии слитков, размер зерен составляет несколько миллиметров [3.2, 3.3], а в заготовках никелевых ЖС, получаемых путем компактирования микрослитков-гранул, - несколько десятков микрометров, то есть на порядок величины меньше [3.11, 3.12].

Однако различие поликристаллической структуры в сплавах, получаемых традиционной и порошковой металлургией, заключается не только в разной удельной площади ГЗ, но и в том, что в традиционных отливках никелевых ЖС (например, из сплава ЖС6У) границы зерен

упрочнены микролегирующими добавками и карбидами, которые специально вводят в расплав в процессе плавки [3.1, 3.2, 3.3, 3.12]. В порошковых ЖС такой способ упрочнения границ реализовать затруднительно ввиду особенностей технологии порошковой металлургии. Поэтому в порошковых конструкционных сплавах ГЗ оказываются ослабленными по сравнению с границами зерен в поликристаллических сплавах, получаемых с помощью традиционной металлургии.

Известно, что одним из наиболее важных факторов, в значительной степени влияющих на свойства ГЗ, является химический состав границ. Для того, чтобы изменить состояние ГЗ, легирующие элементы или примеси должны обладать большой склонностью к зернограничной сегрегации. Существует ряд поверхностно-активных элементов, которые могут обогащать ГЗ и формировать зернограничные сегрегации. Такие элементы можно разделить на "полезные" микролегирующие добавки ("зернограничные элементы" [3.12]) и "вредные" примеси. В литейных сплавах на основе никеля типичной микролегирующей добавкой является бор, который локализуется на ГЗ и упрочняет их. К числу "вредных" примесей относятся сера и висмут, которые хотя и обогащают ГЗ, но при этом ослабляют их.

Постоянно растущие требования к тактико-техническим характеристикам изделий ракетно-космической техники приводят к необходимости разработки новых порошковых ЖС, обладающих более высоким уровнем физико-механических и технологических свойств, а также эксплуатационных характеристик. Материалы с высокими прочностными показателями позволяют увеличить ресурс двигателей, повысить отношение тяги двигателей к их массе, снизить расход топлива, а главное, обеспечить большую безопасность полетов и запуска. Требование повышения эксплуатационных характеристик деталей и узлов ракетных двигателей приводит к необходимости создания порошковых ЖС нового поколения, отличающихся от применяемых в настоящее время существенно более

высокими эксплуатационными показателями в широком интервале температур. В порошковых ЖС нового поколения особое внимание следует уделить упрочнению ГЗ. Возможно, именно такой подход позволит вплотную приблизиться к решению проблемы, безрезультатно исследуемой в течение длительного времени – созданию сплавов с равнопрочными элементами микроструктуры, включая матрицу сплава и границы раздела.

### **3.1. Универсальная система легирования порошковых конструкционных сплавов, предназначенных для эксплуатации при повышенных температурах**

Универсальными легирующими элементами в ЖС назовем элементы, добавление которых увеличивает когезивную прочность как матрицы, так и ГЗ в любых поликристаллических сплавах, независимо от металла основы: никеля, титана или хрома [3.13]. В последнее время было показано, что среди универсальных добавок имеются переходные металлы, обладающие большой склонностью к сегрегации на ГЗ [3.13, 3.14, 3.15, 3.16].

Для оценки вклада каждого из легирующих элементов в энергию когезии сплава в работах [3.5, 3.13, 3.14] предложено использовать парциальную молярную энергию когезии  $\chi_i = \partial E_{coh} / \partial c_i$   $i$ -го компонента сплава. Таким образом, в реальных сплавах характер влияния каждого из легирующих элементов на силы связи атомов в матрице определяется значением этой энергии.

Методика оценки влияния легирующих элементов и примесей на состояние ГЗ в сплавах изложена в работах [3.13, 3.15, 3.16]. Для оценки влияния необходимо, во-первых, исследовать склонность добавок к сегрегации на ГЗ и, во-вторых, определить характер влияния сегреганта на когезивную прочность ГЗ.

Для оценки когезивной прочности ГЗ можно использовать энергию *расщепления* границы  $W_{sep}$  [3.17]:

$$W_{sep} = 2\gamma_s - \gamma_{gb}, \quad (1)$$

где  $\gamma_s$  - энергия свободной поверхности, возникающей при расщеплении бикристалла вдоль ГЗ;  $\gamma_{gb}$  - энергия ГЗ.

Сегрегация примеси на ГЗ и внешней поверхности изменяет энергию расщепления границы  $W_{sep}$ . Значение  $W_{sep}$  границы, содержащей атомы примеси, связано с работой расщепления чистой ГЗ  $W_{sep}^0$  следующим соотношением [3.18]:

$$W_{sep} = W_{sep}^0 + \Gamma (E_{seg}^s - E_{seg}^{gb}), \quad (2)$$

где  $\Gamma$  - поверхностное сгущение примеси на ГЗ;

$E_{seg}^s$  и  $E_{seg}^{gb}$  - энергии сегрегации примеси на внешней поверхности и ГЗ, соответственно.

Эффективность влияния конкретной примеси на работу расщепления ГЗ удобно оценивать с помощью параметра  $\eta$  (фактор зернограничного упрочнения) [3.16]:

$$\eta = (W_{sep}^0 - W_{sep})/\Gamma = E_{seg}^s - E_{seg}^{gb}. \quad (3)$$

Таким образом, для оценки степени упрочнения-ослабления ГЗ вследствие сегрегации необходимо найти значения параметров  $\eta$  и  $E_{seg}^{gb}$  [3.16]. Знак эффекта (упрочнение или ослабление) определяется следующим образом: энергия сегрегации  $E_{seg}^{gb}$  является отрицательной, если примесь стремится к обогащению ГЗ, а параметр  $\eta$  является отрицательной величиной, если примесь упрочняет ГЗ (или, что эквивалентно, увеличивает  $W_{sep}$ ).

Эффективным способом определения параметров  $\eta$  и  $E_{seg}^{gb}$  в сплавах являются первопринципные методы расчета электронной структуры, основанные на теории функционала электронной плотности. Детали проведения подобных расчетов применительно к сплавам на основе никеля можно найти в работах [3.15, 3.16, 3.19], а к сплавам на основе титана - в работе [3.20].

Итак, универсальные легирующие элементы в поликристаллических ЖС, способствующие повышению когезивной прочности как матрицы сплавов, так и ГЗ, должны иметь положительные значения параметра  $\chi_i = \partial E_{coh} / \partial c_i$  (парциальная молярная энергия когезии) и отрицательные значения параметров  $\eta$  и  $E_{seg}^{gb}$ .

### **3.2. Жаропрочные сплавы на основе никеля**

#### **Система легирования никелевых жаропрочных сплавов.**

Система включает следующие группы легирующих элементов:

- $\gamma'$  – образующие элементы, такие как Al, Ti, Nb (Ta), обеспечивающие образование в  $\gamma$  – матрице (твердый раствор на основе никеля) выделений упрочняющей  $\gamma'$  – фазы. В современных никелевых ЖС объемная доля  $\gamma'$  – фазы может достигать 65 - 70%;
- тугоплавкие переходные металлы W, Mo, Re, Ta (Hf), способствующие замедлению диффузионных процессов в сплаве и повышающие сопротивление ползучести. В течение последнего десятилетия в качестве перспективной добавки такого рода рассматривался Ru, однако в настоящее время исследования Ru-содержащих никелевых ЖС практически не проводятся;
- вводимый во многие никелевые ЖС углерод, способствующий образованию карбидных фаз, также упрочняющих сплавы, особенно при высоких температурах. Отметим, что в "классических" кобальтовых ЖС именно карбиды являются основной упрочняющей фазой;
- содержащиеся в большинстве никелевых ЖС микролегирующие добавки, в основном бор, сегрегация которого на ГЗ поликристаллических ЖС способствует упрочнению границ. Введение кобальта во многие никелевые ЖС продиктовано в основном технологическими причинами.

Следует иметь в виду, что приведенная классификация легирующих элементов в никелевых ЖС условна, поскольку воздействие многих элементов на структуру и свойства сплавов является многофакторным.

Например, тугоплавкие металлы Nb и Ta, содержащиеся в твердом растворе  $\gamma$  – матрицы и  $\gamma'$  – фазы одновременно способствуют как увеличению количества  $\gamma'$  – фазы, так и повышению сопротивления ползучести.

Таким образом, современные никелевые ЖС представляют собой сложные по структуре многокомпонентные системы. При создании новых ЖС методами порошковой металлургии в первую очередь следует опираться на опыт, накопленный при разработке и эксплуатации традиционных никелевых ЖС. При выборе легирующих элементов и их количественного соотношения можно использовать эмпирические регрессионные модели, применяемые при разработке литейных ЖС. В этих моделях устанавливается эмпирическая корреляция между конкретным параметром сплава, например, температурой плавления (солидус), и химическим составом [3.21, 3.22]. Применимость подобных моделей, построенных в основном на базе данных литейных ЖС, к дисковым сплавам показана в работах [3.23, 3.24].

При разработке химического состава никелевых ЖС по методикам [3.21, 3.22, 3.23, 3.24] следует руководствоваться следующими критериями:

- количество  $\gamma'$  – образующих элементов, в частности сумма Al + Ti + Nb, должно обеспечивать образование 65 - 70 об. % упрочняющей  $\gamma'$  – фазы;

- необходимость контроля величины несоответствия параметров кристаллических решеток  $\gamma$  - матрицы и упрочняющей  $\gamma'$  – фазы (так называемый "мисфит"  $\delta \sim a_{\gamma} - a_{\gamma'}$ ). Ранее в работах [3.25, 3.26] было показано, что оптимальным мисфитом для никелевых ЖС является небольшое положительное значение;

- температуры плавления сплава (solidus)  $T_m$  и полного растворения  $T_{пр}$  (solves)  $\gamma'$  – фазы в нем должны быть значительно выше предполагаемых рабочих температур. При выборе химического состава новых порошковых ЖС для оценки  $T_m$  и  $T_{пр}$  можно ориентироваться на аналогичные значения в близких по химическому составу литейных сплавах;

- необходимость оценки склонности сплава к образованию топологически плотноупкованных фаз, вызывающих охрупчивание. Такие оценки обычно делают с помощью одной из модификаций метода

PHASOMP, который позволяет, например, рассчитать значение  $M_d$  - параметра электронной структуры для сплава заданного химического состава и сравнить его с критической величиной  $M_d$  для данного семейства сплавов (см., например, [3.27]);

- проведение оценки влияния легирующих элементов на когезивную прочность никелевых ЖС с помощью параметров  $\chi_i = \partial E_{coh} / \partial c_i$  и  $\eta$ .

### Когезивная прочность $\gamma$ - матрицы и границ зерен никелевых жаропрочных сплавов

Распределение легирующих элементов в никелевых сплавах по расчетным значениям парциальной молярной энергии когезии  $\chi$  показано на рисунке 3.1 [3.5]; там же для сравнения приведены экспериментальные значения энергий когезии чистых элементов  $E_{coh}/4$  [3.7]. Видно, что наиболее эффективными легирующими добавками с точки зрения энергии когезии являются W, Ta, Re и Os. Если исключить из системы легирования Os (например, потому, что он образует летучий и ядовитый окисел  $OsO_4$ ), то основу легирующих элементов  $\gamma$  - матрицы никелевых сплавов составят W, Ta и Re - базовые элементы системы легирования монокристаллических никелевых ЖС [3.1, 3.2, 3.12].

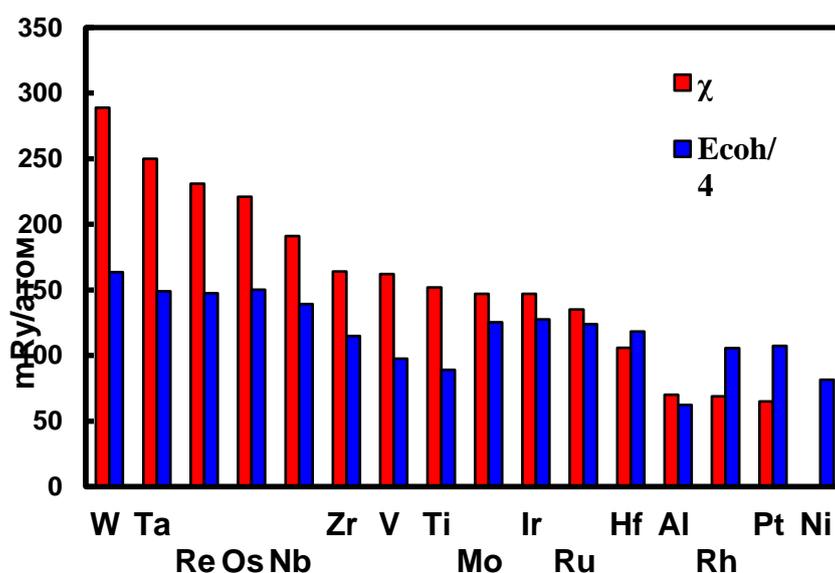


Рисунок 3.1 - Рассчитанные значения параметра  $\chi$  в никелевых сплавах и экспериментальные величины энергий когезии чистых (деленные на 4) элементов для обобщенной системы легирования жаропрочных никелевых сплавов [3.5]

Для определения легирующих элементов, упрочняющих ГЗ в поликристаллах никелевых ЖС, были рассчитаны значения параметров  $\eta$  и  $E_{seg}^{gb}$  [3.13, 3.14, 3.15, 3.16].

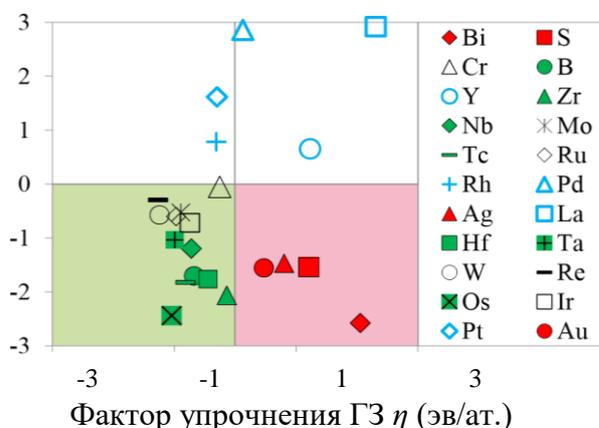


Рисунок 3.2 - Диаграмма  $E_{seg}^{gb} - \eta$  (зависимость энергии зернограницной сегрегации от фактора упрочнения ГЗ). Элементы, которые упрочняют ГЗ, расположены в нижнем левом квадранте; охрупчивающие ГЗ элементы расположены в правом нижнем квадранте. Элементы в верхних квадрантах не обогащают ГЗ и потому не оказывают на них влияния [3.16].

На диаграмме  $\eta - E_{seg}^{gb}$  рисунка 3.2 приведены полученные значения указанных параметров для обобщенной системы легирования никелевых ЖС, которая включает полные семейства 4d и 5d переходных металлов [3.16]. Элементы, упрочняющие ГЗ, расположены в нижнем левом квадранте, а элементы охрупчивающие ГЗ - правом нижнем квадранте. Элементы в верхних квадрантах не обогащают ГЗ и потому не оказывают на них влияния [3.16].

В идеале, желательно выявить элементы с большими отрицательными значениями параметров  $E_{seg}^{gb}$  и  $\eta$ ; эти элементы находятся в левом нижнем углу диаграммы, рисунок 3.2. Такие элементы располагаются "по диагонали" (за исключением Os, и в меньшей степени Tc): элементы, которые в наибольшей степени упрочняют ГЗ (большие отрицательные значения параметра  $\eta$ ), имеют умеренные значения энергии сегрегации  $E_{seg}^{gb}$ , а элементы, которые являются самыми сильными сегрегантами, умеренно упрочняют ГЗ.

Из рисунка 3.2 следует, что наибольшие отрицательные значения параметра  $E_{seg}^{gb}$  имеют Вi, S, В, Zr, Nb, Тс, Ag, Hf, Та, Os, Au. Поскольку Вi, S, Ag, Au имеют положительные значения параметра  $\eta$ , то есть будут снижать энергию когезии матрицы, то их можно исключить из потенциальной универсальной системы легирования.

Кроме этого, исключены также Os и Тс как вредные для здоровья элементы: Тс является радиоактивным, а Os, как уже указывалось, имеет летучий и ядовитый окисел  $OsO_4$ .

Таким образом, к универсальным легирующим элементам, способствующим упрочнению ГЗ в никелевых ЖС и не снижающим энергию когезии матрицы, отнесены Zr, Nb, Hf, Та и В. В работе [3.16] эти элементы названы "малолегирующими добавками" (low-alloying additions), поскольку для упрочнения ГЗ не требуется большого количества "зернограничных элементов". Отметим, что в число малолегирующих элементов в никелевых ЖС входит традиционная микролегирующая добавка – бор, а остальные элементы представляют поверхностно-активные переходные металлы.

### **3.3. Жаропрочные сплавы на основе титана**

#### **Особенности структуры титана и его системы легирования**

Титановые ЖС используют в основном в авиакосмическом двигателестроении для изготовления узлов и деталей компрессора [3.8, 3.9, 3.31]. Особенностью титана как основы конструкционных сплавов является полиморфное превращение, в результате которого при температуре 882 °С высокотемпературная модификация с ОЦК решеткой ( $\beta$ -фаза) превращается в низкотемпературную фазу с плотноупакованной гексагональной решеткой ( $\alpha$ -фаза) [3.32]. В качестве основы титановых ЖС предпочтительно использование  $\alpha$ -модификации титана, так как диффузионные процессы, контролирующие сопротивление ползучести при повышенных температурах, в плотноупакованной  $\alpha$ - фазе протекают медленнее, чем в менее плотноупакованной  $\beta$  - фазе [3.32,3.33]. По этой причине именно

температура полиморфного превращения  $T_{\alpha-\beta}$  ограничивает сверху потенциальную область применения титановых ЖС, а обязательным легирующим элементом ЖС является алюминий, который образует с титаном твердый раствор замещения и существенно повышает температуру  $T_{\alpha-\beta}$ .

Принято считать, что максимальное количество алюминия в титановых ЖС не должно превышать 7 мас. %, поскольку выше этого предела в сплаве может происходить упорядочение с образованием интерметаллидной фазы  $Ti_3Al$ , вызывающей охрупчивание сплава. Вместе с тем вопрос о максимально допустимом количестве алюминия  $Al_{max}$  в титановых ЖС остается открытым, поскольку эти сплавы являются многокомпонентными системами, в которых значение  $Al_{max}$  может изменяться как в сторону меньших, так и больших значений.

Разработанные к настоящему времени титановые ЖС предназначены для эксплуатации при температурах до  $T_p \sim 600 \div 650^\circ C$ : (BT18У, BT25У, BT36, BT41, IMI-834, IMI-829) и имеют близкие системы легирования (Ti, Al, Zr, Sn, Mo, Si, Nb). Кроме того, особенностью сплавов BT25У, BT36 и BT41 является дополнительное введение в систему легирования W.

Легирование титановых ЖС алюминием в качестве  $\alpha$ -стабилизатора способствует повышению прочности и упругих модулей титана, а также снижению плотности. Олово потенциально менее сильный  $\alpha$ -стабилизатор и упрочнитель твердого раствора по сравнению с алюминием, однако его часто вводят в титановые ЖС в сочетании с Al для достижения большей прочности без охрупчивания. Титановые ЖС обычно также содержат цирконий, который образует с титаном непрерывный ряд твердых растворов, повышает прочность при низких и средних температурах, однако уменьшает температуру полиморфного превращения  $T_{\alpha-\beta}$ , тем самым снижая уровень максимальных рабочих температур. Поэтому количество Zr в титановых ЖС обычно не превышает 5 мас. %; при увеличении количества Zr более 5-6 % может происходить уменьшение пластичности и сопротивления ползучести.

Таким образом, рабочие температуры титановых ЖС, ниже таковых в никелевых ЖС, хотя температура плавления титана ( $\sim 1668$  °С) выше температуры плавления никеля ( $\sim 1455$  °С). На жаропрочность титановых ЖС влияет полиморфное превращение, температура которого  $T_{\alpha-\beta}$  ограничивает сверху рабочие температуры титановых ЖС. Однако в титановых ЖС системы Ti-Al температура  $T_{\alpha-\beta}$  достигает 1000 °С, и обращает на себя внимание тот факт, что максимальная температура эксплуатации  $T_p \sim 650$  °С этих сплавов лежит значительно ниже температуры полиморфного превращения.

Таким образом, максимальные температуры эксплуатации современных титановых ЖС не превышают 650 °С. Сложившееся положение дел в области титановых ЖС либо объективно отражает предельные возможности металлических титановых сплавов, либо свидетельствует об исчерпании ресурса традиционной материаловедческой базы, используемой для создания новых сплавов.

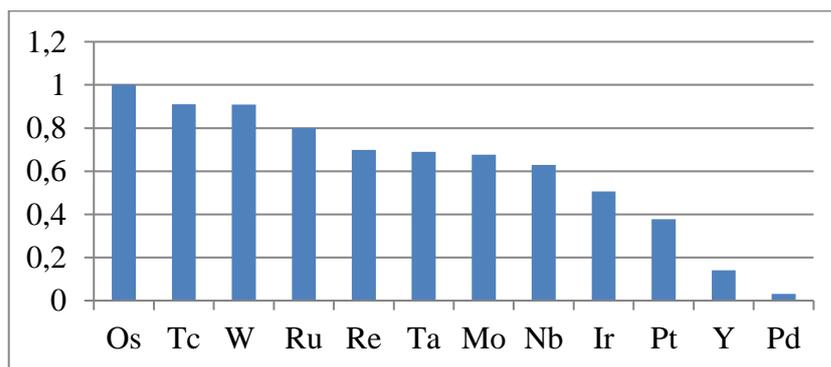
Авторами [3.20] предпринята попытка разработки нового металлического титанового ЖС с повышенным температурным ресурсом с использованием излагаемой в данной работе концепции когезивной прочности, согласно которой сопротивление ползучести при повышенных температурах определяется силами связи атомов в сплаве.

### **Энергия когезии твердых растворов на основе $\alpha$ - и $\beta$ - фаз в титановых сплавах. Выбор системы легирования опытного жаропрочного сплава.**

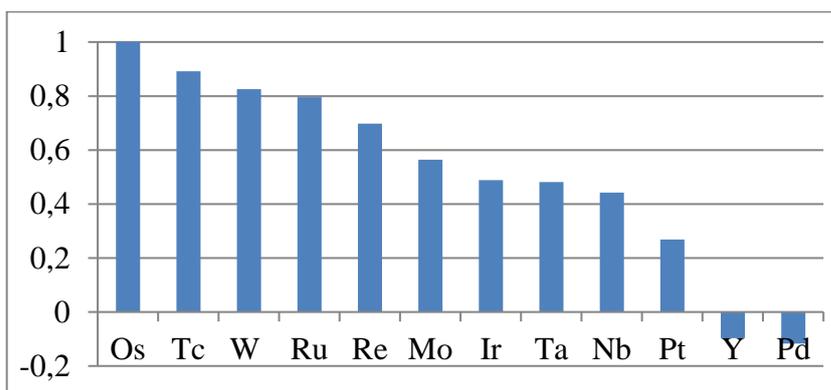
Расчетные значения параметров  $\chi_i / \chi_{\max}$  ( $\chi_{\max}$  - максимальное значение парциальной молярной энергии когезии в ряду исследуемых элементов) в  $\alpha$ - и  $\beta$  – фазах Ti сплавов приведены на рисунке 3.3 (а – фаза  $\alpha$ , б – фаза  $\beta$ ). Ряд эффективных легирующих элементов в титановых сплавах (рисунок 3.3) начинается с Os и Tc, которые обычно не используются при легировании по экологическим соображениям. Поэтому для увеличения сил связи в матрице (на основе  $\alpha$ - и  $\beta$  – фаз) можно рекомендовать легирование W и следующими за ним химическими элементами.

Анализ состояния  $\beta$  - фазы в титановых ЖС является важным моментом исследований, поскольку полиморфное превращение ( $\beta$  -  $\alpha$ ) в титановых сплавах обычно не идет до конца, в сплавах сохраняется некоторое количество высокотемпературной  $\beta$  - модификации, и легирующие элементы не должны существенно ухудшать характеристики остаточной  $\beta$  - фазы.

Наибольший вклад вольфрама в когезивную прочность матрицы титановых ЖС говорит о том, что при развитии системы легирования нового поколения ЖС с повышенной рабочей температурой следует ориентироваться на химический состав известных сплавов, содержащих вольфрам. Например, титановый ЖС ВТ25 [3.8], 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 недостаточно жаростоек: сплав начинает интенсивно окисляться уже при температуре 450 °С.



(a)



(б)

Рисунок 3.3 - Относительные значения параметров  $\chi_i$  в Ti сплавах (а – фаза  $\alpha$ , б – фаза  $\beta$ )

Теоретические оценки энергии сегрегации легирующих элементов на границах раздела  $\alpha$  - титановых сплавов показывают, что в титановых сплавах, как и в никелевых ЖС, к числу поверхностно-активных переходных металлов относятся Zr и Hf. Поэтому целесообразно проверить эффективность этих элементов в опытном варианте нового титанового ЖС.

Таким образом, полученные расчетные данные позволяют определить сравнительно простую систему легирования опытного титанового ЖС: Ti-Al-W-Zr-Hf. Согласно патенту [3.34], новый титановый жаропрочный сплав СТ6У имеет следующий химический состав: Ti- (5 - 7,5) Al- (5 - 7,5) W- (3 - 5,0) Zr- (0,05 - 0,2) Hf (масс. %).

### **Технология получения и механические свойства литейного титанового ЖС (СТ6У)**

Легирование сплава СТ6У большим количеством вольфрама – тяжелого тугоплавкого металла - потребовало разработки специальной технологии его выплавки с использованием лигатур, подробности которой изложены в работах [3.35, 3.36]. Подчеркнем, что сплав СТ6У разработан как для самостоятельного применения в литейном варианте, так и для использования в качестве слитков-электродов в гранульной металлургии.

Согласно патенту [3.34], несколько опытных композиций 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, которая определялась с помощью дериватографа по максимальной температуре, до которой не наблюдалось окисление металла (по привесу).

Результаты испытаний образцов на растяжение, ударный изгиб, длительную прочность и ползучесть нескольких вариантов нового литейного сплава СТ6У, и одного из лучших титановых ЖС ВТ18У (для сравнения) представлены в патенте [3.34]. Приведенные в патенте данные показывают, что опытный сплав СТ6У заметно превосходит известный сплав

BT18 по показателям прочности и жаропрочности при температурах 750 - 800 °С. Установлено также, что сплав СТ6У обладает повышенной стойкостью к окислению по сравнению со сплавом BT18У.

**Порошковый вариант сплава СТ6У.** Разработанная технология производства отливок из сплава СТ6У [3.35, 3.36] позволила получить высококачественные плотные слитки с равномерным распределением легирующих элементов, из которых методом винтовой прокатки были изготовлены прутки диаметром 60 мм. Для центробежного распыления на гранулы (размером  $\leq 250$  мкм) использовали как прутки сплава СТ6У, так и известные титановые ЖС BT18У и BT25У для сравнения. Компактирование порошков титановых сплавов проводили с помощью горячего изостатического прессования, получая тонкостенные компактные заготовки типа "корпус".

Результаты испытаний механических свойств гранулированных сплавов СТ6У, BT18У и BT25У представлены на рисунке 3.4.

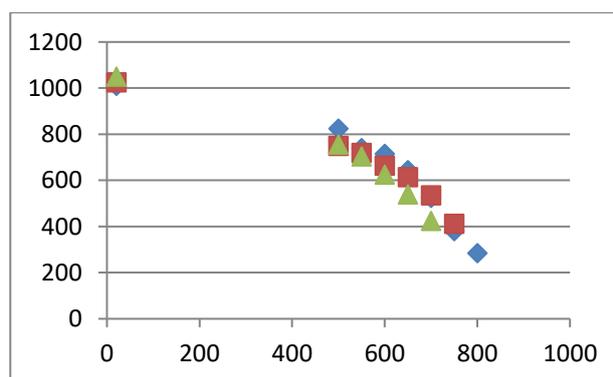


Рисунок 3.4 - Механические свойства (значения предела прочности  $\sigma_B$ ) гранулированных титановых сплавов СТ6У (■), BT18У (◇) и BT25У (▲).

Сопоставление значений предела прочности гранулированных сплавов СТ6У, ВТ18У и ВТ25У при температурах 20-800 °С, рисунок 3.4, показывает, что при кратковременных испытаниях прочность опытного сплава СТ6У не уступает лучшим отечественным титановым ЖС.

Результаты испытаний гранулированных сплавов СТ6У, ВТ18У и ВТ25У на длительную прочность [3.35] 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 при больших значениях параметра Ларсона-Миллера  $P$  (с увеличением ресурса и температуры) опытный сплав СТ6У уже не уступает сплаву ВТ18У и по-прежнему превосходит сплав ВТ25У, например, при температуре 800 °С под нагрузкой 118 МПа. Судя по характеру изменений параметров  $\lg(\sigma) - P$  на диаграмме Ларсона-Миллера, сплав СТ6У обладает самой высокой стабильностью структуры среди исследованных сплавов.

Таким образом, в диссертационной работе предложена концепция универсального легирования жаропрочных сплавов элементами, повышающими энергию когезии матрицы и когезивную прочность границ зерен. Вклад каждого из легирующих элементов в энергию когезии сплава определяется по значениям парциальной молярной энергии когезии  $\chi_i = \partial E_{coh} / \partial c_i$   $i$ -го компонента сплава. Для оценки когезивной прочности границ зерен используется энергия *расщепления* границы зерен  $W_{sep}$ . Представлены результаты расчета параметров когезивной прочности сплавов на основе никеля и титана с помощью первопринципных методов расчета электронной структуры, основанных на теории функционала электронной плотности.

Полученные расчетные данные использованы для разработки химического состава нового поколения жаропрочных сплавов на основе никеля (НГК-6) и титана (СТ6У), получаемых методом порошковой металлургии. Исследованы микроструктура, проведены испытания механических свойств опытных сплавов. Установлены условия эксплуатации (температура, нагрузка, время до разрушения), при выполнении которых опытные сплавы обладают преимуществами по сравнению с известными литейными и порошковыми сплавами.

#### **Глава 4. Гранулированный сплав с эффектом памяти формы на основе никелида титана для изделий ракетно-космической техники**

Сплавы на основе никелида титана (TiNi) с эффектом памяти формы (ЭПФ) представляют собой многофункциональные материалы, которые сочетают свойства разных по своим функциям материалов. С одной стороны, TiNi-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 TiNi-сплавах наблюдается большой по величине эффект памяти формы (ЭПФ), обусловленный термоупругим мартенситным превращением: величина обратимой деформации составляет 6 – 8 % при степени восстановления формы до 100 % [4.1, 4.2, 4.3].

Интерметаллид TiNi имеет упорядоченную ОЦК структуру (B2, типа CsCl) и является почти единственным соединением с решеткой CsCl, которое хорошо деформируется в горячем и холодном состояниях. Получению максимальных значений стабильного ЭПФ в сплаве способствует повышение однородности химического состава сплава и дисперсности его микроструктуры. Для получения однородной и дисперсной микроструктуры, вплоть до ультрамелкозернистого состояния с наномасштабным размером зерен  $\leq 100$  мкм, используют различные, часто уникальные методы деформации: кручение под давлением в камере Бриджмена, равноканальное угловое прессование, винтовую экструзию и аккумулярованную прокатку (эти методы обычно объединяют термином интенсивная пластическая деформация - severe plastic deformation) [4.4, 4.5, 4.6, 4.7]. Для этой цели используются так же традиционные технологии термомеханической обработки, когда получаемая микроструктура обеспечивает заданные значения параметров ЭПФ.

Образование нанокристаллической структуры в сплавах TiNi способствует как повышению прочности, так и улучшению параметров ЭПФ.

Однако положительное изменение функциональных свойств TiNi-сплавов не проявляется сразу после интенсивной пластической деформации: для этого необходимо сначала аморфизировать сплав, а затем сформировать оптимальную структуру с помощью термической обработки [4.8, 4.9].

Известно, что одним из эффективных способов производства сплавов, однородных по химическому составу и микроструктуре, является порошковая металлургия, составной частью которой является металлургия гранул [4.10, 4.11]. При получении порошков путем плазменного распыления вращающегося электрода капли расплава и затвердевают в свободном полете в среде инертного газа в виде микрослитков-гранул с высокой скоростью охлаждения ( $10^3$ - $10^4$  град/с) и имеют почти идеальную сферическую форму. Последующее компактирование гранул, обычно проводимое с помощью горячего изостатического прессования (ГИП), обеспечивает получение деталей почти готовой формы. Эта технология существенно улучшает эксплуатационные характеристики конструкционных сплавов. Например, в гранульных жаропрочных никелевых сплавах повышение структурной и химической однородности обычно сопровождается увеличением дисперсности микроструктуры компакта и повышением прочности сплавов, причем не только кратковременной, но и длительной при повышенных температурах [4.12, 4.13, 4.14]. Аналогичная тенденция наблюдается и в гранульных титановых сплавах [4.15, 4.16, 4.17].

В настоящей работе исследована эффективность технологии гранульной металлургии и последующей горячей пластической деформации для повышения механических свойств и функциональных характеристик интерметаллидного сплава на основе TiNi. Учитывая положительное влияние деформации на структуру и служебные характеристики TiNi-сплавов, гранулированный сплав ТН-1 в компактированном состоянии (после проведения ГИП) подвергали винтовой прокатке (радиально-сдвиговой деформации) и получали заготовки для изготовления исполнительного элемента замкового соединения безударного разделения в виде втулки.

Проведены испытания конструкционных и функциональных свойств гранулированного сплава на разных этапах изготовления заготовок втулок замкового соединения, а также испытания работоспособности опытной партии модельных замковых соединений, необходимых для создания нового поколения замковых соединений безударного разделения конструкций в изделиях ракетно-космической техники.

#### **4.1 Выбор модельного замкового соединения. Разработка КД на элементы модельного замкового соединения с учётом изготовления из сплавов с ЭПФ. Проведение оценочных испытаний выбранного сплава с ЭПФ.**

Для замкового соединения применяли сплав марки ТН-1. Химический состав сплава ТН-1 по ТУ1-809-275 представлен в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Химический состав сплава ТН-1

Легирующие элементы, масс. %							
никель	титан	углерод	железо	кремний	азот	кислород	водород
основа	43,4-46,6	0,05	0,1	0,1	0,009	0,18	0,009

Сплав ТН-1 имеет следующие функциональные свойства: степень восстановления формы (95-100) %; напряжения, развиваемые в процессе восстановления формы – (300-500) МПа, удовлетворяющие требованиям ТЗ: степень восстановления формы  $\geq 95$  %; напряжения, развиваемые в процессе восстановления формы  $\geq 200$  МПа. Этот сплав является наиболее оптимальным по своим характеристикам. Он выбран для изготовления рабочего элемента замкового соединения.

##### **4.1.1 Проведение оценочных испытаний выбранного сплава с ЭПФ**

Для определения функциональных характеристик: температур прямого и обратного мартенситных превращений, величины обратимой деформации

проведены оценочные испытания сплава ТН-1 (нитинол). Результаты испытаний приведены в таблицах 4.2 и 4.3.

Таблица 4.2- Результаты испытания образцов для оценки температур прямого и обратного мартенситных превращений сплава ТН-1

Номер образца	Температура, °С			
	Температура начала прямого мартенситного превращения, $M_H$	Температура окончания прямого мартенситного превращения, $M_K$	Температура начала обратного мартенситного превращения, $A_S$	Температура окончания обратного мартенситного превращения, $A_f$
1	49	35	65	86
2	47	33	62	84
3	50	36	68	88

Испытания выполнены на термоанализаторе модели ТМ-30-004 на образцах  $\varnothing 5 \times 15$  мм изготовленных из прессованного прутка  $\varnothing 30$  мм.

Результаты испытаний функциональных характеристик показали, что сплав ТН-1 имеет оптимальные температурные интервалы прямого и обратного мартенситных превращений, которые позволяют реализовать эффект памяти формы данного материала при температурах до 120 °С, что соответствует требованиям ТЗ и имеет высокий уровень обратимой деформации (~ 6,5 %), при этом как наиболее близкий стандартный сплав имеет значения (3-4) %.

Таблица 4.3- Результаты испытания образцов для оценки величины обратимой деформации сплава ТН-1

Номер образца	Величина обратимой деформации, %
1	6,5
2	7,0
3	6,8
4	6,2
5	6,7
6	6,2
7	6,9
8	6,5
9	6,8
10	6,5

Испытания выполнены на разрывной машине модели Р 0,5 на образцах  $\varnothing 1 \times 150$  мм изготовленных из волооченной проволоки  $\varnothing 1$  мм.

#### 4.1.2 Выбор модельного замкового соединения

Существующие замковые соединения отличаются большим разнообразием, как в конструктивном исполнении, так и по принципу действия в зависимости от источника, инициирующего её срабатывание. В настоящее время в изделиях отрасли для целей разделения применяются механические замковые системы на основе детонирующих пирозарядов. Обеспечивая достаточную надежность при работе, они отличаются рядом недостатков, прежде всего инициированием больших виброударных нагрузок. С развитием высокоточных и высокочувствительных оптических и электронных приборов, применяющихся в ракетно-космической технике, остро встаёт вопрос о снижении ударных нагрузок на конструкции изделий. Эта задача может быть решена за счёт использования в системах разделения инициаторов на других физико-химических принципах. Одним из таких вариантов является конструкция с использованием сплавов с ЭПФ на основе титана, а в качестве инициатора – химический источник тепла.

Изготовление замковых соединений с рабочими элементами из сплава с ЭПФ возможно как в форме стержня, так и втулки. Схемы этих

конструкций представлены на рисунках 4.1 и 4.2 соответственно. В первом случае (рисунок 4.1), предварительно деформированный на растяжение стержень А, при нагреве в составе конструкции «вспоминает» свою начальную форму и стремится уменьшить свою длину. Возникшие в результате этого внутри стержня реактивные напряжения вызывают его разрушение по заранее нанесенному концентратору Б.

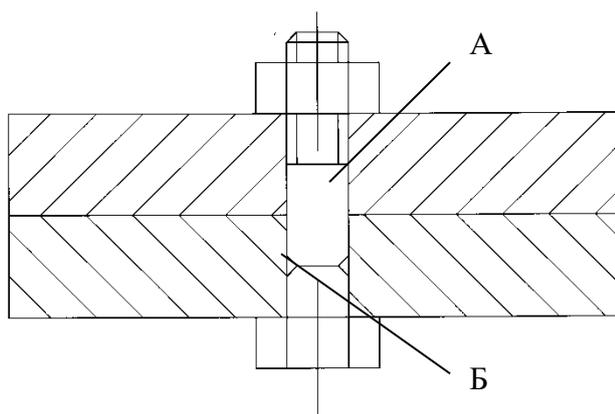


Рисунок 4.1 – Схема конструкции со стержнем из сплава с ЭПФ

Данная конструкция имеет следующие недостатки:

- для срабатывания замка необходимо обеспечить быстрый и равномерный нагрев стержня по всему объему;
- при сборке конструкции необходимо контролировать момент затяжки гайки;
- стержень с концентраторов воспринимает все механические нагрузки конструкции.

Таким образом, данная конструкция имеет низкую степень надежности и её не следует применять в изделиях ответственного назначения.

Во втором случае (рисунок 4.2), предварительно деформированная на уменьшение диаметра втулка А при нагреве в составе конструкции «вспоминает» свою начальную форму и восстанавливает свой диаметр освобождая шток Б. В составе данной конструкции нет деталей, работающих на разрушение и есть возможность поместить химический источник тепла во

внутреннем объёме втулки, что позволяет полностью реализовать преимущества материала с памятью формы. Схема с втулкой была выбрана в качестве основы замкового соединения.

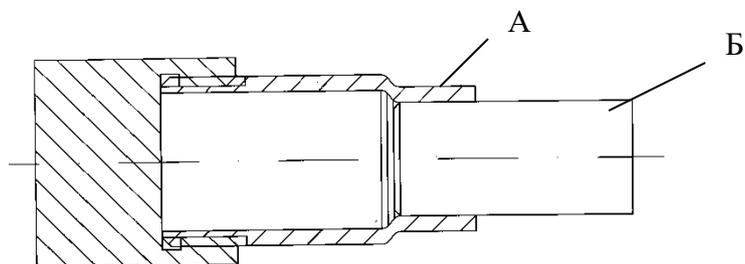


Рисунок 4.2 – Схема конструкции с втулкой из сплава с ЭПФ

#### 4.1.3 Разработка КД на элементы модельного замкового соединения с учётом изготовления из сплавов с ЭПФ

Для оценки работоспособности рабочего элемента из сплава с ЭПФ и корректировки его параметров была разработана конструкторская документация на модельное замковое соединение, общий вид которого представлен на рисунке 4.3.

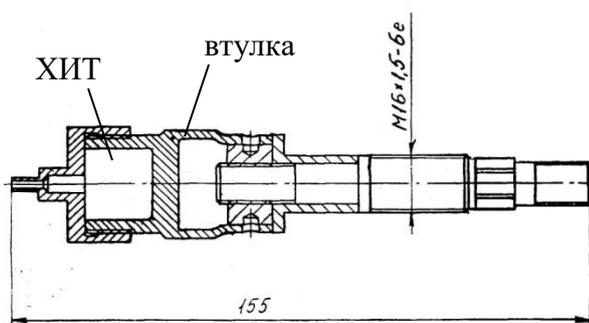


Рисунок 4.3 – Замковое модельное соединение

В выбранной конструкции модельного замкового соединения для нагрева втулки (сплав ТН-1) использовался химический источник тепла (ХИТ). Для формирования требуемого градиента теплового потока внутри втулки от ХИТ, а также для исключения несанкционированного теплового облучения элементов конструкции на внешнюю поверхность втулки будет наноситься теплозащитное покрытие. Все остальные детали замкового соединения выполняются из нержавеющей стали 12Х18Н10Т.

## **4.2 Изготовление прутка на основе Ti с ЭПФ и оценка его качества. Определение и оценка механических свойств экспериментальных образцов. Разработка технологического процесса механической обработки заготовок из сплава ТН-1**

### **4.2.1 Изготовление прутка на основе Ti с ЭПФ и оценка его качества**

Для проведения опытно-экспериментальных работ по сплаву ТН1 и последующему изготовлению модельного замкового соединения согласно разработанному КД необходим исходный прутки диаметром 40 мм. С этой целью были выплавлены двойным вакуумно-дуговым переплавом заготовки диаметром 80 мм, что обеспечило получение в них минимального содержания вредных примесей: кислорода, водорода, азота, свинца, сурьмы, висмута, серы.

Затем литую заготовку прессовали в прутки в два перехода: 1-ый переход - в круг 60 мм, 2-ой переход - в круг 40 мм. Химический состав прутка сплава ТН1 представлен в таблице 4.4.

Таблица 4.4 - Химический состав прутка сплава ТН-1

	Легирующие элементы, масс. %							
	никель	титан	углерод	железо	кремний	азот	кислород	водород
ТН1	основа	43,9	0,05	0,1	0,1	0,009	0,18	0,009
по ТУ1-809-275	основа	43,4 – 46,6	0,05	0,1	0,1	0,009	0,18	0,009

Химический анализ прутка сплава ТН-1 соответствует требованиям ТУ1-809-275.

Визуальный осмотр внешнего вида прутков показал отсутствие на их поверхности дефектов: забоин, трещин, плен, вмятин (рисунки 4.4, 4.5). ТУ1-809-275 допускает глубину залегания дефектов до 2,5 мм.



Рисунок 4.4 - Прессованный пруток диаметром 40 мм из сплава ТН-1



Рисунок 4.5 - Боковая поверхность прутка диаметром 40 мм из сплава ТН1

Визуальный осмотр поперечного среза также показал отсутствие дефектов (рисунок 4.6).



Рисунок 4.6 – Поперечный срез прутка диаметром 40 мм из сплава ТН1

Таким образом, пруток сплава ТН-1 имеет высокое качество поверхности и соответствует по этому параметру требованиям ТУ1-809-275.

#### 4.2.2 Определение и оценка механических свойств экспериментальных образцов

Определены механические свойства образцов, изготовленных из прессованного прутка диаметром 40 мм при температурах (20, 100 и 200) °С. Необходимость испытаний при данных температурах вызвана тем, что химические источники тепла нагревают рабочий элемент из сплава с ЭПФ до 200 °С и для обеспечения надежной работы замкового соединения необходимо знать зависимость прочности сплава в указанном диапазоне температур. Полученные при испытаниях на растяжение механические свойства образцов из сплава ТН-1 (среднее значение по 3-м образцам на точку) представлены в таблице 4.5.

Таблица 4.5 - Механические свойства сплава ТН-1 при (20, 100 и 200) °С

	Температура испытаний, °С	Предел прочности $\sigma_B$ , МПа	Относительное удлинение $\delta$ , %	Относительное сужение $\psi$ , %
образец	20	561,6	8,7	9,3
ОСТ 92-5137-90		540	8	8
образец	100	812,6	20,3	19,3
ОСТ 92-5137-90		790	19	18
образец	200	710,6	26,3	35,3
ОСТ 92-5137-90		690	25	35

Анализ таблицы 4.5 показал, что прочность сплава ТН-1 с ростом температуры не уменьшается, а заметно увеличивается: при 100 °С на 45 %, при 200 °С на 27 % в сравнении с прочностью при 20 °С. При этом пластические свойства ( $\delta$ ,  $\psi$ ) сплава также существенно возрастают с ростом температуры. Это будет обеспечивать требуемую прочность замкового соединения в интервале рабочих температур от 20 °С до 200 °С.

### 4.2.3 Разработка технологического процесса механической обработки заготовок из сплава ТН-1

Технологический процесс по режимам механической обработки сплава ТН-1 разработан на основе проведения экспериментальных работ по исследованию обрабатываемости сплава в операциях точения, растачивания, сверления и фрезерования.

При проведении экспериментов для выбора твердого сплава на операции точения использовали токарный проходной резец с механическим креплением МНТП твердых сплавов ВК10-ОМ, ВК6ОМ, МС3210. Геометрические параметры режущей части резца:  $\alpha=11^{\circ}$ ;  $\gamma=0^{\circ}$ ;  $\varphi=45^{\circ}$ ;  $\varphi_1=15^{\circ}$ ;  $\lambda=0^{\circ}$ ;  $R=0,4$  мм. Испытание проводили при следующем режиме резания:  $V=13,6$  м/мин;  $S=0,1$  мм/об;  $t=1,0$  мм. Критерий затупления  $h_3=0,5$  мм. Результаты испытаний приведены в таблице 4.6.

Таблица 4.6 – Стойкость инструмента из твердых сплавов

Марка твердого сплава	ВК10-ОМ	ВК6ОМ	МС3210
Стойкость $\tau$ , мин	58	34	17

По результатам обработки точением сплава ТН-1 рекомендован твердый сплав ВК10-ОМ.

Выбор марки твердого сплава для обработки растачиванием сплава ТН-1 определяли на инструменте МНТП марки МС3210 с износостойким покрытием, показавшим стойкость, равную 58 мин, на следующих режимах резания:  $V = 13,6$  м/мин;  $S = 0,05$  мм/об;  $t = 0,5$  мм.

Для операции сверления опробовали сверла: с напайными плоскими твердосплавными пластинами (с плоской заточкой по задней поверхности) из ВК3М, ВК6М и ВК8; из быстрорежущих сталей Р18, Р6М5 и с напайными пластинами твердого сплава.

Испытания показали непригодность сверл из быстрорежущих сталей Р6М5, Р18 и малую стойкость сверл с твердосплавными плоскими

пластинами ВК3М. ВК6М. ВК8 (в лучшем случае их хватало на сверление одного отверстия).

В связи с этим рекомендованы сверла с напайными пластинами ВК8 с доработкой геометрии режущей части. При скорости резания  $V = 3,0$  м/мин; стойкость сверла  $\tau = (20-25)$  мин.

Фрезерование проводили дисковыми прорезными фрезами, а также опробовали дисковые фрезы из быстрорежущих сталей Р6М5 и Р18 диаметром 50 x 1,6 мм.

Испытания проводили на следующем режиме резания:  $V = 9$  м/мин,  $S=35$  мм/мин,  $t=1$  мм, критерий затупления  $H_3=0,3$  мм.

Результаты испытаний приведены в таблице 4.7.

Таблица 4.7 – Стойкость инструмента из быстрорежущих сталей

Марка быстрорежущей стали	Р6АМ5	АР18
Стойкость $\tau$ , мин	3	20

По результатам испытаний для операции фрезерования пазов дисковыми прорезными фрезами рекомендована быстрорежущую сталь Р18. При наличии твердосплавного инструмента его применение предпочтительней.

Также провели выбор оптимальных марок твердого сплава при фрезеровании концевыми фрезами. При этом испытывали цельную твердосплавную фрезу диаметром 8 мм из сплава ВК10-ОМ и фрезу с напайными твердосплавными пластинами из сплава ВК8 диаметром 16 мм.

Испытания проводили при следующем режиме резания:  $V=7,9$  м/мин,  $S=35$  мм/мин,  $t=1$  мм, критерий затупления  $H_3=(0,2-0,4)$  мм.

Результаты испытаний приведены в таблице 4.8.

Таблица 4.8 – Стойкость инструмента твердых сплавов

Марка твердого сплава	ВК10-ОМ	ВК8
Стойкость $\tau$ , мин	41	20

По результатам испытаний рекомендован для фрезерования инструментальный материал ВК10-ОМ. При отсутствии этого материала можно рекомендовать фрезы с пластинами ВК8 при скорости резания до  $V=6$  м/мин.

#### **4.3 Разработка технологической схемы изготовления прутка из сплава с ЭПФ, учитывая процесс термосиловой обработки заготовок с целью существенного повышения уровня пластичности без снижения уровня прочности, проведение оценочных испытаний**

Практическое применение сплавов с памятью формы (СПФ) на основе никелида титана в конструкциях различных отраслей техники выдвигает задачу непрерывного повышения комплекса функциональных свойств СПФ и прецизионного управления ими.

В настоящее время широко используют процесс получения прутков из литых слитков методом экструзии (прессования). Однако получение крупных исходных слитков равномерного химического состава является трудной технологической задачей. Имеющаяся химическая неоднородность слитков сохраняется в прессованных прутках, которая значительно влияет на температурный интервал мартенситных превращений в сплавах на основе никелида титана. Изменение содержания никеля на 0,1 % (ат.) влечёт изменение точки начала прямого мартенситного превращения на (10...20) °С. Таким образом, характеристические точки начала и окончания прямого и обратного мартенситного превращения по длине прессованного прутка могут существенно отличаться, что является недопустимым при изготовлении деталей ответственного назначения с регламентированными температурами мартенситных превращений.

Поскольку все функциональные свойства сплавов с памятью формы являются структурно-чувствительными, то эффективным способом управления комплексом этих свойств служит термосиловая обработка (ТСО).

Традиционно к сплавам на основе никелида титана применяется в качестве термосиловой обработки термомеханическая обработка (ТМО).

ТМО заключается в комбинировании в едином цикле термической обработки и пластической деформации металла. При этом фазовые и структурные превращения протекают под влиянием повышенной плотности и закономерного распределения дефектов решетки, вызванных деформацией.

Существуют две основные классические схемы ТМО [4.1]: высокотемпературная (ВТМО) и низкотемпературная (НТМО). Они обе используются для управления комплексом функциональных свойств никелида титана. Практикой установлено, что имеющуюся химическую неоднородность заготовки, устранить с помощью обеих схем ТМО, как и прессованием, невозможно.

Резерв управления функциональными свойствами СПФ с помощью ТМО может быть расширен, если использовать возможность формирования нанокристаллической или субмикроструктурной структуры в сплавах Ti-Ni в условиях накопления больших пластических деформаций. При этом для практических целей важно получить нано- или субмикроструктурную структуру СПФ в массивных заготовках.

Для изготовления деталей замкового соединения выбран стареющий СПФ марки ТН-1. Для ТСО данного сплава выбрана винтовая прокатка, в процессе которой реализуются интенсивные радиально-сдвиговые деформации в условиях неравномерного всестороннего сжатия. В качестве исходных использованы заготовки полученные методом металлургии гранул в ОАО «Композит». Данный метод позволяет получать беспористые равноплотные компактные заготовки однородного химического состава с мелкозернистой структурой.

Интенсивные радиально-сдвиговые деформации, реализуемые при больших углах подачи в процессе винтовой прокатки (радиально-сдвиговая прокатка (РСП), уплотняют металл по всему сечению. Схема радиально-сдвиговой прокатки показана на рисунке 4.7.

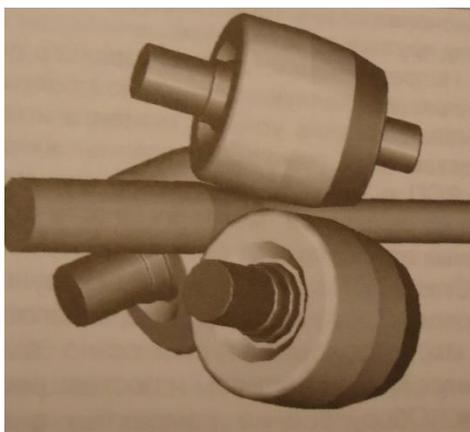


Рисунок 4.7- Схема радиально-сдвиговой прокатки

Геликоидальное истечение металла в очаге деформации по заданным траекториям с замедлением внешних слоев заготовки и ускорением внутренних создает эффект объёмного макросдвига. Металл уплотняется и прорабатывается по всему поперечному и продольному сечению заготовки. Элементы структурного строения металла приобретают форму изотропных обособленных частиц высокой дисперсности, при этом происходит комплексное повышение и стабилизация физико-механических и служебных свойств сплава. Высокие сдвиговые деформации, сосредоточенные в ограниченном объёме очага деформации, сопровождаются управляемым разогревом металла, что позволяет снизить температуру нагрева перед прокаткой, существенно сузить и оптимизировать температурный интервал деформации.

Для опытной прокатки в качестве исходных заготовок использовали компактные заготовки  $\varnothing 45$  мм, полученные из гранул сплава ТН-1 (Ti - 51,5 % (ат.), Ni-остальное) и компактируемые методом горячего изостатического прессования. Внутри одной из заготовок в центральной части размещали стальной сердечник диаметром 19 мм. Микроструктура исходных компактных заготовок представлена на рисунке 4.8.

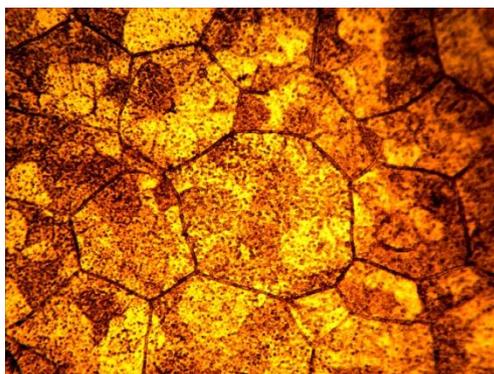


Рисунок 4.8 - Микроструктура исходных компактных заготовок (x200)

Из рисунка 4.8 видно, что в структуре компактных заготовок сохранились единичные следы первоначальных границ гранул.

В соответствии с КД необходимо было получить готовые прутки  $\varnothing(30 - 32)$  мм, длиной (400 – 500) мм.

Термосиловая обработка заготовок проводилась на трёхвалковом стане винтовой прокатки «14-40» (рисунок 4.9). Техническая характеристика стана представлена в таблице 4.9.



Рисунок 4.9 – Внешний вид трёхвалкового стана винтовой прокатки «14-40»

Таблица 4.9 – Основные технические характеристики стана винтовой прокатки «14-40»

<b>Рабочая клетка (тип)</b>	<b>Кольцевая станина закрытого типа</b>
Количество рабочих валков	3
Угол раскатки, град	6
Угол подачи, град	18
Размеры рабочих валков, мм диаметр бочки (max) длина бочки	98,0 85,0
Заготовка	пруток круглого сечения
диаметр, мм длина, мм	18...45 200...1000
Коэффициент вытяжки за проход	до 4
Получаемый пруток диаметр, мм длина, мм	14...42 до 3000
Усилие металла на валок, кН	до 100
Крутящий момент на одном валке, кН·м	до 0,89
Настройка валков	Ручная
Охлаждение рабочих валков	снаружи водой
Электродвигатели главных приводов:	асинхронные, трехфазные
Частота вращения валков, об/мин	90
Мощность главных приводов, кВт	3 x 11,5
Напряжение электрического тока, В	380
Масса рабочей клетки с главным приводом и общей рамой, кг	1500

Рабочие валки стана изготовлены из стали 45Х с термообработкой на твердость (40-45) НRC. На валках имеется калибровка, обеспечивающая получение качественного прутка заданной точности.

Для нагрева заготовок использовали камерную печь электросопротивления с микропроцессорным блоком управления рабочим режимом. Точность поддержания температуры ( $\pm 2$ ) °С. Температура нагрева заготовок под прокатку – 950 °С, оптимальная для сплава ТН-1.

Режимы деформации заготовок представлены в таблице 4.10. Режимы выбирались таким образом, чтобы степень деформации за проход не превышала 20 %. Время нагрева и выдержки заготовок в печи перед прокаткой составляло 60 минут.

Таблица 4.10 - Режимы деформации заготовок из сплава ТН-1 на стане винтовой прокатки

<b>№ заготовки, описание</b>	<b>Диаметр заготовки, мм</b>	<b>Диаметр проката, мм</b>	<b>Степень деформации за проход, %</b>	<b>Токовая нагрузка на привод волка, А</b>
1, сплошная	45	43	4,4	65
	43	37,5	12,8	100
	37,5	32,4	13,3	85
2, сплошная	45	41	8,9	100
	41	37,5	8,5	80
	37,5	32,4	13,3	85
3, со стержнем	45	41	8,9	80
	41	36,4	11,2	85
	36,4	32,4	10,7	75

Деформация каждой заготовки осуществлялась в три прохода с промежуточными подогревами в печи в течение (5-10) минут при температуре 950°C. Процесс прокатки заготовок протекал устойчиво, без каких либо внешних признаков нарушения сплошности тела заготовки и образования поверхностных дефектов. Внешний вид прокатанных прутков Ø32 мм из сплава ТН-1 представлен на рисунке 4.10.



Рисунок 4.10 - Внешний вид прокатанных прутков Ø32 мм из сплава ТН-1

Результаты прокатки показали, что материал компактных заготовок обладает высокой степенью пластичности. Деформационный ресурс материала при выбранных степенях деформации не исчерпан и при выбранной температуре прокатки ограничен только энергосиловыми возможностями прокатного стана. Как видно из таблицы 4.10 нагрузки на привод превышали номинал в 65 ампер на (15-54) %. Микроструктура прутков после прокатки представлена на рисунке 4.11.

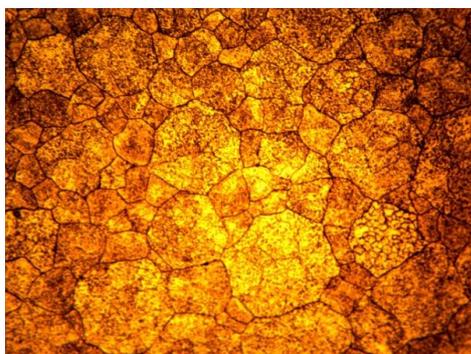


Рисунок 11 - Микроструктура прутков после прокатки (x200)

Из рисунка 4.11 видно, что структура прутков мелкозернистая, отсутствуют исходные границы гранул. Таким образом, в процессе ТСО

произошло существенное измельчение структурных составляющих, глубокая проработка структуры привела к исчезновению исходных границ гранул, что должно положительно повлиять на пластические и прочностные характеристики сплава.

#### 4.3.2 Проведение оценочных испытаний

Для определения механических характеристик полученных прокаткой прутков были изготовлены цилиндрические разрывные образцы с размером рабочей части  $\varnothing 5 \times 30$  мм в соответствии с ГОСТ 1497 (рисунок 4.12).



Рисунок 4.12 – Цилиндрические образцы из прутков сплава ТН-1 для определения механических свойств при растяжении

Результаты механических испытаний прутков, полученных по разным режимам деформации, представлены в таблице 4.11. Для сравнения приведены свойства стандартных прессованных прутков.

Таблица 4.11 – Механические свойства прутков из сплава ТН-1 (Ti -51,5% (ат.) Ni- остальное)

№ заготовки (режим деформации)	Предел прочности, $\sigma_b$ , МПа	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$ , МПа	Относительное удлинение, $\delta$ , %	Относительное сужение, $\psi$ , %
1 сплошная	720,0	600,0	6,2	10,1
2 сплошная	790,0	680,0	16,9	17,2
3 со стержнем	810,0	700,0	17,1	18,3
Стандартная (прессованный прут)	750,0	650,0	12,2	15,2

Из таблицы 4.11 видно, что механические свойства прутков № 2 и № 3, полученных ТСО (винтовой прокаткой) заметно превышают аналогичные характеристики стандартных прессованных прутков.

#### **4.3.2 *Корректировка режимов термосиловой обработки по результатам испытаний***

Анализ микроструктуры прутков показал, что в структуре сплава изредка встречаются недеформированные зерна. Наибольшее число данных отклонений обнаружено в структуре прутка № 1, где имеются различия в величине степени деформации по проходам в процессе прокатки. Проведенные испытания на растяжение образцов из данного прутка выявили низкие значения пластичности. Для устранения данного отклонения была повышена суммарная степень деформации с достигнутых 30,5% до 35,5%. Скорректированный режим термосиловой обработки, обеспечивающий полную проработку структуры и получение равномерной мелкозернистой структуры, представлен в таблице 4.12. Для сравнения указан режим прокатки прутка № 1.

Таблица 4.12 – Скорректированный режим термосиловой обработки

Режим прокатки	Степень деформации по проходам, %	Суммарная степень деформации, %
№1	4,4	30,5
	12,8	
	13,3	
Скорректированный	9,9	35,5
	12,3	
	13,3	

Как видно из таблицы скорректированный режим ТСО отличается более высокой степенью суммарной деформации и более равномерными постоянно возрастающими значениями степени деформации по проходам.

#### 4.4. Разработка технологического процесса получения заготовок сплава с ЭПФ на основе Ti

Для гарантированного функционирования (срабатывания) втулки из сплава ТН-1 замкового соединения выбрана масса заряда 8 грамм, обеспечивающего 2 -3 кратный запас тепловой энергии.

На основании вышеприведённых работ разработан технологический процесс получения компактных заготовок из гранул сплава с ЭПФ на основе титана, получаемых методами гранульной металлургии, горячего изостатического прессования и винтовой прокатки № 932.0102.066.00-11ТП «Технологический процесс получения заготовок сплава с ЭПФ на основе Ti», включающий 25 операций.

Технологический процесс включает следующие основные операции:

- плавка и распыление электрода из сплава ТН-1 в гранулы на установке УЦР-2 (рисунок 4.13);

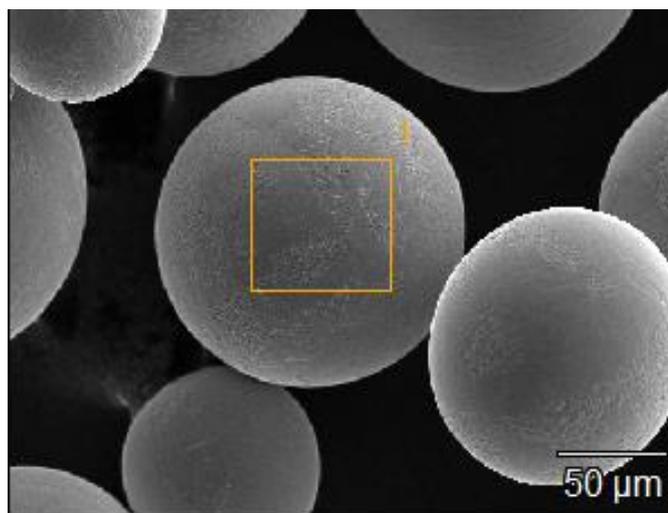


Рисунок 4.13 - Сферические гранулы интерметаллидного сплава ТН-1

Показанные на рисунке 4.13 гранулы имеют правильную сферическую форму, что характерно для технологии центробежного распыления электродов в гранулы на установках УЦР.

- рассев гранул по фракциям, очистка от металлических и неметаллических включений;

- засыпка гранул в капсулу с их виброуплотнением и дегозацией, вакуумирование и заварка горловины капсулы в вакуумной установке СНВ-6.12/3-Н-1;

- компактирование гранул в капсуле в монолитную заготовку в газостате «АВРА»;

- сточка оболочки капсулы с компактной заготовки на токарно-винторезном станке;

- горячая винтовая прокатка компактной заготовки на трёхвалковом стане «14-40».

#### **4.5 Изготовление модельных замковых соединений и проведение контрольных испытаний**

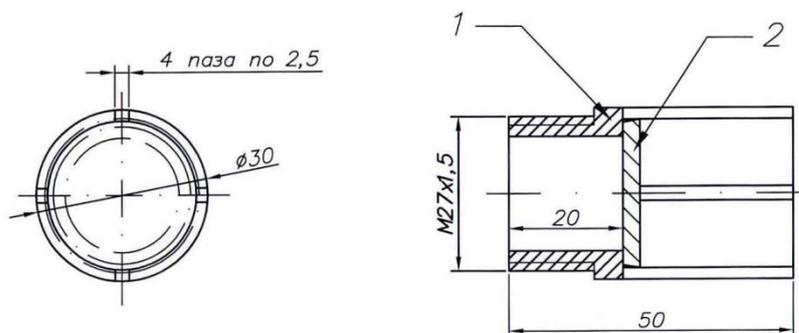
Для оценки работоспособности разработанной конструкции замкового соединения были изготовлены 8 модельных замковых соединений. Первая серия из 4 втулок изготовлена из заготовок полученных методом прямого ГИП, вторая серия из 4 втулок изготовлена из заготовок полученных методом ГИП и последующей винтовой прокаткой. На все втулки был нанесён теплозащитный материал SUPERSIL-S (ТУ 5952-156-176-44763-09) с помощью высокотемпературного клея КМ-41М (ОСТ 92-0948-74). Внешний вид модельного замкового соединения с нанесенным теплозащитным материалом на втулку представлен на рисунке 4.14.



Рисунок 4.14 - Внешний вид модельного замкового соединения

### ***Проведение контрольных испытаний***

Объектом испытаний являлись втулки модельного замкового соединения, основного исполнительного элемента замкового соединения, изготовленные в соответствии с КД 102.011.002 «Втулка» (рисунок 4.15).



1 - втулка, 2 – теплопроводный вкладыш.

Рисунок 4.14 – Общий вид втулки

Целью испытаний являлась оценка работоспособности модельных замковых соединений - определение степени восстановления формы втулок (основного рабочего элемента), изготовленных из гранулированного сплава ТН-1 по двум вариантам: только горячим изостатическим прессованием и горячим изостатическим прессованием с последующей винтовой прокаткой, при температурах от 20 °С до 250 °С.

Испытания втулок были проведены в соответствии с разработанной методикой № 932.0102.022-2012 «Методика контрольных испытаний втулок модельных замковых соединений из сплава с эффектом памяти формы марки ТН-1 на работоспособность при температурах от 20 °С до 250 °С».

Оцениваемой характеристикой работоспособности модельных замковых соединений в этой методике является степень восстановления формы втулок. Степень восстановления ( $\epsilon$ ) формы характеризуется величиной отношения наружного диаметра втулки после восстановления

формы ( $D_B$ ) к диаметру втулки после раздачи втулки ( $D_p$ ) помноженному на 100%:

$$\varepsilon = D_B / D_p \times 100\%$$

Если при испытаниях коэффициент восстановления формы равен и более 95 %, то результат восстановления формы считается положительным, в обратном случае – отрицательным.

Проверка втулок замкового соединения на работоспособность проводилась в следующей последовательности операций:

- раздача втулок конической оправкой при комнатной температуре ( $25 \pm 5$ ) °С на заданный размер;
- отжиг при температуре 500 °С для формирования структуры и «запоминания» заданного размера втулки;
- обжатие втулок при температуре не выше минус 5 °С с заданной степенью деформации (от 10% до 20%);
- нагрев втулок на температуру на 50°С - 70 °С выше температуры конца обратного мартенситного превращения для восстановления заданного размера втулки;
- определение степени восстановления заданной формы втулки.

Общий вид втулки после обжатия представлен на рисунке 4.15.



Рисунок 4.15 - Вид втулки после обжатия

Результаты контрольных испытаний на работоспособность представлены в таблице 4.13. Первая серия из 4 втулок (№ 1-4) изготовлена из заготовок полученных методом прямого ГИП, вторая серия из 4 втулок (№ 5-6) изготовлена из заготовок полученных методом ГИП и последующей винтовой прокаткой.

Испытания показали: все втулки после трёхкратного технологического цикла восстановления формы (два цикла подготовительных и один завершающий цикл с теплозащитным покрытием) имеют коэффициент восстановления формы равным и больше 95 %, что соответствует требованию ТЗ по данному показателю ( $\geq 95$  %). При трёхкратном цикле восстановления формы втулок не проявилось влияние способа получения исходной заготовки втулки на коэффициент восстановления формы.

Таблица 4.13 - Результаты испытаний

№ втулки	Наружный диаметр втулки, мм			Степень восстановления формы, % (3 <sup>ий</sup> цикл)
	Заданный диаметр, мм (Д <sub>р</sub> )	После деформации	После нагрева: 200°С-30 мин (Д <sub>в</sub> )	
1	31,8	27,0	30,5	95,9
2	32,0	27,0	31,0	96,8
3	31,9	26,7	30,5	95,6
4	32,0	26,7	30,7	95,9
*5	32,0	26,8	30,6	95,6
*6	32,0	26,8	31,0	96,8
*7	32,3	26,9	30,5	94,4
*8	32,0	27,8	30,5	95,3

\* втулки № 5-8 нагревали до 250 °С с выдержкой течение 30 минут.

**4.6 Разработка технологического процесса изготовления замковых соединений безударного разделения (соединения) с учётом теплозащиты. Изготовление опытной партии замковых соединений. Проведение испытаний (оценка конструкционных и функциональных свойств сборки, включающей материал с ЭПФ). Выдача рекомендаций на применение замковых соединений безударного разделения (соединения) из сплава с ЭПФ на основе титана**

**4.6.1 Разработка технологического процесса изготовления замковых соединений безударного разделения (соединения) с учётом теплозащиты. Изготовление опытной партии замковых соединений**

На основании проведенного комплекса работ разработан «Комплект документов на технологический процесс изготовления замковых соединений безударного разделения (соединения) с учётом теплозащиты» № 932.0102.067.00-2012 ТП. Технологический процесс является сквозным и включает все (28) операции, начиная от распыления гранул и завершая сборкой замкового соединения.

Изготовлена опытная партия замковых соединений в соответствии с КД 102.011.000 СБ «Конструкция замкового соединения» в количестве 7 штук по технологическому процессу № 932.0102.067.00-2012. Внешний вид партии замковых соединений представлен на рисунке 4.16.



Рисунок 4.16 - Внешний вид партии замковых соединений

#### **4.6.2 Проведение испытаний (оценка конструкционных и функциональных свойств сборки, включающей материал с ЭПФ)**

Оценка конструкционных испытаний проведена по механическим свойствам сплава ТН-1, изготовленного методом металлургии гранул и дополнительной термосиловой обработкой - винтовой прокаткой по ГОСТ 9651 «Испытания на растяжение при повышенных температурах» и по ГОСТ 1497 «Испытания на растяжение при комнатной температуре».

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 °С прочность 670 МПа, пластичность – 12 %; при 200 °С 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 %).

Полученные данные показывают, что сборка замкового соединения безударного разделения с втулкой из сплава ТН-1 с ЭПФ имеет повышенные конструкционные свойства в 1,5 раза выше, чем у стандартных сплавов.

Оценка функциональных свойств проведена в соответствии с методикой № К822-РСЭП-ПР.57-12 «Испытания образцов устройств резьбовых соединений с эффектом памяти».

Испытаниям на функционирование подвергали 6 образцов сборок (3 срабатывания по 2 образца попарно).

По результатам испытаний было установлено, что произошло полное разделение образцов замкового соединения. Во всех 3 случаях тележки с элементами образцов разъехались под действием силы расталкивания, при этом срабатывания происходили одновременно (изменений траекторий движения тележек не было).

Время от подачи импульса на электровоспламенители до начала движения тележек составило:

№1 – 0,61сек, №2 – 0,55 сек, №3 – 0,68 сек.

Полученные данные показывают, что сборка замкового соединения безударного разделения с втулкой из сплава ТН-1 с ЭПФ имеет высокие функциональные свойства, обеспечивающие *синхронность срабатывания*.

#### **4.6.3 Выдача рекомендаций на применение замковых соединений безударного разделения (соединения) из сплава с ЭПФ на основе титана и его теплозащитного материала**

Развитие ракетно-космической и других отраслей перспективной техники предъявляет новые требования к материалам и изделиям, работающим в экстремальных условиях.

В настоящее время в изделиях отрасли для целей разделения и сборки конструкций применяются механические замковые системы или узлы на основе детонирующих пирозарядов. Обеспечивая достаточную надежность при работе, они отличаются рядом недостатков, прежде всего, высокими массо-габаритными характеристиками и иницированием больших виброударных нагрузок, способных вызывать сбой в работе систем управления изделия.

Для исключения указанных недостатков и обеспечения надежности работы телекоммуникационных и оптических систем при выведении КА на орбиту и орбитальном полете на РН разрабатывается замковое соединение с безударным разделением (соединением) конструкции.

Основной рабочий элемент замкового соединения изготавливается из сплава с эффектом памяти формы, т.е. способностью после значительного формоизменения восстанавливать первоначальную конфигурацию при нагреве до определенной температуры. Выбран сплав системы Ti-Ni (нитинол), обладающий необходимым уровнем эксплуатационных характеристик: прочности, пластичности, коррозионной стойкости и, что не менее важно, температурным интервалом фазовых превращений, обеспечивающим эффект памяти формы сплава и самым оптимальным

образом согласующимся с температурными условиями эксплуатации изделия, а именно: температура фазового перехода достаточно высока, чтобы исключить случайное срабатывание замкового соединения и, в то же время, достаточно легко достигается при рабочем (пиротехническом) нагреве, которое обеспечивается также применением теплозащитных покрытий. Работа актуальна для предприятий отрасли, так как внедрение безударного разделения ступеней, отсеков и спецоборудования ракет обеспечит повышение надежности работы систем телеметрии и конструкции в целом.

Результаты проведенных испытаний, описанных выше, 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.

Конструкции безударных агрегатов различного назначения с применением сплава с эффектом «памяти формы» на основе ТН-1, изготовленного по гранульной технологии, будут выгодно отличаться от традиционных в силу следующих преимуществ:

- полностью исключаются виброударные перегрузки на аппаратуру и систему управления;
- улучшаются массово-габаритные характеристики изделий;
- минимизируются затраты электроэнергии;
- обеспечиваются высокая технологичность и надежность конструкций при изготовлении и эксплуатации.

Таким образом, использование гранулированного сплава с эффектом «памяти формы» на основе Ti и экзотермических элементов ХИТ в различных системах РКТ позволит создать конструкции безударных агрегатов:

- для разделения ступеней и отсеков РКТ;
- для раскрытия головных обтекателей;
- для фиксации элементов крупногабаритных конструкций при

сборке в открытом космосе;

- для разделения нескольких космических аппаратов;

- для малогабаритных узлов фиксации и расчеховки различных элементов конструкции РКТ;

- для замковых соединений на основе материала памяти формы.

*Апробация сплава ТН-1 с эффектом «памяти формы», получаемого методом металлургии гранул, и изделий из него – конструкций замковых соединений разделения будет проведена в ФГУП ГКНПЦ имени М.В. Хруничева.*

#### **4.7 Заключение**

1 Рассмотрены сплавы на основе титана с эффектом памяти формы. Выбран сплав системы легирования титан – никель марки ТН-1 для изготовления деталей замкового соединения. Сплав ТН-1 имеет функциональные свойства (степень восстановления формы 95-100%; усилия, развиваемые в процессе восстановления формы - 300-500 МПа), удовлетворяющие требованиям ТЗ (степень восстановления формы  $\geq 95\%$ ; усилия, развиваемые в процессе восстановления формы  $\geq 200$  МПа), и является наиболее оптимальным для изготовления рабочего элемента замкового соединения.

2 Рассмотрены и проанализированы возможные схемы замковых соединений. Выбрано замковое соединение с рабочим элементом из сплава с ЭПФ в виде втулки, что позволит реализовать преимущества материалов с памятью формы и химических источников тепла. В выбранной конструкции модельного замкового соединения для нагрева втулки из сплава с ЭПФ используется химический источник тепла (ХИТ). Для формирования требуемого градиента теплового потока от ХИТ внутри втулки, а также, для исключения несанкционированного теплового облучения элементов конструкции на внешнюю поверхность втулки необходимо наносить теплозащитное покрытие.

3 Проведены оценочные испытания функциональных характеристик сплава ТН-1: величины обратимой деформации и температуры обратного мартенситного перехода. Функциональные свойства сплава ТН-1 удовлетворяют требованиям ТЗ и данный сплав является пригодным для изготовления рабочего элемента замкового соединения.

4 Изготовлен пруток диаметром 40 мм сплава ТН-1. Определены механические свойства образцов, изготовленных из прутка, при температурах (20, 100 и 200) °С. Необходимость испытаний при данных температурах вызвана тем, что химические источники тепла нагревают рабочий элемент из сплава с ЭПФ до 200 °С и для обеспечения надежной работы замкового соединения необходимо знать зависимость прочности данного элемента в указанном диапазоне температур. Прочность сплава ТН-1 с ростом температуры не только не уменьшается, даже несколько увеличивается, что будет обеспечивать требуемую прочность замкового соединения в интервале рабочих температур (20-200) °С.

5 Разработана технологическая схема изготовления прутка из сплава с эффектом «памяти формы» (ЭПФ) с учетом процесса термосиловой обработки заготовок (ТСО). Стабильность и процент восстановления формы сильно зависит от качества деформирования, т.е. от того, насколько точно деформация была локализована в рабочей части детали и насколько равномерно деформация рабочей части выполнена. Для обеспечения этого необходимо, чтобы на стадии деформирования сплав обладал как можно более высоким уровнем пластичности. С учетом вышеизложенного для ТСО данного сплава выбрана технологическая схема с использованием метода металлургии гранул (измельчение элементов структуры и обеспечение однородности химического состава) и радиально-сдвиговой деформации (глубокая проработка структуры с целью разрушения наследственных границ гранул и измельчения структурных составляющих).

6 Технологическая схема содержит следующие операции:

- Изготовление электродов диаметром 60мм из прессованного прутка никелида титана состава Ti -51,5%(ат.) Ni;
- Центробежное распыление электродов в установке УЦР-4 с целью получения гранул размером менее 280 мкм;
- Заполнение гранулами цилиндрических капсул Ø72x250мм, их вакуумирование и герметизация электронным лучом;
- Горячее изостатическое прессование герметичных капсул с гранулами с целью получения компактных заготовок;
- Механическая обработка компактных заготовок в размер Ø45x200мм с целью удаления стальной оболочки (капсулы) и выполнения требований к размеру заготовок под прокатку;
- Винтовая прокатка заготовок с получением прутка Ø32мм.

7 Проведены механические испытания образцов из сплава ТН-1, вырезанных из прутка после проведения процесса термосиловой обработки (ТСО), для оценки уровня пластичности. Механические испытания прутков, полученных по разным режимам деформации показали, что ТСО заметно повышает пластические характеристики сплава ТН-1 (Ti -51,5%(ат.) Ni), без снижения уровня прочности.

8 Скорректирован режим термосиловой обработки сплава, который обеспечивает полную проработку структуры и получение равномерной мелкозернистой структуры. Суммарная степень деформации составляет 35,5%.

9 Изготовлены пиротехнические нагреватели диаметром 24 мм со следующими навесками пиротехнических составов:

- основной состав – 12 г;
- переходный состав – 1,0 г;
- воспламенительный состав Б 20-СН – 1,0 г;
- пиротехнический ленточный элемент – один слой.

Таким образом, состав химического источника тепла обеспечит необходимую температуру прогрева элемента с эффектом памяти формы до

(60-70)°С за счет выделяемого тепла.

10 Проведены контрольные испытания на работоспособность восьми втулок из сплава ТН-1 с эффектом памяти формы, которые являются основным рабочим элементом модельных замковых соединений. Испытания показали: все втулки после трёхкратного технологического цикла восстановления формы (два цикла подготовительных и один завершающий цикл с теплозащитным покрытием) имеют коэффициент восстановления формы 95-96 %, что соответствует требованию ТЗ по данному показателю.

11 Разработан технологический процесс № 932.0102.067.00-2012 ТП «Технологический процесс изготовления замковых соединений безударного разделения (соединения) с учётом теплозащиты». Изготовлена опытная партия замковых соединений в количестве 7 штук.

12 Проведены испытания по оценке конструкционных свойств сборки, включающей материал с эффектом памяти формы (ЭПФ) – втулка из сплава ТН –1. 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 °С прочность 670 МПа, пластичность – 12 %; при 200 °С 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 %).

13 Проведены испытания по оценке функциональных свойств сборки, включающей материал с эффектом памяти формы (ЭПФ) – втулка из сплава ТН –1. Оценка функциональных свойств проведена в соответствии с методикой № К822-РСЭП-ПР.57-12 «Испытания образцов устройств резьбовых соединений с эффектом памяти». По результатам испытаний установлено, что произошло полное разделение образцов замкового соединения. Во всех 3 случаях тележки с элементами образцов разъехались

под действием силы расталкивания, при этом срабатывания происходили одновременно (изменений траекторий движения тележек не было).

Полученные данные показывают, что сборка замкового соединения безударного разделения с втулкой из сплава ТН-1 с ЭПФ имеет высокие функциональные свойства, обеспечивающие синхронность срабатывания.

14 Использование гранулированного сплава с эффектом «памяти формы» на основе Ti и экзотермических элементов ХИТ в различных системах РКТ позволит создать конструкции безударных агрегатов:

- для разделения ступеней и отсеков РКТ;
- для раскрытия головных обтекателей;
- для фиксации элементов крупногабаритных конструкций при сборке в открытом космосе;
- для разделения нескольких космических аппаратов;
- для малогабаритных узлов фиксации и расчеховки различных элементов конструкции РКТ;
- для замковых соединений на основе материала памяти формы.

*Апробация сплава ТН-1 с эффектом «памяти формы», получаемого методом металлургии гранул, и изделий из него – конструкций замковых соединений разделения будет проведена в ФГУП ГКНПЦ имени М.В. Хруничева.*

Таким образом, разработана технология получения втулок (исполнительного элемента замкового соединения для безударного разделения конструкций ракетно-космической техники) из гранулированного сплава с ЭПФ марки ТН-1.

Предложенная технология включает гранульную металлургию и последующую горячую деформацию, что обеспечивает высокие показатели механических характеристик и функциональных свойств.

## **Глава 5 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. Нельзя представить современный космический аппарат, который бы обошелся без ферменных конструкций в составе корпусных отсеков. Они в наибольшей степени удовлетворяют требованиям, предъявляемым к РКТ: относительно легки, достаточно просты в конструктивном и технологическом исполнениях, удобны в эксплуатации.

По своей природе ферма является пространственной конструкцией, включающая в себя прямолинейные элементы, соединяемые в осях пересечения фитингами или кольцевыми шпангоутами, служащими передаточными звеньями нагрузки от пристыкованных смежных корпусных отсеков. Их проектирование заключается в выборе конструктивно-силовой схемы, материалов, геометрии конструкции, а исходными данными служат: геометрические размеры; расчетные случаи нагружения при наземной эксплуатации и в полете, тепловые нагружения и значения коэффициентов безопасности для принятых случаев эксплуатации.

Материал конструкций должен сохранять работоспособность в широком диапазоне температур, в ряде случаев меняющихся от минус 150 до плюс 150°С. Для снижения термических напряжений и деформаций материал должен обладать низким коэффициентом линейного расширения и относительно высокой теплопроводностью. А так как порой на конструкции воздействуют значительные динамические нагрузки, то, помимо прочего, для материала требуется и высокий декремент собственных колебаний, т. е. чтобы эти колебания быстро затухали.

Используемые в современных конструкциях материалы обычно не удовлетворяют этим требованиям полностью. Так, алюминиевые сплавы имеют сравнительно низкую плотность, но при этом им свойствен высокий

коэффициент линейного расширения. Инварные сплавы обладают низким коэффициентом линейного расширения, но характеризуются большой плотностью и низким декрементом собственных колебаний. Углепластики и композиционные материалы, несмотря на низкую плотность, имеют серьёзные сложности в их соединении, что требует доработки и укрепления конструкций. В случаях больших несущих нагрузок применяют титановые сплавы, обеспечивающие повышенную прочность.

Таким образом, применение титановых сплавов, получаемых металлургией гранул, представляет большой практический интерес.

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. При изготовлении таких конструкций традиционными методами неизбежно возникают следующие проблемы:

- высокая трудоемкость изготовления тонкостенных (толщина стенки 2 мм) трубных заготовок из титановых сплавов деформационными методами;
- высокая трудоемкость процесса сварки титановых сплавов;
- большое количество сварных швов в конструкции.

Проектные проработки и расчеты показали, что такая задача может быть наиболее 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.

## 5.1 Изготовление капсул и гранул титановых сплавов для опытных модельных трубных элементов. Отработка режимов ГИП и термообработки на модельных трубных элементах диаметром 30мм и толщиной стенки 1,5мм

### 5.1.1 Изготовление капсул и гранул титановых сплавов для опытных модельных трубных элементов

Отработку режимов ГИП проводили на модельных трубных элементах диаметром 30мм, толщиной стенки 1,5 мм, длиной 300 мм, для получения которых были изготовлены три капсулы, представляющие собой концентрические трубные заготовки. Эскиз капсулы представлен на рисунке 5.1, готовые капсулы – на рисунке 5.2. Материалом для капсул является сталь 20.



Рисунок 5.1 – Эскиз капсулы для модельных трубных элементов диаметром 30мм



Рисунок 5.2 – Капсулы для модельных трубных элементов диаметром 30мм

Изготовленные капсулы были заполнены гранулами сплава ВТ14 (2 штуки) и сплава ВТ23 (1 штука). Гранулы фракционного состава +50 – 250 мкм получили методом центробежного распыления вращающегося электрода. В таблицах 5.1 и 5.2 приведен химический состав гранул.

Таблица 5.1 - Химический состав гранул титанового сплава BT14

Содержание химических элементов, мас. %									
Ti	Al	V	Mo	Fe	Si	C	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	N
осн.	5,2	1,1	2,93	<0,3	<0,15	<0,1	<0,15	<0,015	<0,15

Таблица 5.2 - Химический состав гранул титанового сплава BT23

Содержание химических элементов, мас. %											
Ti	Al	Cr	V	Mo	Fe	Zr	Si	C	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	N
осн.	5,2	1,1	5,1	1,93	4,5	0,3	0,15	0,1	0,15	0,015	0,05

Процесс засыпки капсул осуществляли в установке СНВ, выполняя последовательно за один рабочий цикл следующие операции:

- вакуумная дегазация (очистка поверхности гранул от адсорбированных газов);
- заполнение капсул гранулами;
- герметизация заполненных капсул (заварка электронным лучом засыпной горловины капсулы).

После этого каждую заполненную и заваренную капсулу 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 визульно невооруженным глазом), то капсула считается герметичной. Проверка капсул показала, что они герметичны. Капсулы были переданы на участок ГИП для проведения режима горячего компактирования.

### 5.1.2 Обработка режимов ГИП и термообработки на модельных трубных элементах диаметром 30мм и толщиной стенки 1,5мм

Режим ГИП проводился по стандартному режиму для сплавов ВТ14 и ВТ23: температура  $(850 \pm 10)$  °С, выдержка 3 часа. Особенность данного режима заключалась в сохранении необходимой формы тонкостенного изделия, что было достигнуто путем направленной деформации. Усадка капсул после ГИП показана в таблице 5.3.

Таблица 5.3 - Усадка капсул после ГИП

Номер п/п	Внешний диаметр до/после ГИП, мм	Длина до/после ГИП, мм	Усадка по диаметру, %	Усадка по длине, %
1	36,1/34,2	315,9/312,1	18,03	1,21
2	36,0/34,2	315,85/312,1	18,0	1,2
3	36,05/34,1	315,95/312,2	18,05	1,2

Из этих данных видно, что проценты усадки капсул по диаметру и длине находятся в соответствии с нормой (по диаметру не менее 10%), т.е. процесс горячего изостатического прессования прошел в полном объеме при сохранении заданной формы заготовок (рисунок 5.3).



Рисунок 5.3 – Компактные заготовки модельных трубных элементов в капсуле

Для повышения механических характеристик заготовок из титановых сплавов, получаемых методом металлургии гранул, подвергают термообработке после процесса ГИП.

Для отработки режимов термообработки был выбран режим подходящий как сплаву ВТ14 так и сплаву ВТ23: закалка –  $(800 \pm 10)$  °С, выдержка –  $(1 + 0,1)$  ч, охлаждение воздух + старение –  $(530 \pm 10)$  °С, выдержка – 9-10 ч, охлаждение воздух; который может обеспечить необходимые свойства для тонкостенной и крупногабаритной заготовки. Обработка режима термообработки проводилась в печи СНЗ.

## **5.2 Исследования влияния гранулометрического состава на вакуумную плотность в тонкостенных изделиях**

Вакуумная плотность – это способность материалов деталей, ограждающих вакуумную полость детали, сопротивляться проникновению молекулярного потока газов внутрь детали из окружающего его пространства. В природе не существует материалов, обладающих абсолютной вакуумной плотностью. Любой материал пропускает сквозь себя некоторые газы. В зависимости от условий (температуры окружающей среды, толщины стенки, перепада давлений по обе стороны стенки и т.д.) один и тот же материал в одном случае будет вакуумно-плотным, а в другом – может не обладать этим свойством. Так кварцевая трубка, из которой удален воздух, при нагреве до 900 °С может сохранять заданный вакуум в течение длительного времени, но стоит повысить температуру до 1100 °С, как этот, же материал становится невакуум-плотным.

Наиболее вероятным путем проникновение газов через оболочки детали являются внутренние дефекты – микроскопические трещины, поры, раковины и волосовины. Подобные дефекты обнаруживаются наиболее часто на тугоплавких металлах (молибден, вольфрам, и сплавы на их основе), а также на полуфабрикатах ковара, низко углеродистой стали, мельхиора, монели и т.д. Образование дефектов в металле связано в первую очередь с условиями выплавки и кристаллизаций металлов, с количеством газовых и металлических примесей, растворенных в металлах.

Исследования проводились с целью изучения распространения пор и сквозных дыр среди засыпаемого материала при свободной засыпке. Для проведения данной работы использовались микро слитки сферической формы полученных методом центробежного распыления титановых сплавов: ВТ-25У, ВТ-18У, СТ-6У. Так же была изготовлена прозрачная капсула из оргстекла с зазором между стенок в 1 мм. Обладающим внутренним объемом равным 11,85 см<sup>3</sup> и массой 0,245 кг. На рисунке 5.4 показан внешний вид капсулы.

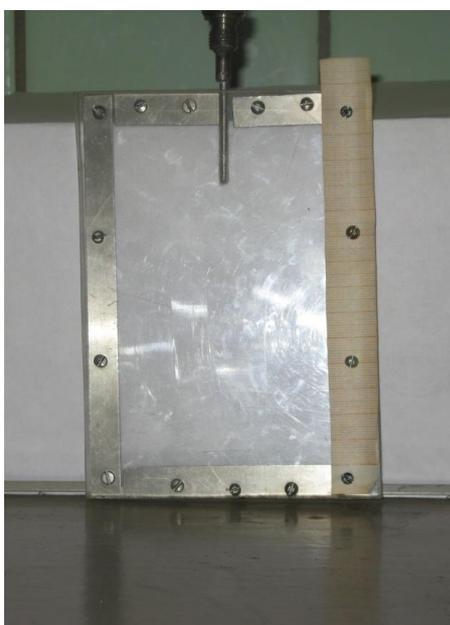


Рисунок 5.4 - Внешний вид капсулы из оргстекла с засыпным зазором 1 мм

*Используемые сплавы входе исследования подверглись рассеву на узкий фракций: 200-250 мкм; 180-200 мкм; 160-180 мкм; 140-160 мкм; 125-140 мкм; 112-125 мкм; 100-112 мкм; 90-100 мкм; 80-90 мкм; 71-80 мкм; 64-71 мкм; <40-64 мкм.*

Первой фракцией засыпанной в капсулу была 200-250 мкм. При засыпке гранул в капсулу не проводилось ни какого уплотнения. Заполненную, капсулу осветили источником света с одной стороны. С другой стороны капсулы были хорошо видны просветы между гранулами. Данные просветы являются собой, пустые полости между гранулами. На рисунке 5.5 показан титановый сплав ВТ-25У, все остальные титановые сплавы, используемые в

исследование, показали идентичный результат, который был замечен по первым пробам заполнения капсулы. Выше описанный результат эксперимента хорошо виден на рисунке 5.5.

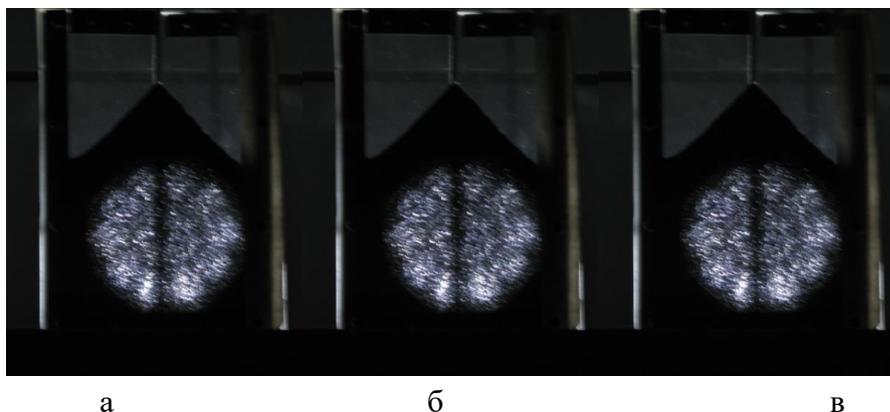


Рисунок 5.5 - Результаты просвечивания капсулы из оргстекла источником света. Фракционный состав засыпанных гранул 200-250 мкм. Сплавы слева на право ВТ-25У (а), ВТ-18У(б), СТ-6У(в)

Следующей фракцией засыпанной в капсулу была 180-200 мкм, потом 160-180 мкм и т.д. Результаты всех экспериментальных засыпок указаны ниже на рисунке 5.6, где наглядно видно изменение плотности засыпки и уменьшение не засыпанных участков между гранулами. Все эксперименты по засыпки капсулы гранулами проводились в одинаковых условиях.

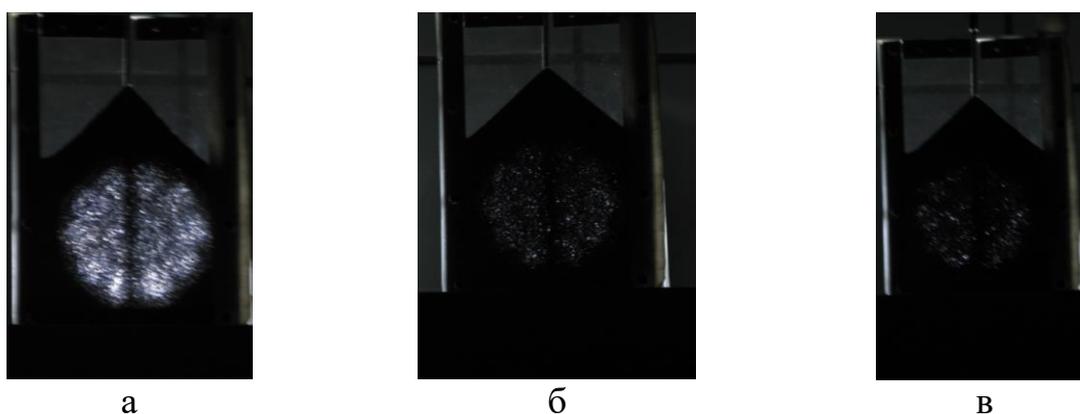


Рисунок 5.6 - Результаты экспериментальных, свободных засыпок капсулы различными фракциями на просвет. Фракция 200-250 мкм (а), 180-200 мкм (б), 160-180 мкм(в)

В подтверждение идентичности результатов сравнению различных титановых сплавов, была взята фракция 180-200 мкм, всех трех сплавов и результат оказался идентичен, что в первом случае. Это хорошо показано на рисунке 5.7.

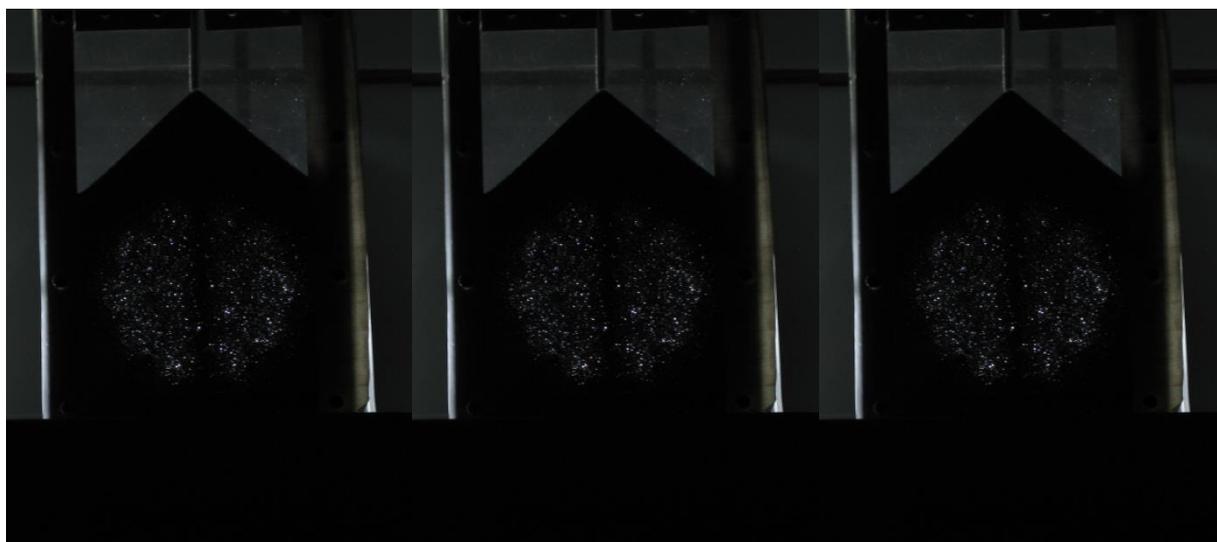


Рисунок 5.7 – Капсула засыпанная фракцией 180-200 мкм. Сплавы слева на право ВТ-25У, ВТ-18У, СТ-6У

Засыпные фракции уменьшали и продолжали засыпки капсулы непосредственно до полного исчезновения участков, не засыпанных гранулами. Экспериментальные засыпки фиксировались на фотоаппарат и при достижении крупности фракции 125-140 мкм, разрешение фотоаппарата не позволило фиксировать проходящий через не засыпанный объем свет от источника, но они были видны, и эксперимент продолжали. При засыпке гранул фракционным составом 100-112 мкм, пустоты совсем исчезли и глазом не улавливались. На этом было принято решение прекратить эксперимент в связи с невозможность наблюдения за уменьшением света проникания.

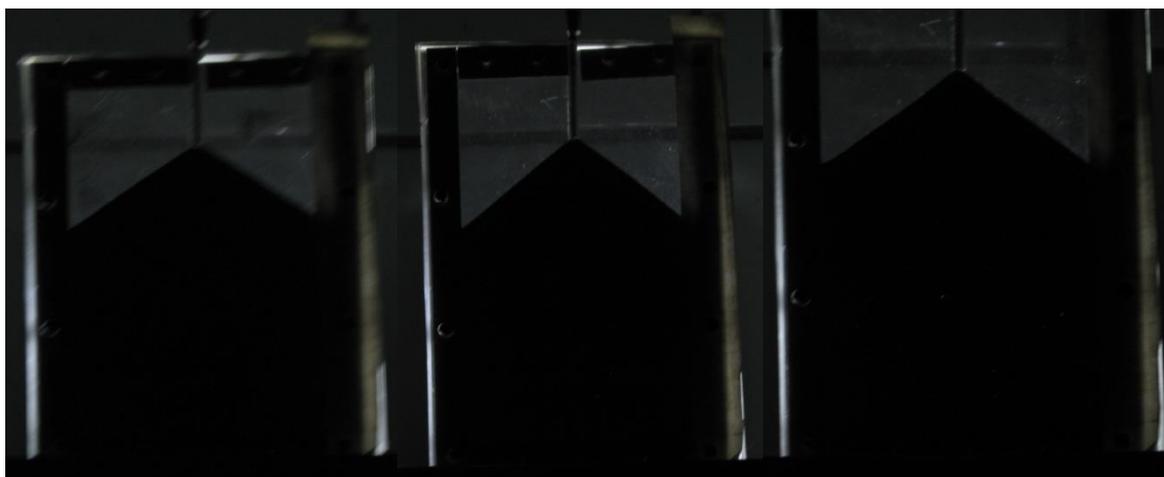


Рисунок 5.8 - Результаты экспериментальных, свободных засыпок капсулы фракциями на просвет. Фракция 140-160 мкм, (слева), 125-140 мкм, (по центру), 112-125 мкм, (справа).

Параллельно с этим исследованием засыпной плотности проводилось исследование влияния фракционного состава на угол насыпного конуса. Насыпной конус образуется в капсуле из-за свободной засыпки, без какого либо уплотнения. С последующим завешиванием капсулы на аптечных весах, для фиксации массы засыпанных гранул. Замер угла насыпного конуса проводился при помощи предварительной фиксации его на фотоаппарат и конструкторской программы autoCAD-2010. Угол насыпного конуса измерялся для каждой фракции.

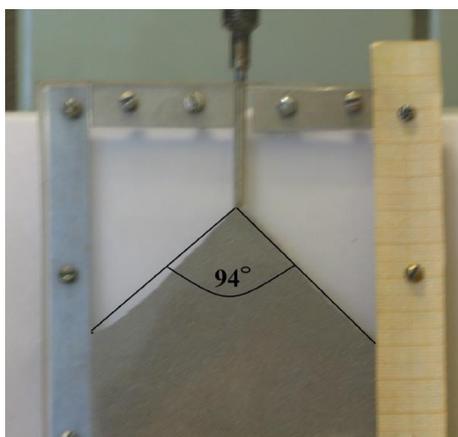
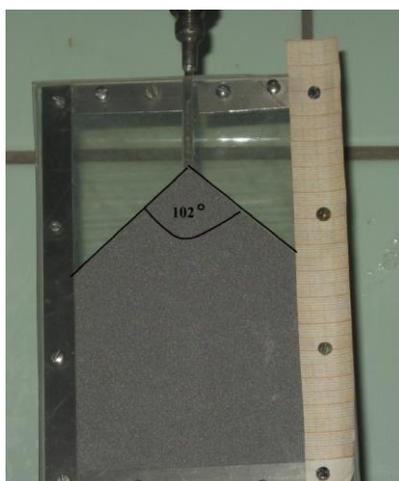
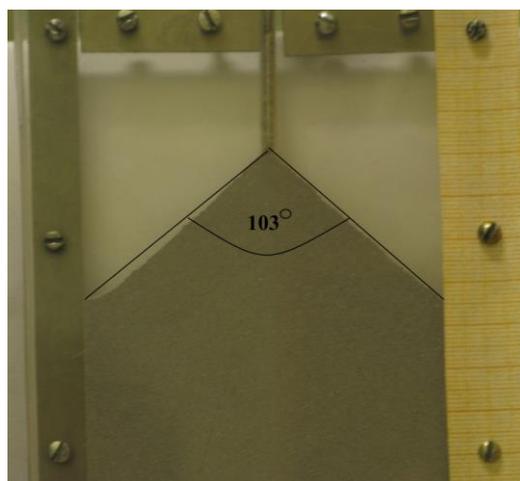


Рисунок 5.9 - Замер угла естественного насыпного конуса. На гранулах фракцией 200-250 мкм.



а



б

Рисунок 5.10 - Замер угла естественного насыпного конуса. На гранулах фракцией 180-200 мкм(а), 160-180 мкм(б).



а



б

Рисунок 5.11 - Замер угла естественного насыпного конуса. На гранулах фракцией 90-100 мкм (а), 80-90 мкм (б)

При замерах естественного насыпного угла было установлено не посредственное влияние фракционного состава на образование насыпного конуса и с уменьшением фракции увеличение угла. Данное наблюдение представлено на рисунках 5.9-5.11. На этих рисунках представлены максимальный разброс по градусным меркам конуса. Наблюдение по образованию естественного насыпного пика полностью подтверждаются теорией сегрегации. Чем меньше фракция, тем ниже высота насыпного пика и больше естественный насыпной угол.

Третьим исследованием с помощью прозрачной капсулы при засыпки капсулы с насыпным пространством в 1 мм стали исследования на

количество (массу) гранул засыпанных в данную капсулу. Они проводились для определения изменения веса засыпанных гранул от фракционного состава. Результаты данного исследования приведены в таблице 5.4, где указана фракция и вес засыпанных гранул.

Таблица 5.4 - Изменение веса с уменьшением фракционного состава

Фракционный состав засыпанных гранул (мкм)	Вес засыпанных гранул (г)
200-250	20,5
180-200	23,5
160-180	24,7
140-160	25,9
125-140	26,6
112-125	27,1
100-112	27,5
90-100	28,2
80-90	28,5
71-80	26,5
64-71	27
<40-64	28,2

Эксперименты по засыпке капсулы для получения тонкостенного изделия с толщиной стенки 1 мм показали что:

- При использовании фракции размера от 112-125 мкм до 200-250 мкм образуются не засыпанные объемы и сквозные промежутки между гранулами, которые фиксируются цифровым фотоаппаратом с большим разрешением.
- Применяя для свободной засыпки капсулы, фракций от <40-64 мкм до 100-112 мкм образуются сплошная стенка без заметных и фиксируемых промежутков между гранулами.
- При засыпке капсулы гранулами меньшего размера уменьшается сегрегация гранул и высота насыпного пика, а естественный насыпной угол увеличивается и способствует лучшему распределению гранул в капсуле.

- При изменении фракционного состава засыпаемых гранул в сторону уменьшения размера частиц вес засыпанных гранул увеличится до достижения максимальной массы засыпки гранул.
- По весовой характеристике оптимальным фракционным составом для заполнения капсулы с засыпным зазором в 1 мм является 80 – 90 мкм.

### **5.3 Разработка и изготовление оснастки для проведения оценочных испытаний модельных трубных элементов на несущую нагрузку, герметичность**

Материалом для оснастки является сталь 20. 3Д-труба представляет собой пространственную конструкцию, представленную на рисунке 5.12. Для изготовления данной конструкции требуется сложная технологическая оснастка основу, которой составляют концентрические трубы с расчетноориентированными торцевыми плоскостями (рисунок 5.13). Кроме этого в состав оснастки входят кольцевые вставки (рисунок 5.14), засыпные горловины с патрубками (рисунок 5.15) и конические пробки (рисунок 5.16) для герметизации капсул с гранулами электронным лучом.

Столь сложная конструкция вызвала необходимость разбиения ее на отдельные сегменты-детали, их изготовление и последующее соединение изготовленных сегментов-деталей методом сварки.

Определение последовательности изготовления деталей и соединения их в готовое изделие, строго соответствующее чертежу и техническим требованиям позволяет выбрать наиболее рациональный и экономичный метод.

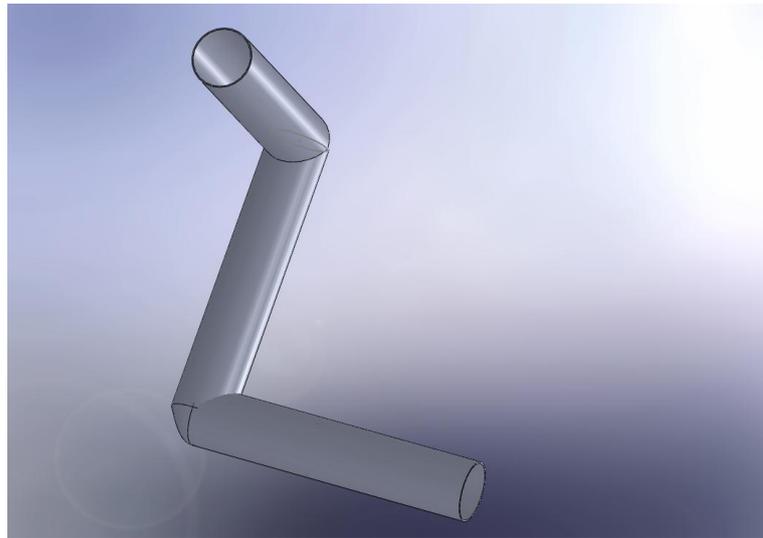


Рисунок 5.12 – 3D-труба



Рисунок 5.13 - Концентрические трубы с расчетноориентированными торцевыми плоскостями (элементы технологической оснастки)



Рисунок 5.14 - Кольцевые вставки (элементы технологической оснастки)



Рисунок 5.15 - Засыпные горловины с патрубками (элементы технологической оснастки)



Рисунок 5.16- Конические пробки (элементы технологической оснастки)

В процессе изготовления 3Д-трубы, данная оснастка контактирует при высоких температурах непосредственно с гранулами, поэтому к ней предъявляются высокие требования по чистоте поверхности контакта.

### 5.3.1 Изготовление модельных трубных элементов, проведение оценочных испытаний

Для изготовления модельных трубных элементов (рисунок 5.12) требуется сложная технологическая оснастка, которая представляет собой сложную конструкцию из концентрических оболочек со строго нормируемым зазором между ними (рисунок 5.17). На первой стадии получения тонкостенных трубчатых элементов данный зазор через засыпную горловину (рисунок 5.17, позиция 7) заполняется гранулами титанового сплава. Точность геометрических размеров трубчатых элементов определяется степенью равномерности плотности засыпки гранул.

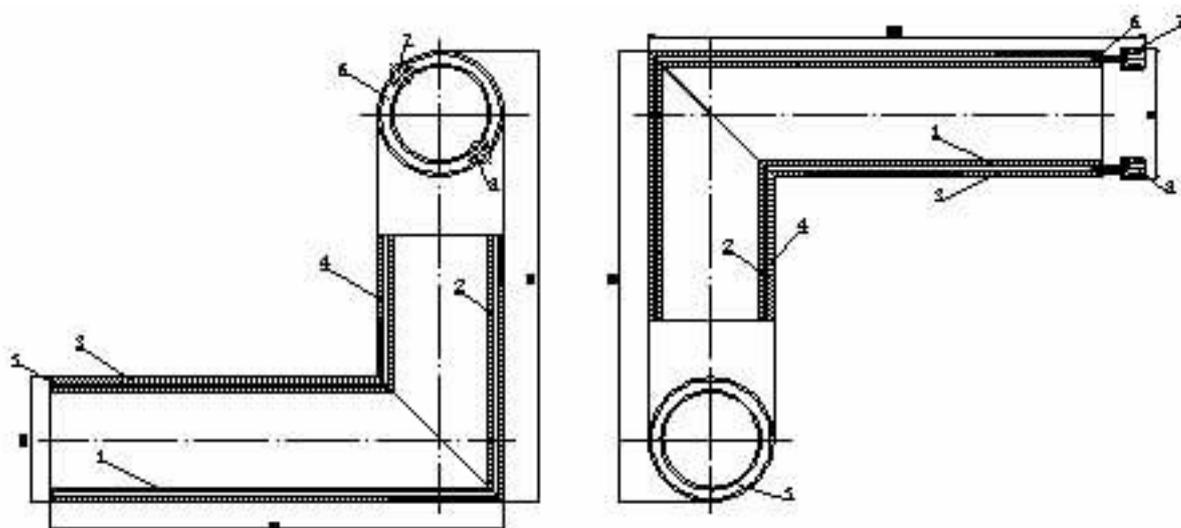


Рисунок 5.17 - Капсула для изготовления тонкостенных трубчатых элементов

Для обеспечения равномерной засыпки гранул заполнение капсулы проводят на вибростоле со строго нормируемыми частотой и амплитудой колебаний.

После процессов засыпки, заварки и герметизации капсулы для изготовления тонкостенных трубчатых элементов с гранулами из титанового сплава VT14 проверяли на герметичность. Процесс проверки капсулы

показал, что она герметична. Капсула передана на участок газостатирования. Внешний вид подготовленной к газостатированию капсулы показан на рисунке 5.18.



Рисунок 5.18 – Внешний вид капсулы

Характерная особенность горячего изостатического прессования – совместное воздействие на обрабатываемый материал изостатического давления и температуры в течение определенного времени. При этом необходимым условием обеспечения требуемого качества компактного материала является достижение в нем в результате прессования беспористой структуры. Газостатирование капсул проводили по двум режимам с целью его корректировки и оптимизации:

- 1 -температура 900 °С, выдержка 2 часа;
- 2 -температура 850 °С, выдержка 3 часа.

Режимы газостатирования проведены без сбоев и отклонений. При визуальном осмотре капсул после ГИП не выявлено признаков потери герметичности. Далее капсулы передали на участок травления для удаления стальной капсулы химическим способом в смеси кислот. Внешний вид готового изделия после травления представлен на рисунке 5.19.

*В качестве оценочных проведены механические испытания (на растяжение) образцов труб и испытания труб на герметичность.*

Для испытания основного металла труб на растяжение, с целью определения несущих нагрузок, из трубных модельных элементов были вырезаны стандартные образцы, его внешний вид представлен на рисунке 5.20.



Рисунок 5.19 – Внешний вид тонкостенных трубных элементов после удаления стальной капсулы методом химического травления

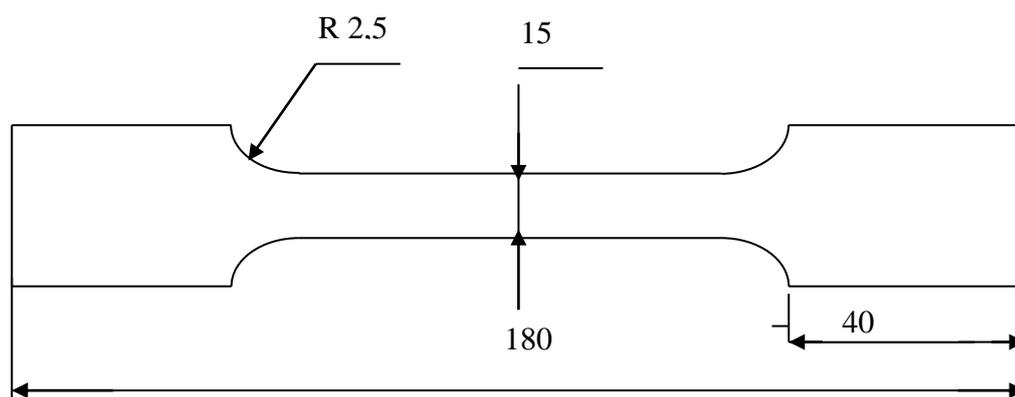


Рисунок 5.20 – Стандартный образец на растяжение

Для испытаний были подготовлены образцы в двух состояниях:

- после ГИП
- после термической обработки по режиму: отжиг при температуре (740-760) °С с выдержкой 40 мин.

Результаты испытаний на растяжение образцов основного металла труб приведены в таблице 5.5.

Таблица 5.5 - Механические свойства основного металла труб из сплава ВТ-14, полученные гранульным методом, при растяжении

№ образцов		Механические характеристики		
		$\sigma_B$ , кгс/мм <sup>2</sup>	$\sigma_{0,2}$ , кгс/мм <sup>2</sup>	$\delta$ , %
1	состояние после ГИП по 1-му режиму	94,4	86,2	9,6
2	состояние после ГИП по 2-му режиму	93,5	85,1	10,0
3	после ТО температура отжига 760 °С	93,0	88,4	12,0
4	после ТО температура отжига 740 °С	92,0	87,2	12,0
	ТУ 14-3-1953	88-110	-	8

Результаты испытаний показали, что значения временного сопротивления разрыву  $\sigma_B$  титанового сплава ВТ-14, полученного гранульным методом, при растяжении удовлетворительны и находятся в пределах соответствия данным титанового сплава, полученного традиционным (катанным) методом (ТУ 14-3-1953), а относительное удлинение  $\delta$  больше на (20÷70)%.

Полученные результаты использовали для определения расчетных предельных несущих нагрузок трубных элементов. Несущая нагрузка не должна превышать **760 МПа** (0,9 от  $\sigma_{0,2}$  - минимальный). Запас прочности составит 20 %.

### 5.3.2 *Корректировка режимов ГИП и термообработки по результатам испытаний*

Как видно из таблицы 5.5, оба режима ГИП и термообработки обеспечивают достаточный уровень кратковременной прочности, но 1-ый режим ГИП и отжиг при температуре 760 °С чуть выше. Необходимо также отметить, что капсулы имеют большое количество сварных швов, что может при проведении ГИП привести к их разгерметизации, поэтому подъём давления должен осуществляться плавно.

Таким образом, режим ГИП скорректирован по оптимальному сочетанию температуры и выдержки; при температуре 850°С, выдержка

должна быть не менее 3 часов, при температуре 900 °С допускается снижение времени выдержки.

Режим отжига скорректирован по температуре, которая составит 760°С.

Испытания образца трубы длиной 100 мм на герметичность провели по схеме, представленной на рисунке 5.21 в следующей последовательности:

- 1 Опрессовка воздухом избыточным внутренним давлением 4,5 МПа в течение 15 мин.;
- 2 Испытание на герметичность чистым гелием избыточным внутренним давлением 3,0 МПа методом «вакуумирования» по ОСТ 92-1527;

Результаты испытаний на герметичность показали, что при чувствительности схемы испытания  $5 \times 10^{-7}$  л мкм рт.ст./с. негерметичность труб, полученных гранульной технологией, не обнаружена.

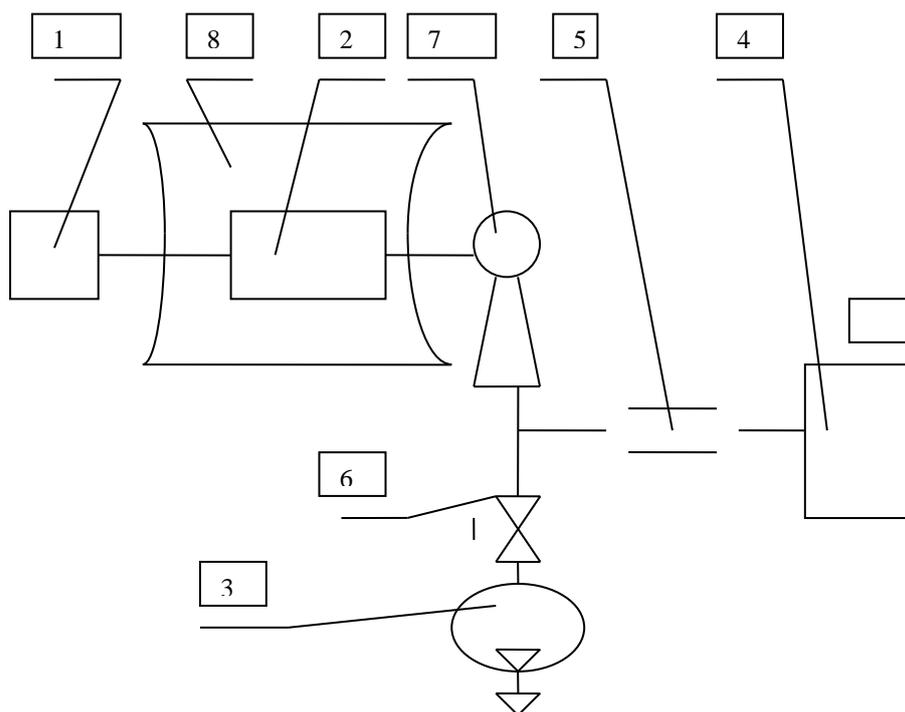


Рисунок 5.21 - Схема испытания на проницаемость

1- пневмопульт; 2 –объект испытаний; 3 - механический вакуумный насос, 4 - течеискатель; 5 - насос избирательной откачки 6 - вакуумный клапан; 7 - паромасляный насос; 8— вакуумная камера

## **5.4 Выбор конструктивных элементов разгонного блока для изготовления экспериментальных натуральных образцов**

### **5.4.1 Выбор конструктивных элементов разгонного блока для изготовления экспериментальных натуральных образцов**

Развитие порошковых и гранульных технологий в металлургии позволяют получать готовые элементы конструкций сложной формы с хорошими физико – механическими свойствами.

Достоинством гранульной технологии является то, что за одну технологическую операцию можно изготовить целиком изделие заданной конфигурации без промежуточных сварных швов, например, силовой каркас корпуса РН, при этом снижается трудоемкость механической обработки после формообразования, сокращается количество технологических операций по выполнению сварных работ на изделии и общая трудоемкость изготовления изделия. Указанная технология обеспечивает не только изготовление нетто-деталей различной конфигурации, но и изотропию свойств материала. Гранулированные сплавы имеют так же высокие показатели предельной деформации в упругой области, что особенно важно для ферменных конструкций.

Рассмотрев различные виды ферменных конструкций, применяемых для разгонных блоков, была проведена их конструктивная проработка с участием конструкторов ведущих предприятий отрасли для выбора экспериментальных натуральных образцов, изготовленных методом металлургии гранул. Применение металлургии гранул позволит снизить вес ферменных конструкций за счёт их совершенствования.

Проработка показала, что изготовление тонкостенных трубных элементов из титановых сплавов на металлургических трубных заводах представляет трудоемкую и высокочатратную технологию с высокой конечной стоимостью данной продукции. Одним из способов заделки тонкостенных труб на фитинги в конструкции фермы является сварка. Но в этом случае наличие в конструкции сварных швов вносит элемент нестабильности в прочностные свойства фермы из-за термического воздействия на околошовную зону в процессе сварки. Метод гранульной металлургии позволит также получать не только тонкостенные трубы и их

бесшовное соединение, но и изготавливать конструктивные элементы силового набора разгонных блоков в виде равнопрочных узлов, тем самым значительно сокращая количество сварных швов в силовом наборе.

Наиболее нагруженными конструктивными элементами ферм разгонного блока являются несущие силовые трубные элементы диаметром (82-83) мм длиной от 1000 мм, а также узлы их соединения. Проведенные предварительные работы на предшествующих этапах показали принципиальную возможность изготовления методом металлургии гранул мелкогабаритных трубных модельных элементов диаметром 30 мм и длиной 300 мм. Металлургия гранул позволяет также решить задачу изготовления соединительного блока ферменной конструкции, что обеспечит сокращение количества сварных швов в силовом наборе, и тем самым повысит надежность конструкции в целом.

Совместная конструкторская проработка с предприятиями отрасли с учетом возможностей металлургии гранул и особенностей ферменных конструкций элементов разгонного блока выявила необходимость в изготовлении среднеразмерных несущих трубных элементов из титановых сплавов диаметром 82 мм, толщиной стенки 1,5 мм и длиной не менее 1000 мм, а также узлов «глухой» заделки и заделкой под шарнир, обеспечивающих жесткость конструкции. Выбранный элемент представлен на рисунке 5.22.

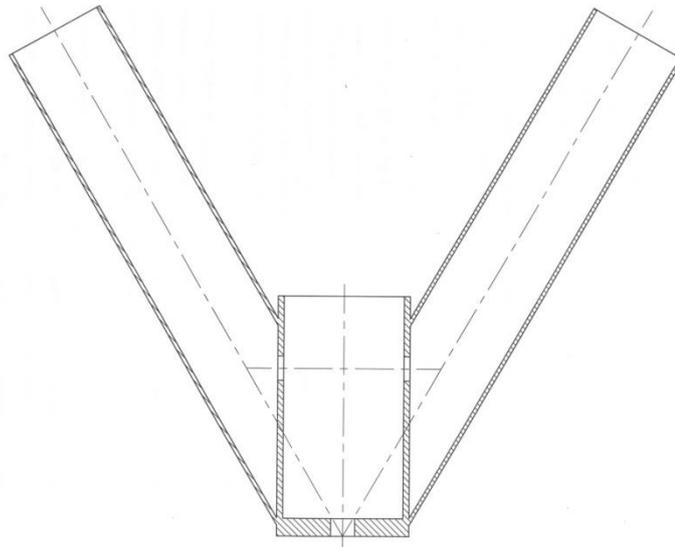


Рисунок 5.22 – Эскиз узла соединения с «глухой» заделкой

#### **5.4.2 Разработка конструкторской документации и изготовление капсулы для экспериментальных натуральных образцов**

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. Эскиз капсулы представлен на рисунке 5.23.

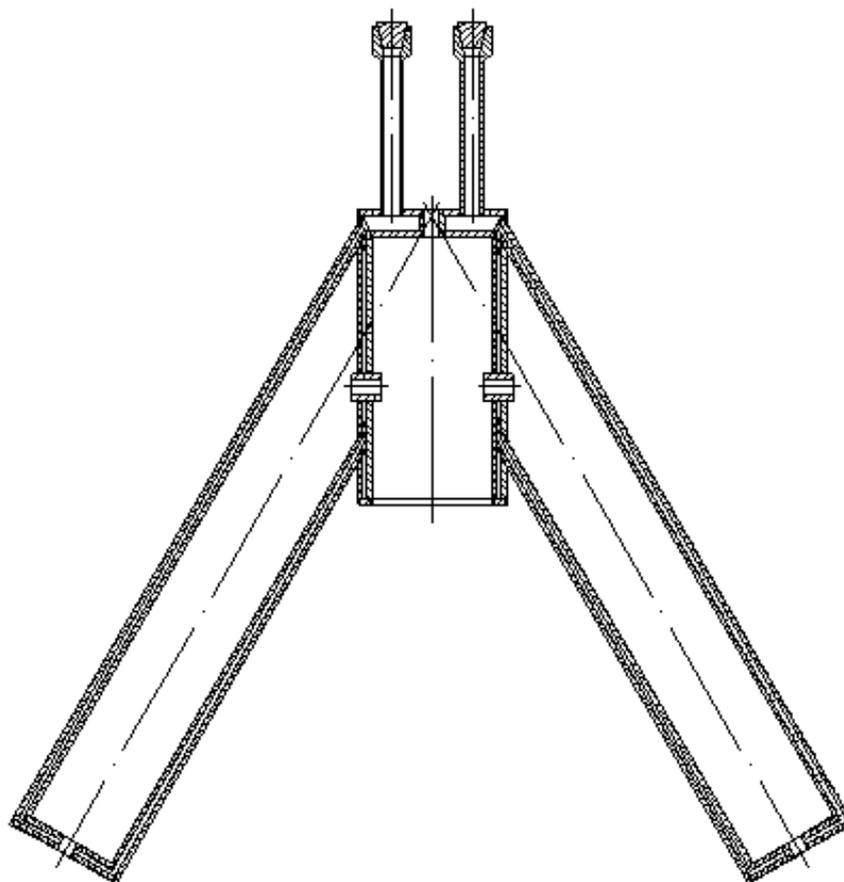


Рисунок 5.23 - Эскиз капсулы для изготовления экспериментальных натуральных образцов методом металлургии гранул

По разработанной конструкторской документации изготовлены капсулы для экспериментальных образцов натуральных трубных элементов, представляющие собой тонкостенные трубные заготовки (рисунок 5.24). Материалом для капсул является сталь 20.



Рисунок 5.24 – Капсулы для натуральных трубных элементов

#### **5.4.2 Изготовление экспериментальных образцов натуральных трубных элементов (ГИП, термообработка компактных заготовок)**

Изготовлены экспериментальные образцы натуральных трубных элементов, представляющие собой тонкостенные трубные заготовки (толщина стенки 2 мм). Материалом для трубных элементов являются титановые сплавы ВТ14 и ВТ23. Готовые изделия по геометрии и размерам соответствуют требованиям чертежа. Внешний вид готовых трубных элементов приведен на рисунке 5.25. Режим горячего изостатического прессования (ГИП) проводился по стандартному режиму для сплавов ВТ14 и ВТ23: температура  $(850 \pm 10)$  °С, выдержка 3 часа. Особенность данного режима заключалась в сохранении необходимой формы тонкостенного изделия, что достигнуто путем направленной деформации. Усадка капсул после ГИП показана в таблице 5.6.

Таблица 5.6 - Усадка капсул после ГИП

<i>Размеры после ГИП, мм</i>											
	<i>d1</i>	<i>d2</i>	<i>d3</i>	<i>d4</i>	<i>d5</i>	<i>h1</i>	<i>h2</i>	<i>h3</i>	<i>h4</i>	<i>h5</i>	<i>h6</i>
<i>Исходный</i>	15	102	82	102	82	125	458	182	469	327	571
<i>Капсула 1</i>	13,5	101,5	81,3	99	80	118	458	182	468	316	565
<i>(коэф-т)</i>	1,11	1,005	1,009	1,03	1,025	1,06	1,0	1,0	1,002	1,035	1,011
<i>Капсула 2</i>	13,5	101,5	81,5	98,8	80	119,5	458	182	468	316	564,7
<i>(коэф-т)</i>	1,11	1,005	1,006	1,032	1,025	1,046	1,0	1,0	1,002	1,035	1,011

Из этих данных видно, проценты усадки капсул по всем размерам находятся в соответствии с нормой (~ 10 % по диаметру), т.е. процесс горячего изостатического прессования прошел в полном объеме при сохранении заданной формы заготовок (рисунок 5.25).

Проведена стандартная термообработка – вакуумный отжиг в течении 1 часа для сплава ВТ14 при  $T = (700 \pm 10)^\circ\text{C}$ , для сплава ВТ23 при  $T = (770 \pm 10)^\circ\text{C}$ .



Рисунок 5.25 - Внешний вид модельных трубных элементов

Натурные трубные элементы (образцы) соответствуют требованиям чертежа.

## 5.5 Проектирование и изготовление оснастки для проведения контрольных испытаний. Проведение контрольных испытаний на несущую нагрузку, герметичность на экспериментальных образцах натуральных трубных элементов

Спроектирована (КД 1110-26 «Оснастка для проверки на герметичность») и изготовлению оснастки для проведения контрольных испытаний на герметичность.

Главным требованием к оснастке является обеспечение герметичности при проведении контрольных испытаний. Для ее обеспечения при изготовлении уплотнений использовали резину по ГОСТ 7338. Фланец и заглушка изготовлены из стали 20. Внешний вид готовых элементов оснастки, а так же конструкция в сборе на стенде показаны на рисунках 5.26 и 5.27.

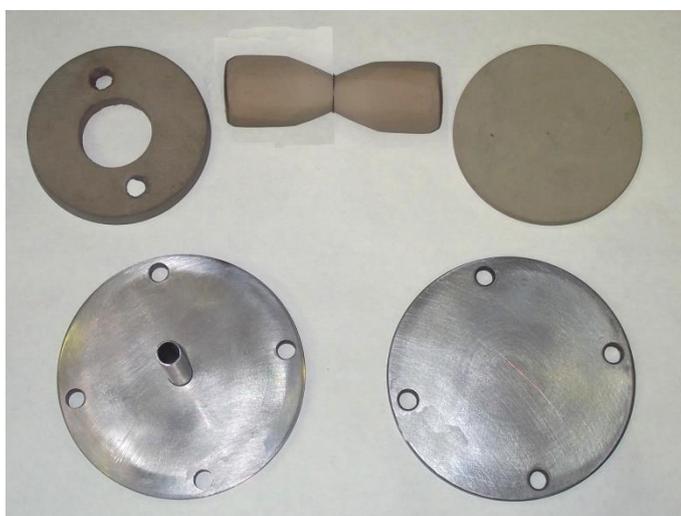


Рисунок 5.27 - Детали оснастки для проведения контрольных испытаний на герметичность



Рисунок 5.27 - Оснастка для проведения контрольных испытаний на герметичность в сборе

Проведены контрольные испытания 2-х экспериментальных образцов натуральных трубных элементов на несущую нагрузку и герметичность. Установка испытаний на герметичность представлена на рисунке 28.

Испытания трубных образцов на герметичность проведены с помощью течеискателя - натекание гелия не зафиксировано, то есть оба образца *герметичны*.

После проверки на герметичность образцы натуральных трубных элементов испытаны на несущую нагрузку. Испытания на несущую нагрузку проводили на универсальной испытательной машине ЦД-40.

Испытания включали в себя следующие операции:

- образец устанавливается без зазоров в испытательной машине;
- медленно сжимая цанги машины выбираются люфты;
- проводится нагружение образца вертикальной силой до потери устойчивости.

Установлено, что при достижении сжимающего усилия 30000 кг (норматив 20000 кг) на образцах при внешнем осмотре нарушений целостности материала и потери формы не обнаружено.

## **5.6 Изготовление опытной партии натуральных трубных элементов разгонного блока**

Контрольные испытания натуральных трубных элементов подтвердили, что режимы ГИП выбраны правильно. Плотность компакта соответствует требованиям, предъявляемым к качественному изделию, при этом сохранена необходимая форма тонкостенного изделия.

Таким образом, уточненный режим ГИП соответствует стандартному режиму для сплавов ВТ14 и ВТ23: температура  $(850 \pm 10)$  °С, выдержка 3 часа.

Контрольные испытания натуральных трубных элементов показали также, что выбранная стандартная термообработка – вакуумный отжиг в течении 1 часа для сплава ВТ14 при  $T = (700 \pm 10)$  °С, для сплава ВТ23 при  $T = (770 \pm 10)$  °С обеспечивает уровень прочности  $\sigma_B$  не выше 930 МПа. Повышение прочностных характеристик возможно за счет применения двухуровневой термообработки: закалка + старение. Таким образом, уточненный режим термообработки, обеспечивающий уровень прочности выше 1100 МПа, выбран для сплава ВТ14 - закалка  $T = (860 \pm 10)$  °С, выдержка 20 мин, охлаждение в воду + старение  $T = (500 \pm 10)$  °С, выдержка 4 ч, охлаждение на воздухе, для сплава ВТ23 - закалка  $T = (840 \pm 10)$  °С, выдержка 20 мин, охлаждение на воздухе + старение  $T = (500 \pm 10)$  °С, выдержка 6 ч, охлаждение на воздухе.

По уточненным режимам ГИП и термообработки изготовлена опытная партия натуральных трубных элементов из титановых сплавов ВТ14 и ВТ23 по 2 шт.

Готовые изделия по геометрии и размерам соответствуют требованиям чертежа. Внешний вид готового натурального трубного элемента приведен на рисунке 5.28.



Рисунок 5.28 - Внешний вид натурального трубного элемента

## **5.7 Проведение стендовых испытаний натуральных трубных элементов**

### **5.7.1 Разработка методики и проведение испытаний трубных элементов из титанового сплава, полученных методом гранульной металлургии, при сложном напряженном состоянии**

Объектом исследования является конструкция из трубных элементов, изготовленная методом гранульной металлургии из титанового сплава ВТ-23. Три трубных элемента круглого тонкостенного сечения в составе конструкции расположены под прямым углом друг другу в трех взаимно перпендикулярных плоскостях.

На рисунке 5.29 представлен чертеж конструкции. С целью упрощения последующего расчета конструкция условно разделяется на три отдельных цилиндрических элемента.

Для разработки методики испытаний проведен предварительный расчетный анализ возможных условий нагружения испытываемой конструкции.

Рассматриваемая конструкция имеет сложную пространственную конфигурацию. Для расчета значений внутренних силовых факторов трубных элементов при сложном напряженном состоянии воспользуемся уравнениями равновесия. Для этого запишем сумму проекций внешних сил и внутренних силовых факторов и сумму моментов этих сил относительно выбранной системы координат  $xuz$ , где  $x$  – продольная ось трубы, а оси  $y$  и  $z$  образуют с осью  $x$  правую тройку векторов, как это показано на рисунке 5.28.

Запишем условия равновесия для трех трубных элементов (нумерация по рисунку 5.29 слева направо):

$$\left\{ \begin{array}{l} N_1 = -P \cos \beta \\ Q_{y1} = -P \sin \beta \cos \alpha \\ Q_{z1} = -P \sin \beta \sin \alpha \\ M_{kp1} = 0 \\ M_{xy1} = Q_{y1} x_1 \\ M_{xz1} = Q_{z1} x_1 \end{array} \right. \quad (1)$$

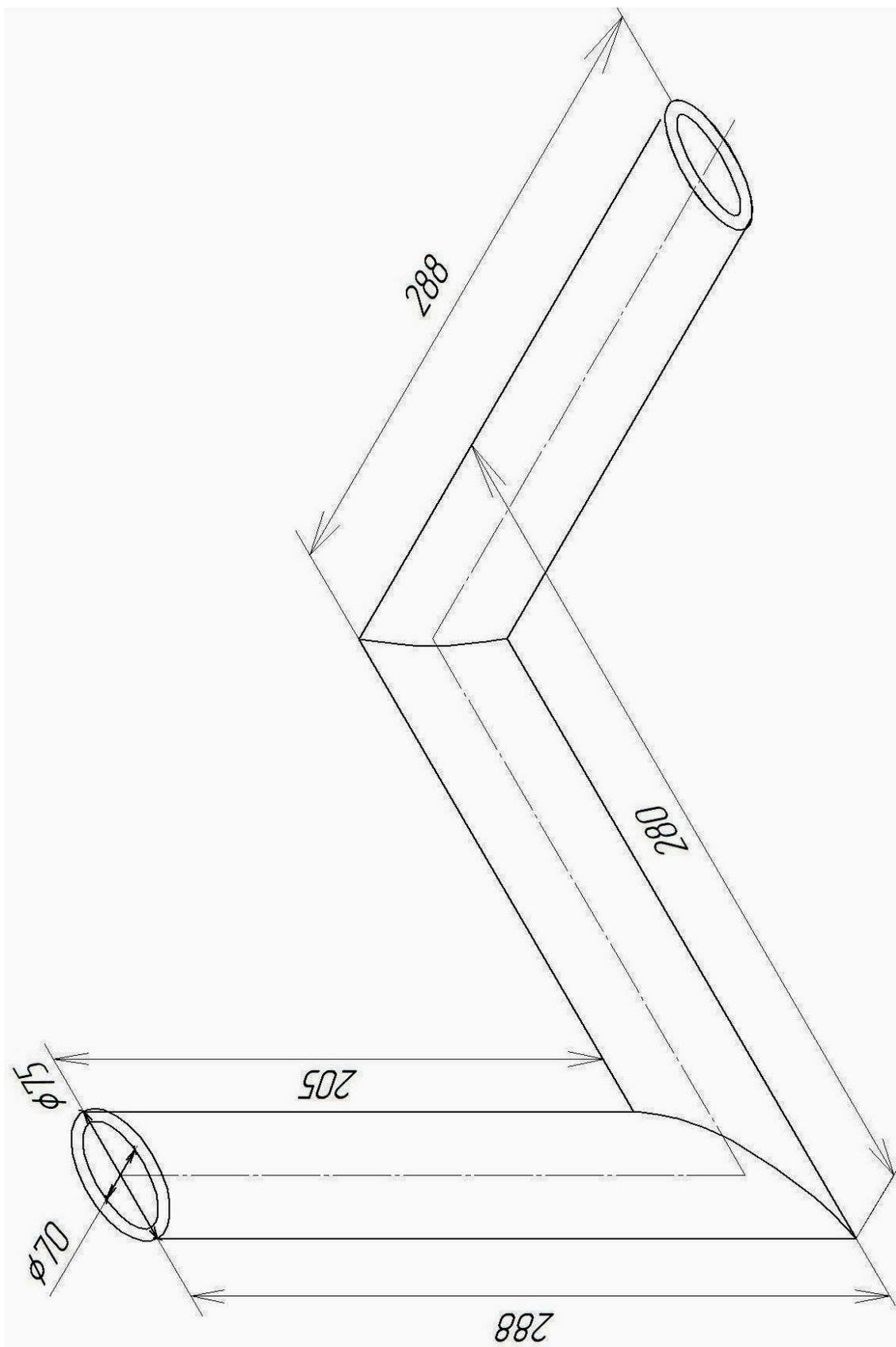


Рисунок 5.29 – Чертеж испытываемой конструкции

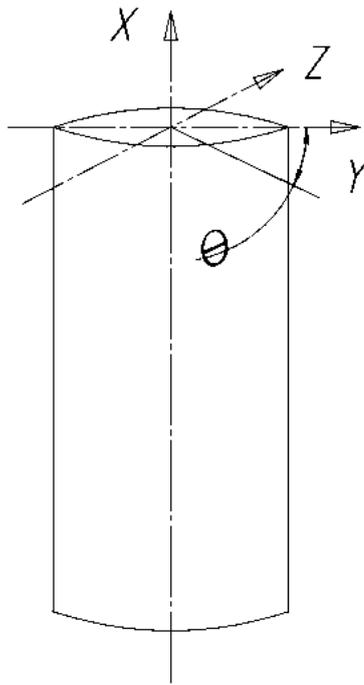


Рисунок 5.30 – Система координат  $xuz$  для трубного элемента

$$\left\{ \begin{array}{l} N_2 = -Q_{y1} \\ Q_{y2} = -N_1 \\ Q_{z2} = -Q_{z1} \\ M_{кр2} = M_{z1}(l_1) \\ M_{y2} = M_{y1}(l_1) + Q_{y2}x_2 \\ M_{z2} = Q_{z2}x_2 \end{array} \right. \quad (2)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} N_3 = -Q_{z2} \\ Q_{y3} = -Q_{y2} \\ Q_{z3} = N_2 \\ M_{кр3} = M_{z1}(l_2) \\ M_{y3} = M_{кр2} + Q_{y3}x_3 \\ M_{z3} = M_{z2}(l_2) + Q_{z3}x_3 \end{array} \right. \quad (3)$$

где  $N_i$  – осевая сила,  $Q_{yi}$ ,  $Q_{zi}$  – перерезывающие силы в направлении осей  $y$  и  $z$  соответственно,  $M_{кpi}$  – крутящий момент,  $M_{xyi}$ ,  $M_{xzi}$  – изгибающие

моменты, действующие в плоскостях  $xu$  и  $xz$  соответственно,  $x_i$  – продольная координата, отсчитываемая вдоль оси трубного элемента,  $\alpha$ - угол между вектором приложенной нагрузки  $P$  и плоскостью  $xz$ .

Выразим нормальные и касательные напряжения в тонкостенной оболочке через внутренние силовые факторы [5.2]:

$$\sigma_i = \frac{1}{2\pi R^2 h} [N_i R + 2(M_{xyi} \cos \theta + M_{xzi} \sin \theta)], \quad (4)$$

$$\tau_i = \frac{1}{2\pi R^2 h} [M_{kpi} + R(Q_{yi} \sin \theta + Q_{zi} \cos \theta)], \quad (5)$$

где  $R$  и  $h$  – внешний радиус и толщина трубного элемента соответственно,  $\theta$  – угол, отсчитываемый от плоскости  $xz$ , как это показано на рисунке 22.

Также, используя гипотезу энергии формоизменения, найдем значение эквивалентного напряжения [5.3]:

$$\sigma_{\text{экви}} = \sqrt{\sigma_i^2 + 3\tau_i^2}. \quad (6)$$

### Результаты расчетов

Для проведения расчетов была составлена специальная программа на языке Visual Basic (© Microsoft, 2001). На рисунках 5.31, 5.33, 5.35, 5.37, 5.39, 5.41, 5.43, 5.45, 5.47 и 5.49 приведены графики расчетных зависимостей нормальных напряжений  $\sigma$  и касательных  $\tau$  от угла  $\theta$ , отсчитываемого от плоскости  $xu$  в сечении трубного элемента, как это показано на рисунке 31. На рисунках 5.32, 5.34, 5.36, 5.38, 5.40, 5.42, 5.44, 5.46, 5.48 и 5.50 показаны варианты связи нормальных напряжений  $\sigma$  с касательными  $\tau$ .

Зависимости рассчитаны для сечений, в которых находятся тензодатчики. Схема расположения тензодатчиков и показаны на рисунке 23.

Схема приложения нагрузки приведена на рисунке 24; расчетные зависимости построены при значении приложенной нагрузки  $P = 5000 \text{ Н}$ .

Зависимости внутренних силовых факторов для датчиков №№ 11, 12 и 13 приведены на одном графике, так как они все находятся в одном и том же сечении и составляют розетку датчиков.

Кроме того, при данном приложении нагрузки рассматриваемые зависимости для датчиков №№ 3, 4, 5, 6, 7 и 8 оказываются практически одинаковыми. В данном отчете на рисунках 5.37 и 5.38 приведены только зависимости для датчика № 3, представляющего данную группу.

Приведенные результаты расчетов показывают, что картины *напряженно-деформированного состояния* в различных сечениях весьма *разнообразны*. Выбранное расположение датчиков при испытаниях позволяет зафиксировать различные виды напряженного состояния материала в условиях однократного его нагружения.

При анализе численных значений результатов расчета следует иметь в виду, что при проведении данных оценочных расчетов не учитывалось влияние краевых эффектов. Соответственно, напряженное состояние в зоне заделки, зоне приложения нагрузки и зонах стыка цилиндрических элементов может значительно отличаться от исследованного.

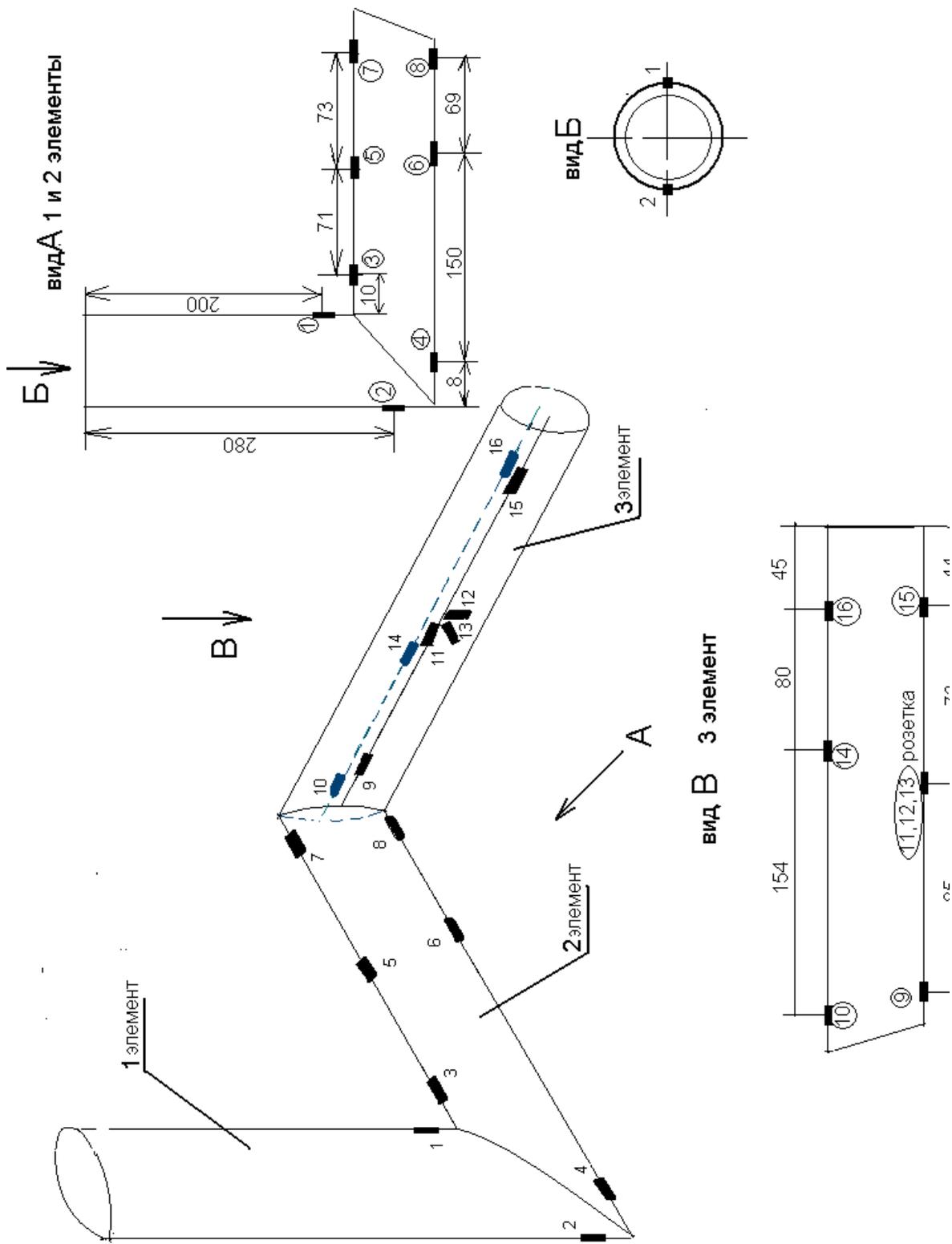


Рисунок 5.31 – Схема расположения тензодатчиков

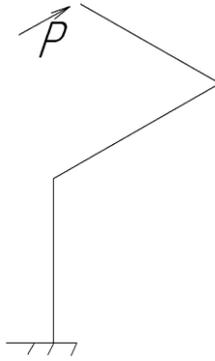


Рисунок 5.32 - Схема приложения нагрузки

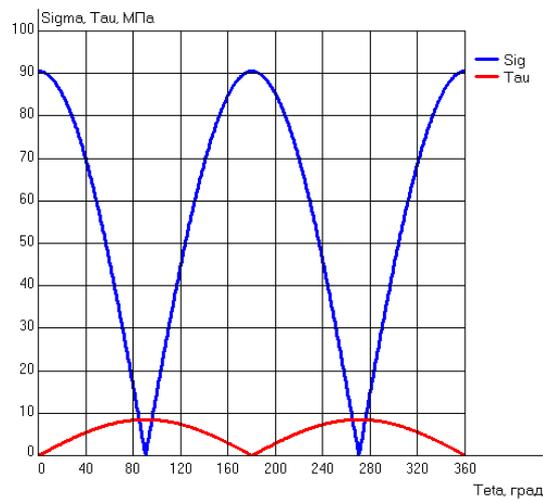


Рисунок 5.33 – Зависимость нормальных напряжений  $\sigma$  и касательных  $\tau$  от угла  $\theta$  в сечении датчика № 1

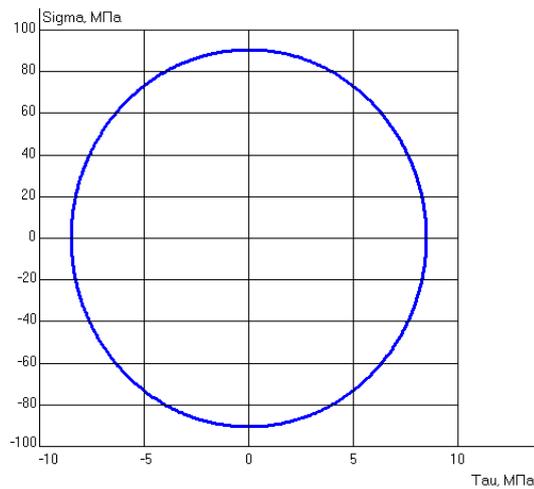


Рисунок 5.34 – Зависимости нормальных напряжений  $\sigma$  от касательных  $\tau$  в сечении датчика № 1

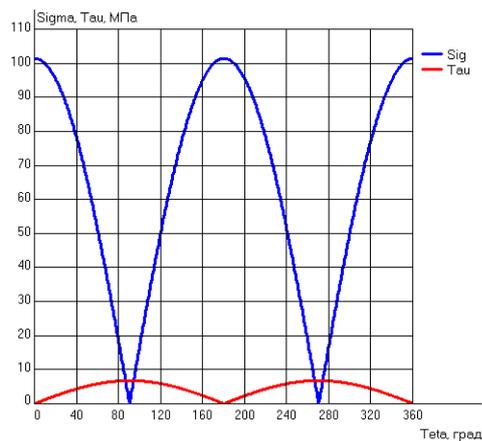


Рисунок 5.35 – Зависимость нормальных напряжений  $\sigma$  и касательных  $\tau$  от угла  $\theta$  в сечении датчика № 2

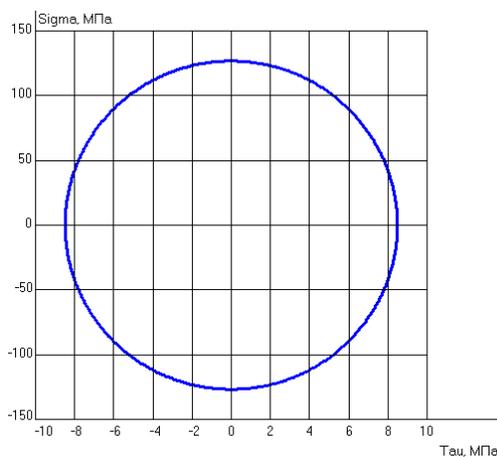


Рисунок 5.36 – Зависимости нормальных напряжений  $\sigma$  от касательных  $\tau$  в сечении датчика № 2

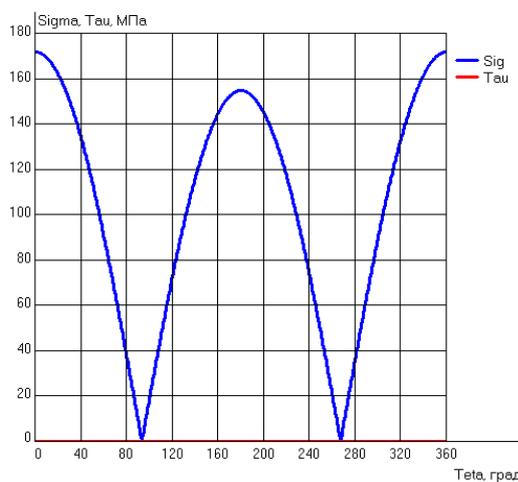


Рисунок 5.37 – Зависимость нормальных напряжений  $\sigma$  и касательных  $\tau$  от угла  $\theta$  в сечении датчика № 3 (аналогично датчики №№ 4-8)

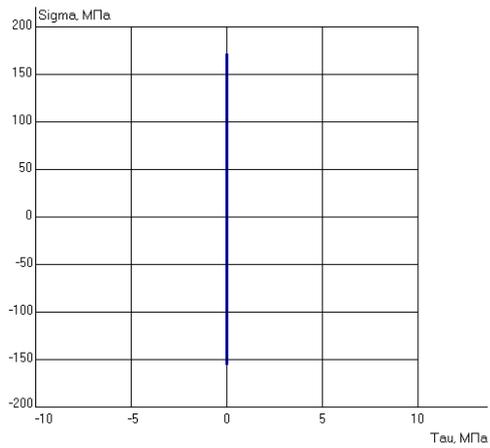


Рисунок 5.38 – Зависимости нормальных напряжений  $\sigma$  от касательных  $\tau$  в сечении датчика № 3 (аналогично датчики №№ 4-8)

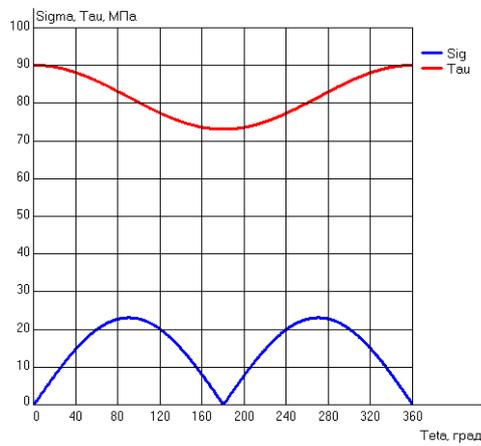


Рисунок 5.39 – Зависимость нормальных напряжений  $\sigma$  и касательных  $\tau$  от угла  $\theta$  в сечении датчика № 9

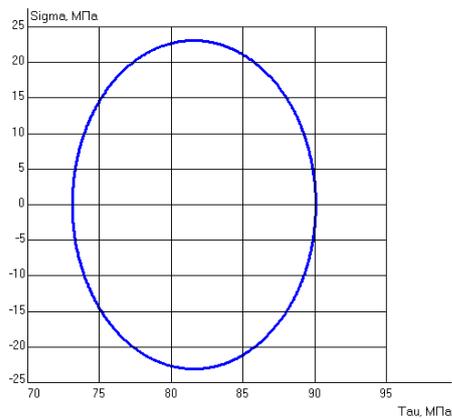


Рисунок 5.40 – Зависимости нормальных напряжений  $\sigma$  от касательных  $\tau$  в сечении датчика № 9

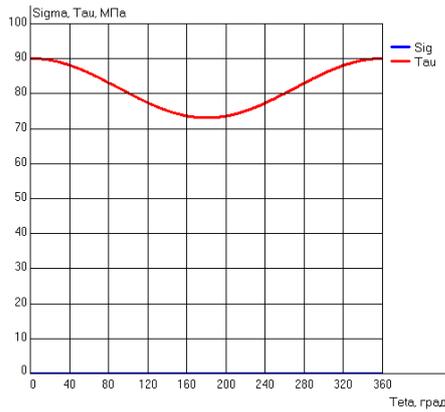


Рисунок 5.41 – Зависимость нормальных напряжений  $\sigma$  и касательных  $\tau$  от угла  $\theta$  в сечении датчика № 10

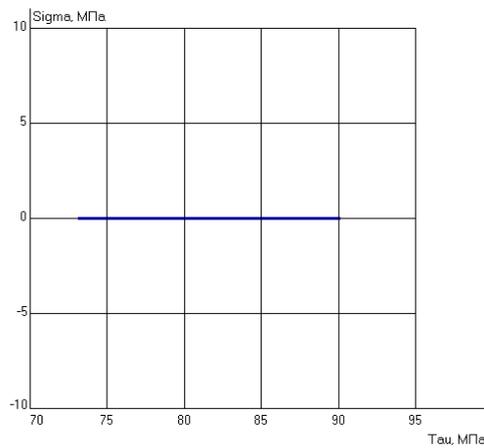


Рисунок 5.42 – Зависимости нормальных напряжений  $\sigma$  от касательных  $\tau$  в сечении датчика № 10

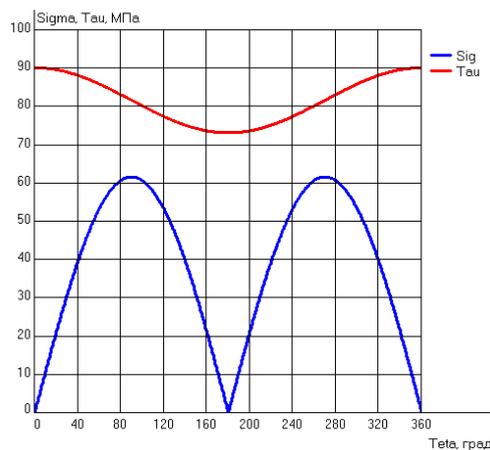


Рисунок 5.43 – Зависимость нормальных напряжений  $\sigma$  и касательных  $\tau$  от угла  $\theta$  в сечении датчиков №№ 11, 12 и 13

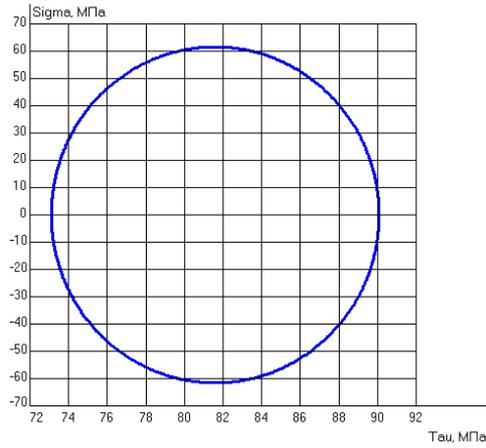


Рисунок 5.44 – Зависимости нормальных напряжений  $\sigma$  от касательных  $\tau$  в сечении датчиков №№ 11, 12 и 13

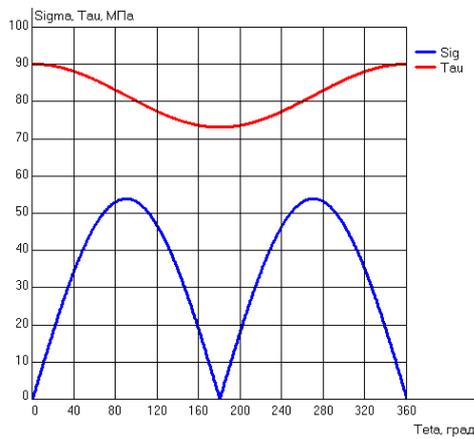


Рисунок 5.45 – Зависимость нормальных напряжений  $\sigma$  и касательных  $\tau$  от угла  $\theta$  в сечении датчика № 14

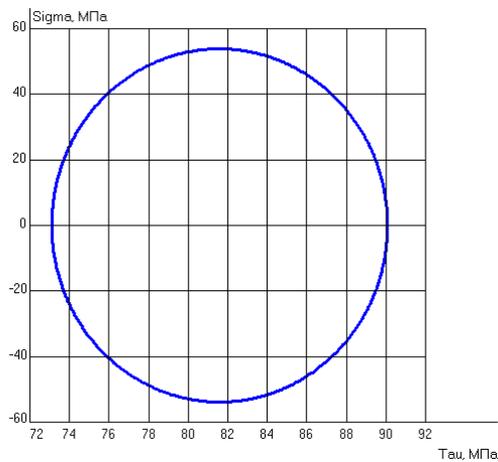


Рисунок 5.46 – Зависимости нормальных напряжений  $\sigma$  от касательных  $\tau$  в сечении датчика № 14

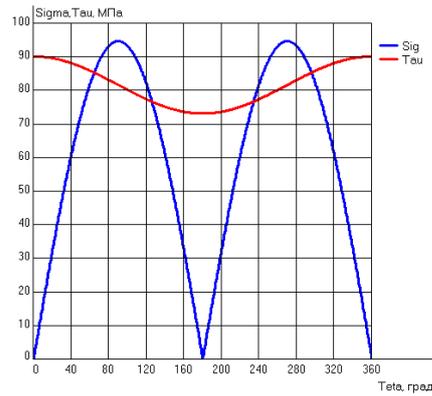


Рисунок 5.47 – Зависимость нормальных напряжений  $\sigma$  и касательных  $\tau$  от угла  $\theta$  в сечении датчика № 15

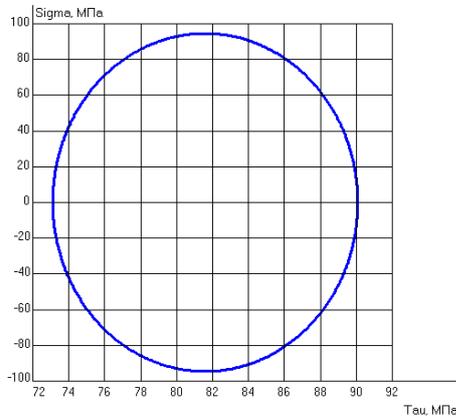


Рисунок 5.48 – Зависимости нормальных напряжений  $\sigma$  от касательных  $\tau$  в сечении датчика № 15

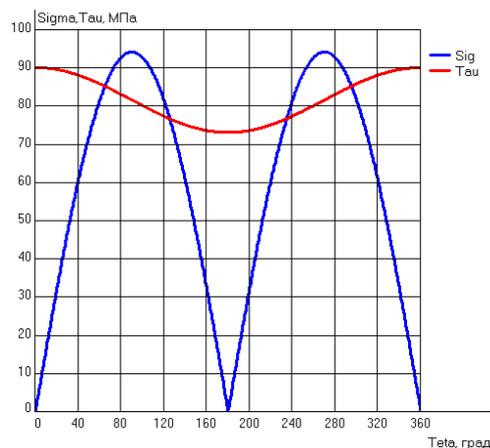


Рисунок 5.49 – Зависимость нормальных напряжений  $\sigma$  и касательных  $\tau$  от угла  $\theta$  в сечении датчика № 16

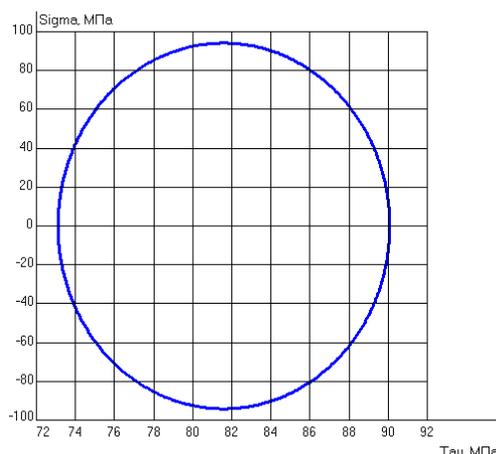


Рисунок 5.50 – Зависимости нормальных напряжений  $\sigma$  от касательных  $\tau$  в сечении датчика № 16

Для точного определения напряжений в этих зонах следует использовать метод конечных элементов; такие расчеты обязательно должны проводиться при проектировании конкретных изделий, подобных испытанному.

Помимо исследовательских расчетов проведена также предварительная оценка несущей способности, необходимая для изготовления оснастки.

В качестве расчетной схемы принята пространственная стержневая система [5.3]. Для определения несущей способности конструкции воспользуемся методом расчета по напряжениям и гипотезами пластичности. Для определения напряженного состояния построим эпюры изгибающих и крутящих моментов от силы  $P$  для схемы нагружения, показанной на рисунке 5.29. Соответствующая эпюра показана на рисунке 5.51.

Судя по этой эпюре, наиболее опасное напряженное состояние имеет место в заделке. От крутящего момента  $M_{кр} = P \cdot l_3$  возникает касательное напряжение  $\tau$  и от изгибающего момента  $M_{изг} = P \cdot l_1$  – напряжение изгиба  $\sigma$ . Их величины в соответствии с зависимостями (1.4) и (1.5)

$$\tau = \frac{M_{кр}}{W_{кр}}, \quad (7)$$

$$\sigma = \frac{M_{\text{изг}}}{W_x}, \quad (8)$$

где  $W_x$  – момент сопротивления сечения при изгибе,  $W_{\text{кр}}$  – момент сопротивления сечения при кручении (полярный момент сопротивления).

Для тонкостенного трубчатого сечения:

$$W_{\text{кр}} = 2F\delta, \quad (9)$$

$$W_x = \frac{W_{\text{кр}}}{2}, \quad (10)$$

где  $\delta$  – толщина стенки трубчатого элемента,

$$\delta = \frac{(D - d)}{2} = \frac{(75 - 70)}{2} = 2,5 \text{ мм}, \quad (11)$$

$$W_{\text{кр}} = 2\pi R^2 \cdot 2,5 = 2\pi \cdot 35^2 \cdot 2,5 = 19242,25 \text{ мм}^3, \quad (12)$$

$$W_x = \frac{W_{\text{кр}}}{2} = 9621,125 \text{ мм}^3. \quad (13)$$

Находим напряжения:

$$l_1 = 288 - 40 - \frac{75}{2} = 210,5 \text{ мм}, \quad (14)$$

$$l_2 = 280 - \frac{75}{2} - \frac{75}{2} = 205 \text{ мм}, \quad (15)$$

$$l_3 = 288 - \frac{75}{2} + 110 = 360,5 \text{ мм}, \quad (16)$$

$$\tau = P \cdot \frac{360,5}{1924225} = 0,019P, \quad (17)$$

$$\sigma = P \cdot \frac{210,5}{9621,12} = 0,022P. \quad (18)$$

Воспользуемся гипотезой энергии формоизменения для определения эквивалентного напряжения  $\sigma_{\text{экв}}$  согласно (1.6):

$$\sigma_{\text{экв}} = \sqrt{((0,022P)^2 + 3(0,019P)^2)} = 0,039P. \quad (19)$$

При испытании образца из этого материала на кручение получено предельное касательное напряжение  $\tau_{\text{max}} = 450$  МПа. Таким образом, эквивалентное напряжение

$$\sigma_{\text{экв}} = \sqrt{(\sigma^2 + 3\tau^2)} = \sqrt{3} \cdot \tau_{\text{max}} = 779,42 \text{ МПа}. \quad (20)$$

Из этой зависимости  $\sigma_{\text{экв}}(P)$  можно найти силу нагружения:  
 $0,039P \Leftrightarrow 779,42 \text{ МПа} \rightarrow P = 19985 \text{ Н}.$

Зная значение максимально допустимой силы, проводится проектирование оснастки для испытаний конструкции.

### Испытательная методика

Испытания образца трубного элемента из титанового сплава, полученного методом гранульной металлургии, проводится в целях определения механических характеристик материала, таких, как предел текучести, предел прочности, модуль упругости и др. Кроме того, данное испытание проводится в исследовательских целях – для изучения условий прочности при сложных напряженных состояниях.

Как уже отмечалось, суть испытания заключается в том, что испытываемый образец консольно закрепляется с одного торца, а на другом его торце прикладывается нагрузка в соответствии со схемой, представленной на рисунке 5.32.

Для проведения таких испытаний необходимо было спроектировать и изготовить оснастку, позволяющую закрепить образец и произвести его нагружение. Проектирование оснастки производилось с учетом результатов вышеприведенных расчетов.

Вид подготовленного к испытаниям образца приведен на рисунке 5.52.

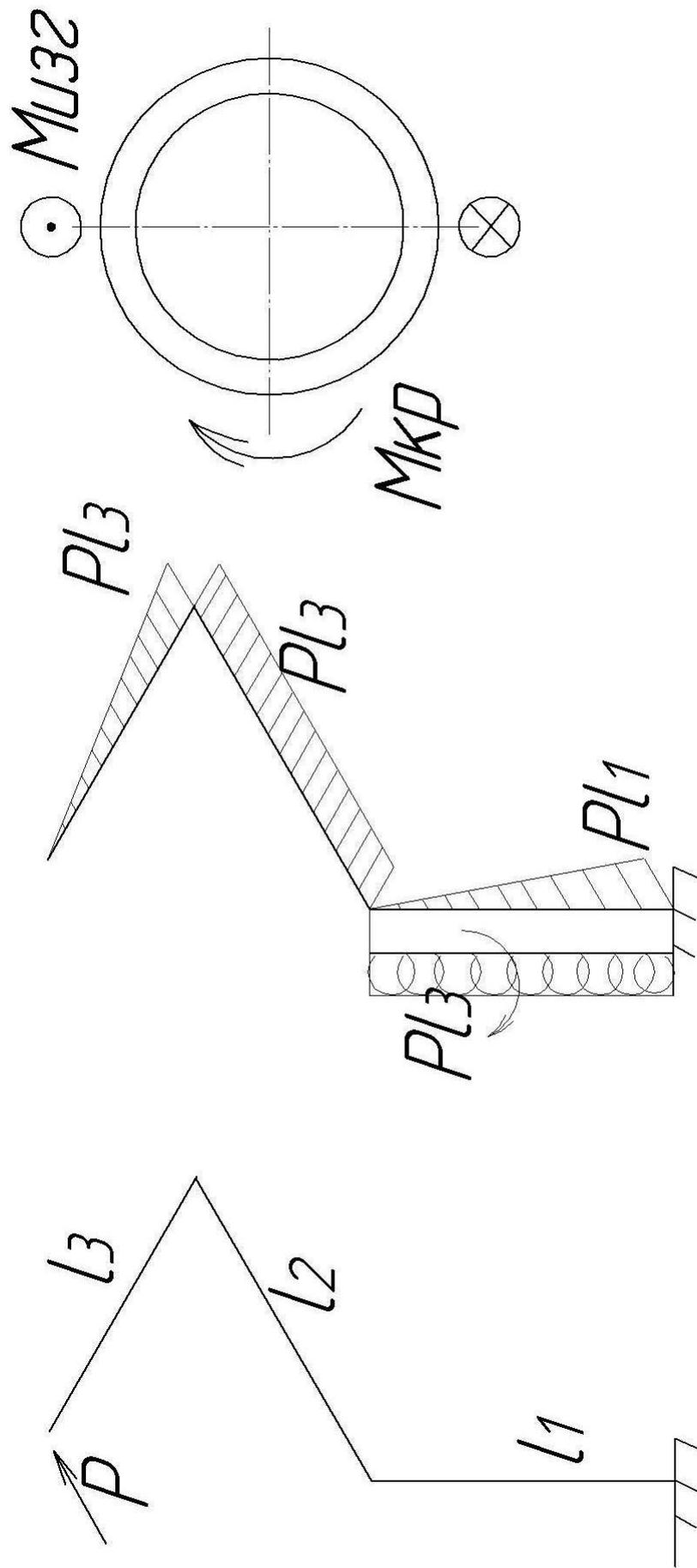


Рисунок 5.51 – Эпюра изгибающих и крутящих моментов от внешней нагрузки

Закрепление образца на силовом полу испытательной лаборатории производился с помощью четырехкулачкового патрона.

Для установки трубчатой конструкции в четырехкулачковый патрон на одном конце трубчатого элемента с помощью восьми болтов М10 прикреплялся стальной вкладыш с резьбой, как это показано на рисунке 5.44. Размеры стального вкладыша и места его закрепления на элементе показаны на рисунке 5.54. Таким образом, можно осуществить необходимое заземление для нагружения конструкции, сделанной из титанового сплава. Стальной вкладыш с резьбой в соединении с четырехкулачковым патроном выполнял функцию заделки (заземления).

На другом торце испытываемой конструкции также с помощью восьми болтов М10 прикреплялась стальная «вилка» – приспособление для передачи усилия, возникающего от вращения винтовой пары, трубчатым элементам.



Рисунок 5.52 – Экспериментальный образец, подготовленный к испытаниям



Рисунок 5.53 – Стальной вкладыш с резьбой для закрепления образца



Рисунок 5.54 – Приспособление для закрепления образца в четырехкулачковом патроне

Вид и размеры этой «вилки» показаны на рисунке 5.55.

Образец в сборе с приспособлениями, закрепленный на силовом полу испытательной лаборатории, показан на рисунке 5.56. Плита для крепления к силовому полу системы нагружения показана на рисунке 5.57.

На этих рисунках обозначено:

1 – силовой пол; 2 – четырехкулачковый патрон; 3, 4 – шпильки;  
5 – гайки; 6 – плита.

Установка для проведения испытаний в сборе показана на рисунке 5.58.

Нагрузка на конструкцию передавалась с помощью винтовой пары, связанной с динамометром, с помощью которого можно отследить значения усилий. Для проведения испытаний было использовано два динамометра.

Характеристики динамометров (марка и номер):

1. Динамометр ДПУ – 0.5 – 2; Предельная нагрузка - 500кгс

Цена деления – 5 кгс; N 1915, ГОСТ 13837 – 68

2. Динамометр ДПУ – 2 – 2 – У2; Предельная нагрузка - 20 кН

Цена деления – 0.2 кН; N 850, ГОСТ 13837 – 79

Способ закрепления динамометров при проведении испытаний показан на рисунке 5.59.

### Методика определения деформаций при испытаниях

Способы экспериментального исследования напряженных конструкций обычно сводятся к прямому определению деформаций, возникающих в испытуемом объекте. Для замера деформации применялось несколько различных методов.



Рисунок 5.55 – Деталь приспособления для приложения нагрузки, устанавливаемая на титановый образец



Рисунок 5.56 – Образец с установленными на нем приспособлениями, закрепленный на силовом полу лаборатории



Рисунок 5.57 – Крепление системы нагружения к силовому полу



Рисунок 5.58 – Установка для проведения испытаний в сборе



Рисунок 5.59 – Закрепление динамометров при испытаниях

В данном исследовании измерение деформаций производилось при помощи тензометров с электрическим принципом замера. Схема расположения датчиков приведена на рисунке 5.31. Тензодатчики, наклеенные на конструкции, показаны на фотографии, приведенной на рисунке 5.60.

Датчики сопротивления были наклеены в продольном направлении по оси каждого участка. При исследовании напряжённого состояния часто возникает необходимость определить не только величину, но и направление главных напряжений. В таком случае практикуется установка в исследуемой области, так называемой розетки датчиков (три датчика в направлениях, составляющих углы в  $45^\circ$ ). В данном случае розетка применяется в одном месте (датчики №№ 11, 12 и 13). По трем замеренным удлинениям можно получить главные удлинения и угол, определяющий положение главных осей.

Основные технические данные и характеристики тензодатчиков:

- Тензорезисторы типа 2ФКП, производитель – ЗАО "Сибтензоприбор" в г. Топки
- Номинальное сопротивление – 200 Ом
- Предельное относительное отклонение от номинального ( $\delta R_{\text{п}}$ ) –  $\pm 0.8\%$
- Среднее значение чувствительности ( $K$ ) – 2.04
- Среднее квадратическое отклонение чувствительности ( $S_k$ ) – 0.03
- Материал образца 40Х13
- Диапазон рабочих температур – от минус  $50^\circ\text{C}$  до плюс  $70^\circ\text{C}$ .

Тензометрическое оборудование включает в себя тензометрическую систему СТММ и ПВЭМ, которые показаны на рисунке 5.61.

Показания тензодатчиков снимались с помощью прибора СТММ, обрабатывались специальным программным обеспечением, результаты были выданы на дисплей компьютера.



Рисунок 5.60 – Номера и расположение тензодатчиков, наклеенных на образец



Рисунок 5.61 – Тензометрическое оборудование в сборе: 1 – СТММ, 2 – Дисплей ПЭВМ

### 5.7.2 Испытания трубных элементов из титанового сплава

Конструкция из трубных элементов подвергалась ступенчатой нагрузке до 3924 Н с последующей разгрузкой. В ходе испытания, при нагружении снимались показания шестнадцати тензодатчиков при нагрузке 0 Н, 981 Н, 1962 Н, 2943 Н, 3924 Н и при разгрузке, при нагрузке 2943 Н, 1962 Н, 981 Н, 0 Н. Таким образом, были получены 9 показаний деформаций для каждого тензодатчика.

#### Результаты испытания

Значения деформации для каждого тензодатчика, полученные в ходе испытания, представлены в таблице 5.7.

Большинство датчиков показало линейный характер зависимости деформации от нагрузки. Нелинейный характер был обнаружен датчиками № 9, 12, 14, 15, 16. Также этими датчиками были выявлены остаточные деформации.

Для оценки полученных результатов был проведен сравнительный анализ, сопоставлялись значения деформации, полученные в ходе испытания, с расчетными значениями деформации. Расчетные значения деформации вычислялись по программе «ТИТАН».

При расчетах значение модуля упругости материала принималось равным  $E = 10^5$  МПа, коэффициент Пуассона  $\nu = 0,3$ .

В таблице 5.8 приведены значения деформации, измеренные датчиками при нагрузке  $P = 3924$  Н, и расчетные значения деформации в местах нахождения этих датчиков при этой нагрузке.

Таблица 5.7 – Показания тензодатчиков в ходе испытания № 1

На-грузка, Н	Деформация, $\varepsilon \cdot 10^5$							
	Номера тензодатчиков							
	1	2	3	4	5	6	7	8
0	0	0	0	0	0	0	0	0
981	9,7	-34,3	14,1	-33,4	30,4	-43,2	60,7	-154
1962	20,6	-63,4	29,2	-61,7	61	-80,9	115,9	-300,6
2943	31,7	-95	44,6	-92,2	93,6	-120,4	174,7	-452,9
3924	42,8	-123,9	59,7	-120,3	125,5	-156,5	231,9	-589,3
2943	32,8	-95,4	45,1	-92,5	94,6	-120,2	179,2	-441,4
1962	21,5	-64,7	29,4	-62,9	62,1	-81,4	120,3	-287,2
981	9,6	-33	13,1	-32,1	28,9	-40,8	60,7	-128,4
0	-2,1	-2,4	-2,6	-2,4	-2,7	-1,4	-0,8	16,5
На- грузка, Н	Деформация, $\varepsilon \cdot 10^5$							
	Номера тензодатчиков							
	9	10	11	12	13	14	15	16
0	0	0	0	0	0	0	0	0
981	-2,9	12,6	-12,6	-6,6	16,6	3	-13,6	17,8
1962	-4	26	-22,8	-11,8	33,6	6,1	-26,8	35,7
2943	-6,5	42,5	-35,1	-19	49,7	9,4	-47,7	62,4
3924	-8,9	59,7	-49,1	-28,1	62,8	10,2	-57,5	70,8
2943	-6,2	44,8	-37,3	-22,8	47,2	5,4	-46,8	46,8
1962	-3,8	28,6	-25,9	-17,5	30,3	1	-35,5	22,1
981	-2,9	13,7	-15,6	-12,3	11,5	-1,5	-23,7	0,8
0	-2,3	-1,1	-5,5	-7	-6,2	-5,5	-8,4	-18,3

Таблица 5.8 - Сопоставление расчетных и экспериментальных данных при испытании № 1

	Датчик №							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Расчетное значение деформации, $\epsilon \times 10^5$	72,42	-101,39	137,34	-123,76	137,34	-123,76	137,34	-123,76
Экспериментальное значение деформации, $\epsilon \times 10^5$	42,8	-123,9	59,7	-120,3	125,5	-156,5	231,9	-589,3

	Датчик №				
	9	10	11	12	14
Расчетное значение деформации, $\epsilon \times 10^5$	-18,48	3,63	-49,26	-14,78	43,10
Экспериментальное значение деформации, $\epsilon \times 10^5$	-8,9	59,7	-49,1	-28,1	10,2

В таблице не приведены значения деформации датчика №13, входящего в розетку датчиков, т.к. он предназначен лишь для определения направления главных площадок, и поэтому сравнение его показаний с теоретическим значением деформации не имеет смысла.

Видно, что для некоторых датчиков совпадение расчета и эксперимента очень хорошее, а для некоторых имеются качественные различия. По всей видимости, эти различия объясняются некачественной приклейкой соответствующих датчиков. Другой причиной в некоторых случаях может быть также влияние неучтенных краевых эффектов.

## 5.8 Стендовые испытания натуральных трубных элементов

Разработана программа по проведению стендовых испытаний натуральных трубных элементов, изготовленных с помощью технологии гранульной металлургии.

Целью испытаний является определение несущей нагрузки конструкции образцов фрагмента фермы, изготовленных с помощью технологии гранульной металлургии из гранул ВТ-14 и ВТ-23.

При испытании контролируется сила, при которой конструкция начинает разрушаться.

Образцы для испытаний представляют собой фрагмент ферменной конструкции. Размеры образца показаны на рисунке 5.62.

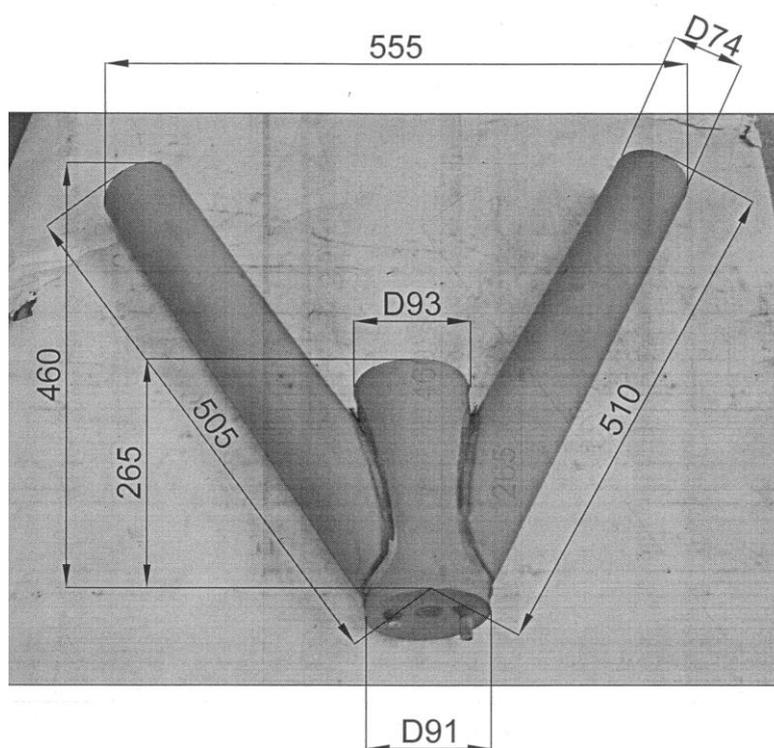


Рисунок 5.62 - Геометрические характеристики фрагмента фермы

Внешняя поверхность образцов имеет гладкую, ровную поверхность без вздутий, сколов, неровностей, расслоений, надрезов, царапин, трещин или других видимых невооруженным глазом дефектов.

Испытания проведены на четырех образцах из разных материалов :  
ВТ-14 и ВТ-23 с одинаковыми геометрическими размерами.

Испытания проводились на универсальной испытательной машине ЦД-40.

Подготовка образца к испытаниям:

- провести визуальный осмотр каждого образца;
- провести замеры геометрических размеров;
- вставить внутрь трубных элементов фитинги с проушинами и закрепить их с образцом с помощью болтов;
- пристыковать к фитингам через серьги кронштейн, с помощью которого она будет закреплена в машине.
- Провести испытания каждого образца на растяжение:
- установить образец в разрывную машину согласно рисунку 5.63;
- аккуратно раздвигая план-шайбы, выбрать люфты в машине.
- Произвести нагружение образца силой 100 кг и выдержать под нагрузкой 1 минуту.
- Произвести нагружение образца силой с шагом 100 кг и выдержкой под нагрузкой 1 мин. до разрушения конструкции.

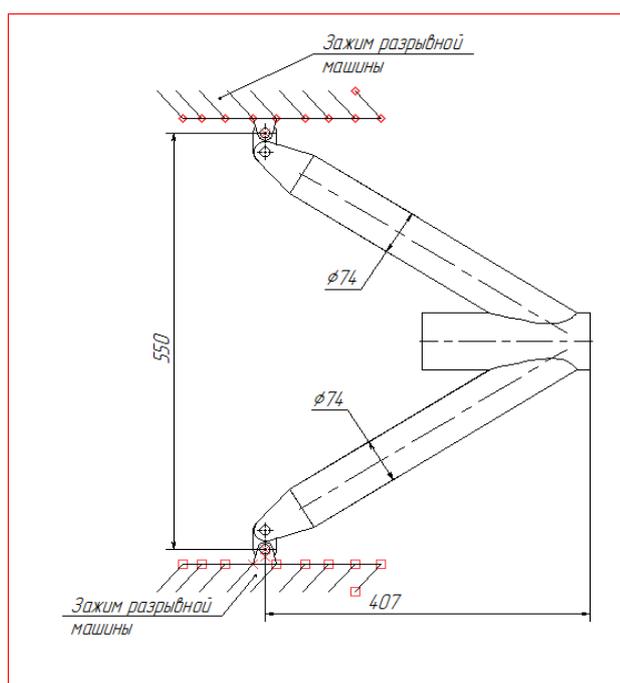


Рисунок 5.63 – Схема установки образца в разрывной машине

Результаты испытаний на герметичность.

При испытании партии натуральных трубных образцов (4 шт) с помощью течеискателя (минимальный поток гелия регистрируемый течеискателем –  $7 \cdot 10^{-13}$  м<sup>3</sup>·Па/с ( $5,25 \cdot 10^{-7}$  л·мкм рт. ст./с)) натекание не зафиксировано, то есть образцы герметичны.

После проверки на герметичность партию образцов натуральных трубных элементов из титановых сплавов ВТ14 и ВТ23 испытывали на растяжение, как ферменную конструкцию «жесткого» типа.

По результатам испытаний на растяжение натуральных трубных элементов из титановых сплавов ВТ14 и ВТ23, как ферменных конструкций «жесткого» типа, установлено, что конструкция выдерживает нагрузки до 1200 кг (стандартная нагрузка для таких конструкций – 1000 кг).

По результатам испытаний также установлено:

- 1 Технология изготовления элементов конструкции из гранулированного титанового сплава отработана.
- 2 Характеристики получаемого после компактирования материала стабильны.
- 3 Полученные результаты испытаний на растяжение показывают, что деталь изготовлена без дефектов, выполнены требования чертежа.

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».

## 5.9 Выдача рекомендаций

Ферменные конструкции с точки зрения повышения энергомассовых характеристик ракетно-космической техники являются одними из самых перспективных.

Фермы, как правило, используются в качестве переходных отсеков и для крепления двигательных установок. Переходные отсеки выполняют функцию соединения блоков между собой, крепления полезного груза к разгонному блоку, а также для подвески несущих топливных отсеков. Их конструктивное исполнение может зависеть от назначения и условий их работы. Для крепления ракетных двигателей используются фермы, обеспечивающие не только передачу тяги двигателей и инерционных сил, но и требуемую точность установки оси двигателя.

С точки зрения конструктивно-силовой схемы ферменные отсеки выполняются конической, цилиндрической формы или в виде отдельных стержневых систем. Наиболее целесообразно применение ферменных конструкций, в которых стержни соединяются в узлах крепления ферм.

В настоящее время ферменные конструкции изготавливаются с помощью сварки отдельных элементов, а сварка титановых сплавов требует специального оборудования, с последующей сборкой в специально спроектируемом и изготовленном стенде.

Целью данной работы было разработать технологию изготовления звеньев ферменной конструкции из титанового сплава, обеспечивающую прочностные характеристики не хуже сварной конструкции, но уменьшающие трудозатраты на изготовление изделия в целом.

### Порядок проведения испытаний и их анализ

По результатам анализа изготовленных различных простых по конфигурации элементов конструкции методом гранульной металлургии были изготовлены фрагменты ферменной конструкции.

Первоначально в лабораторных условиях было подтверждено, что прочностные свойства материала соответствуют свойствам основного материала, а так же проверены геометрические параметры на соответствие чертежей. После этого были проведены прочностные испытания сложной ферменной конструкции. Схема испытаний показана на рисунке 5.66.

Анализ этих испытаний показал, что:

- 1 Технология изготовления элементов конструкции из гранулированного титанового сплава отработана.
- 2 Характеристики получаемого после спекания материала стабильны.
- 3 Полученные результаты испытаний на растяжение показывают, что деталь изготовлена без дефектов.
- 4 Выполнены требования чертежа.
- 5 Разрушение произошло в месте максимального напряжения.

#### Прочностной расчет конструкции

Прочностной расчет конструкции проводился с целью определения характеристик материалов, из которых они изготовлены. Расчет проводился с помощью Конечно-элементной модели.

Конечно - элементная модель (КЭМ) фрагмента фермы создана с помощью программного комплекса MSC.Patran.

В модели использовались конечные элементы типа shell (моделирование пластин, оболочек и мембран) – плоские элементы, которые позволяют смоделировать плоское напряженное состояние, изгиб и поперечный сдвиг, а также элементы типа RBE2, которые позволили смоделировать шарнирное соединение, приложить нагрузку и граничные условия. В модели максимально использовался опыт расчета и условий эксплуатации ферменных конструкций изделий типа «Протон-М».

Толщина стенок фрагмента фермы составляет 2 мм. Граничные условия для КЭМ были выбраны таким образом, чтобы максимально приблизиться к условиям испытаний.

Физико – механические характеристики материалов ВТ23 и ВТ14 представлены в таблице 5.9.

Таблица 5.9 - Физико–механические характеристики материалов ВТ23 и ВТ14

Марка материала	Е, кгс/мм <sup>2</sup>	$\mu$	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %
ВТ23	11000	0,3	860	940	8
ВТ14	11000	0,3	840	910	9

На рисунках 5.64 и 5.65 представлены КЭМ фрагмента фермы.

На рисунке 5.65 схематично изображена установка для испытаний.

На рисунке 5.67 показана установка с объектом (фрагментом фермы) для испытаний.

На рисунке 5.68 показано место разрушения фрагмента фермы.

На рисунке 5.69 изображена КЭМ фрагмента фермы с приложенной нагрузкой.

На рисунке 5.70 представлено напряженно - деформированное состояние КЭМ.

На рисунке 5.71 показаны зоны максимальных напряжений.

На рисунке 5.72 представлены осевые перемещения КЭМ (максимальные перемещения находятся в местах приложения нагрузки).

На рисунке 5.73 представлены суммарные перемещения КЭМ.

На рисунке 5.74 представлены деформации КЭМ (в %).

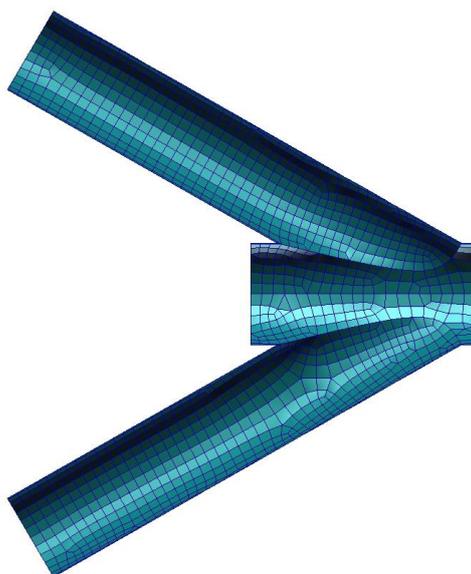


Рисунок 5.64 - Общий вид КЭМ фрагмента фермы

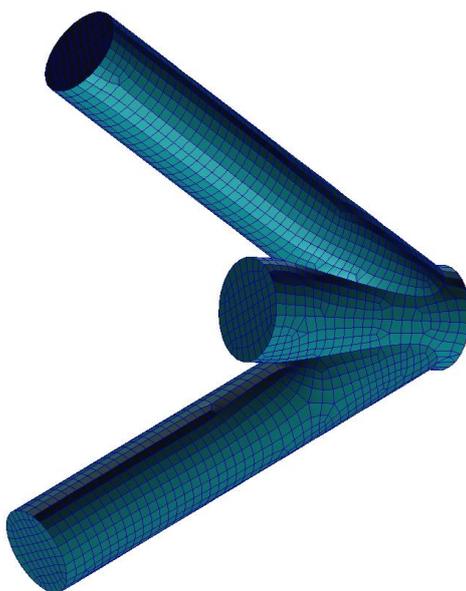
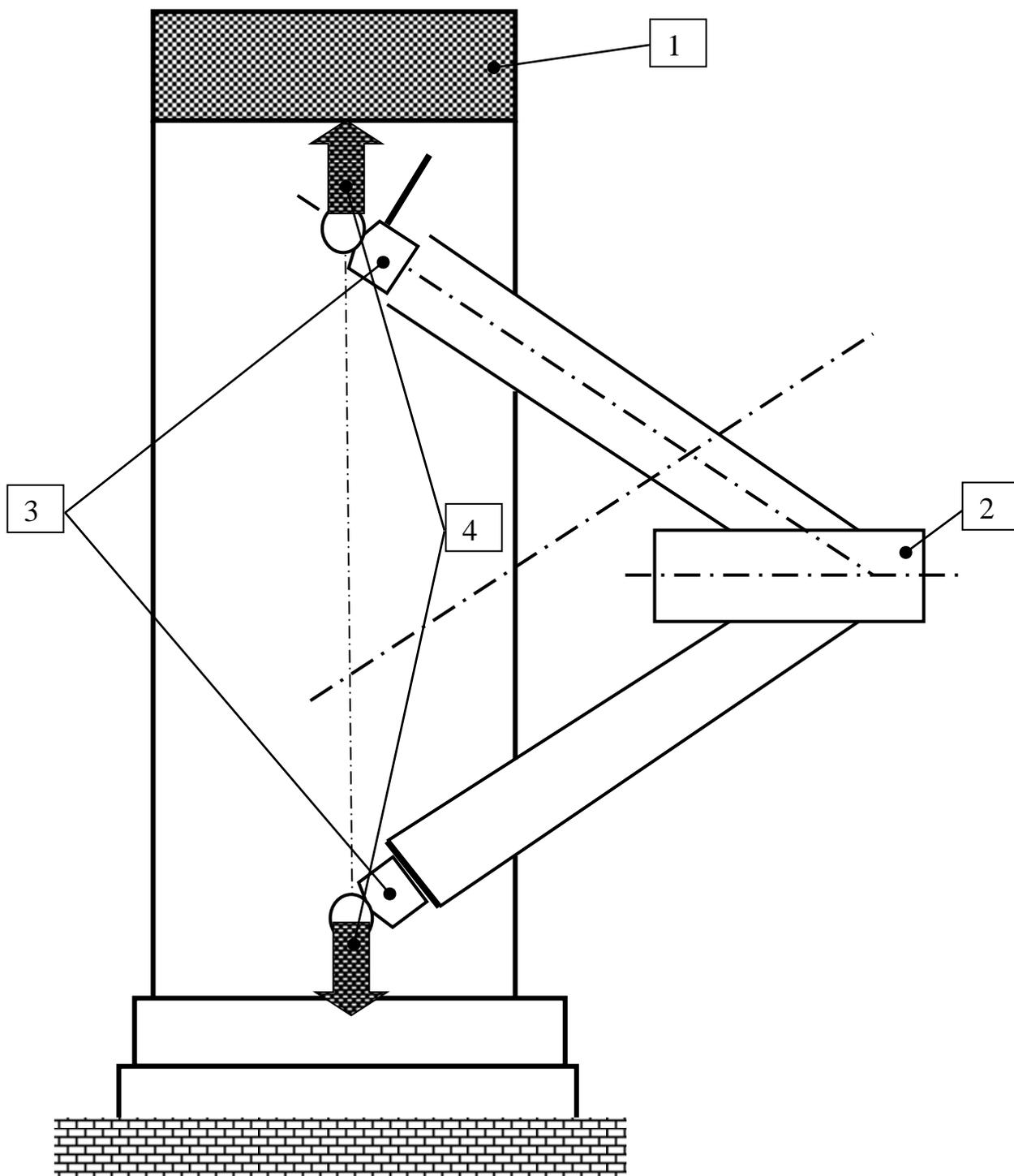


Рисунок 5.65 - Общий вид КЭМ фрагмента фермы



1 – разрывная машина, 2 – объект испытаний, 3 – шарнирная заделка,  
4 – реакции в опорах

Рисунок 5.66 - Схема установки для испытаний



Рисунок 5.67 - Установка с объектом (фрагментом фермы) для испытаний



Рисунок 5.68 - Место разрушения фрагмента фермы

Расчет прочности был проведен с помощью программного комплекса MSC.Nastran. Поскольку физико – механические характеристики материалов ВТ23 и ВТ14 близки, расчет был проведен только для конструкции с материалом ВТ23.

Ниже представлены результаты расчетов модели для материала ВТ23 с приложенной испытательной нагрузкой  $P = 1680$  кгс (рисунок 5.66).

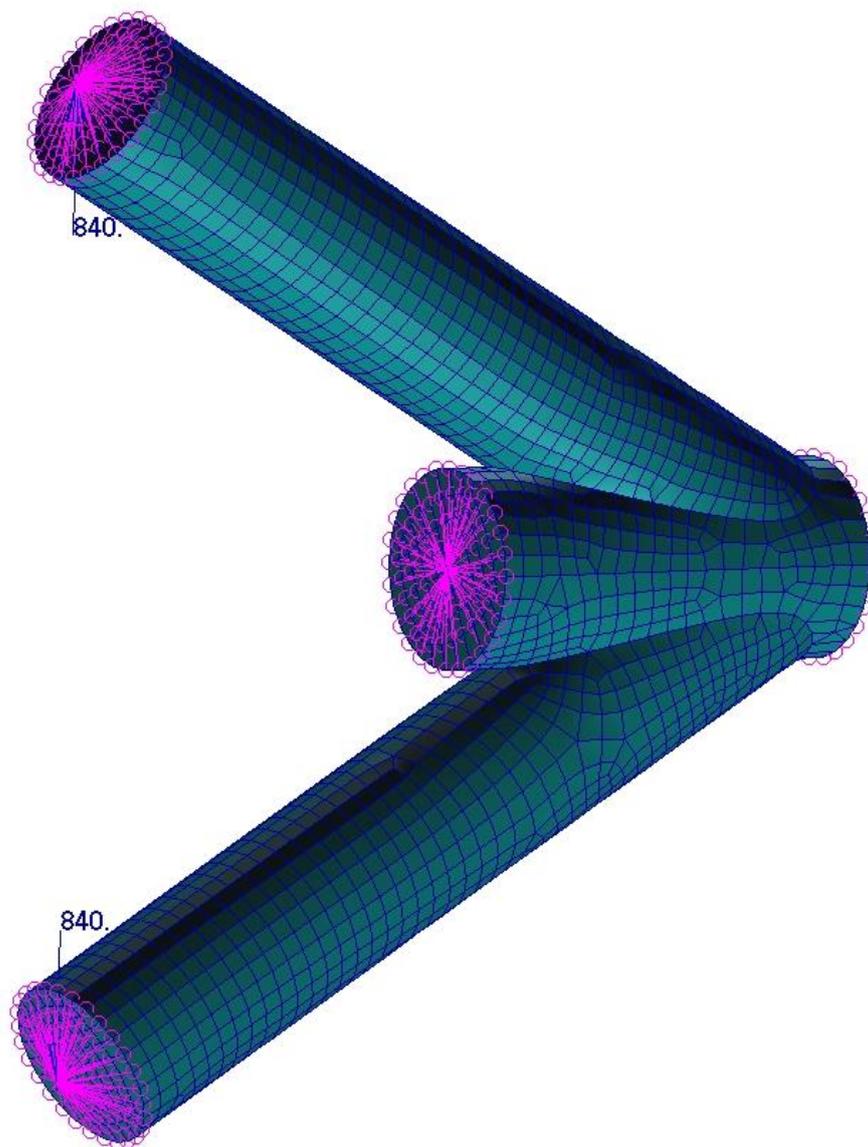


Рисунок 5.69 - КЭМ фрагмента фермы с приложенной нагрузкой

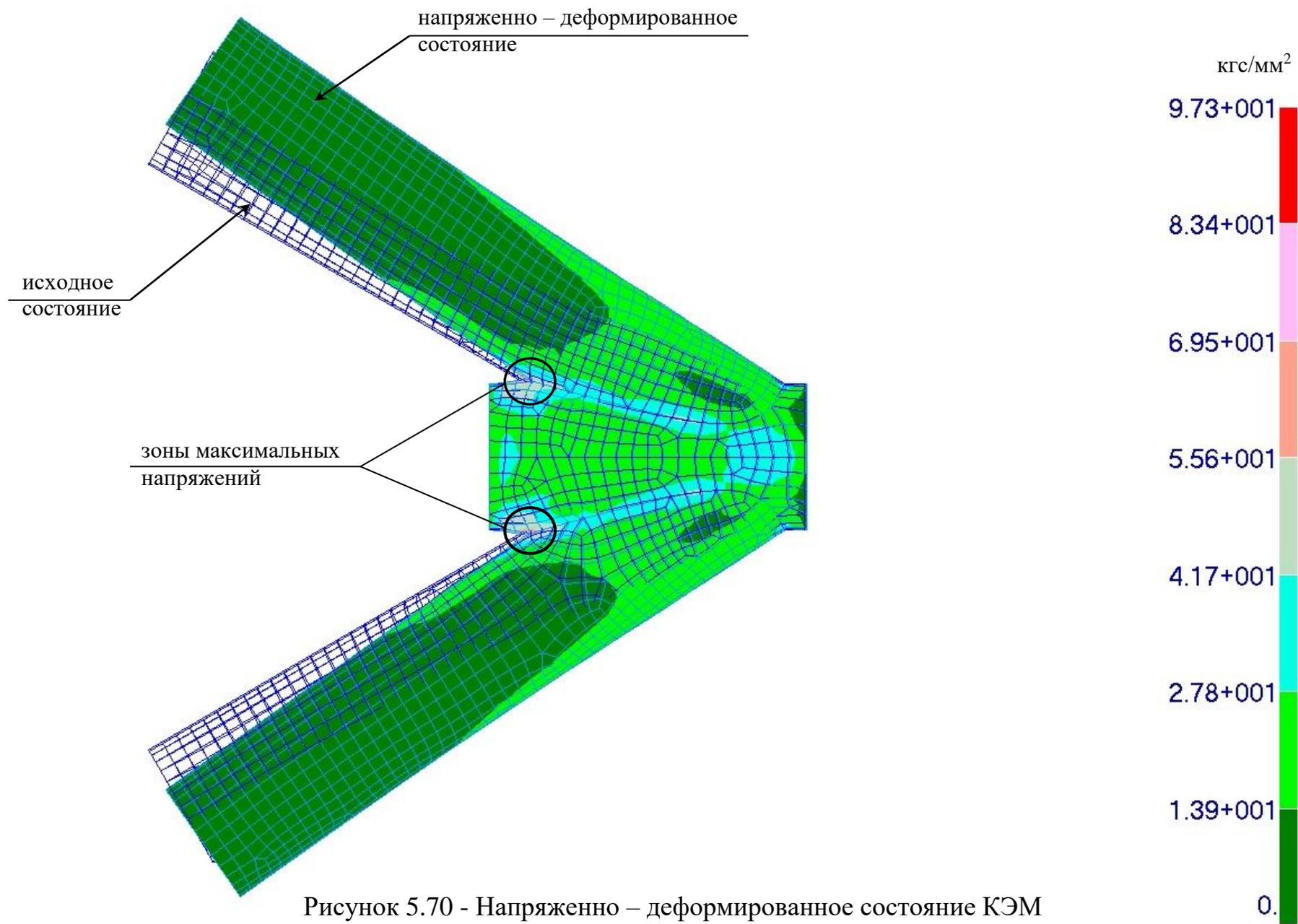


Рисунок 5.70 - Напряженно – деформированное состояние КЭМ

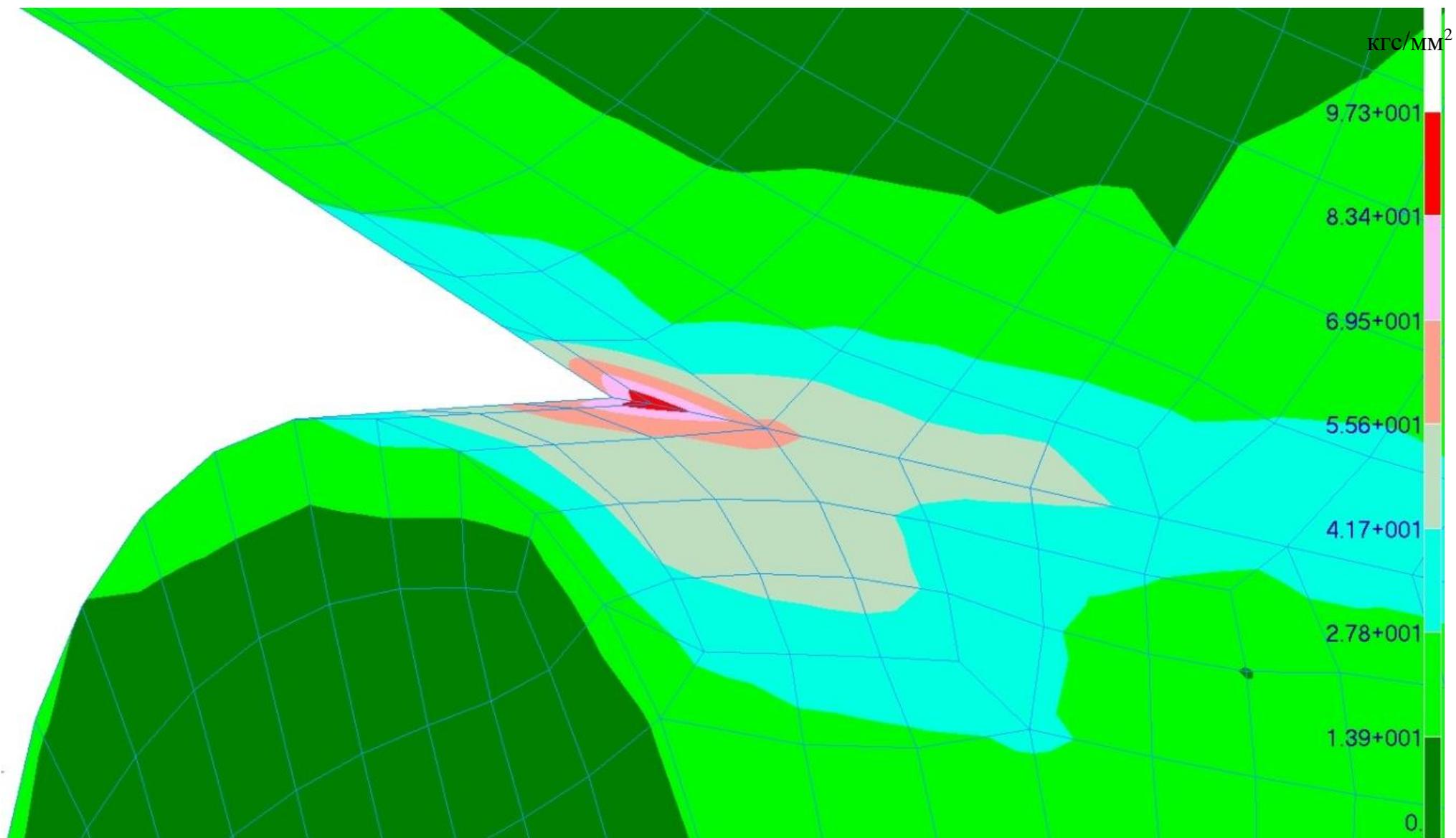


Рисунок 5.71 - Зона максимальных напряжений КЭМ

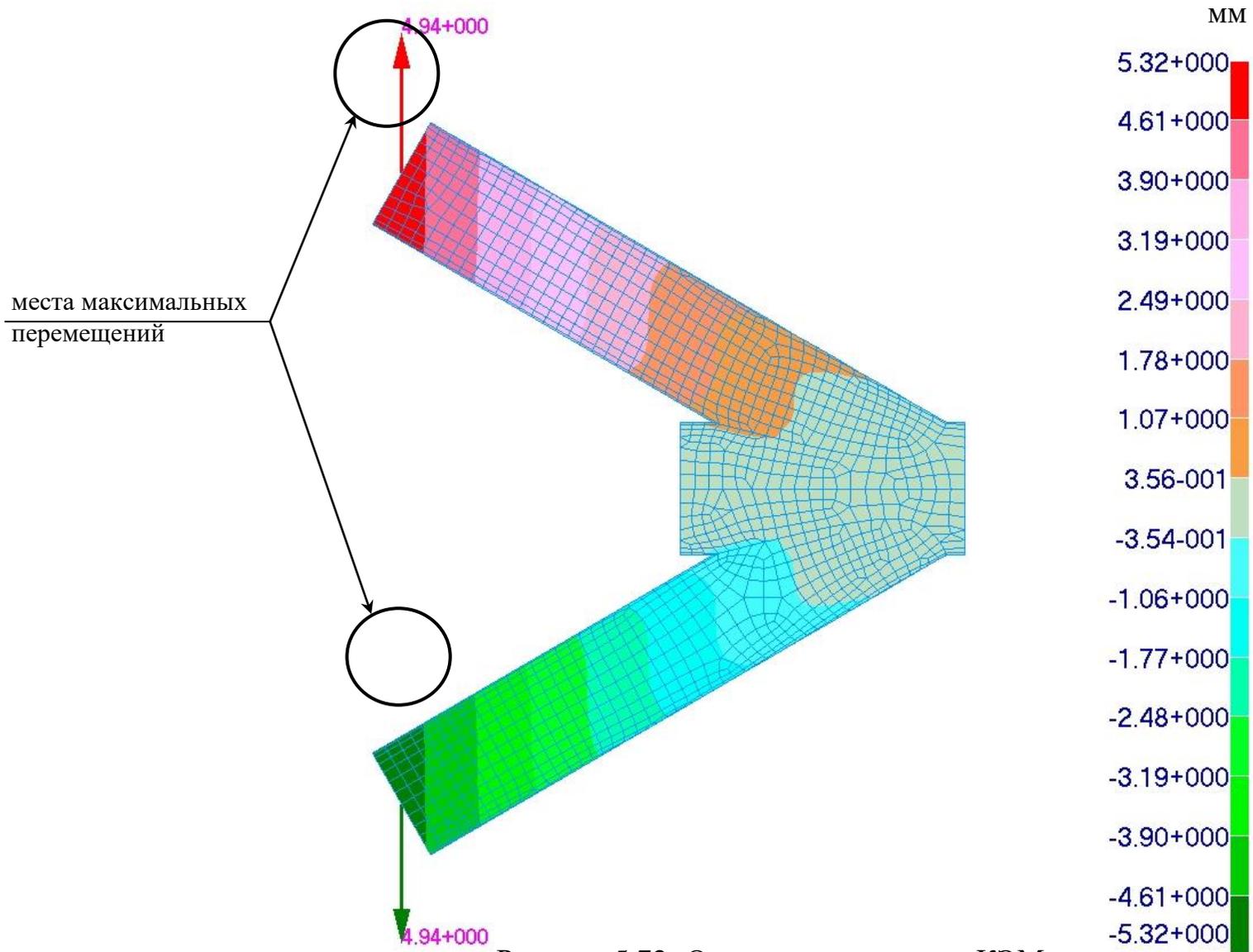


Рисунок 5.72- Осевые перемещения КЭМ

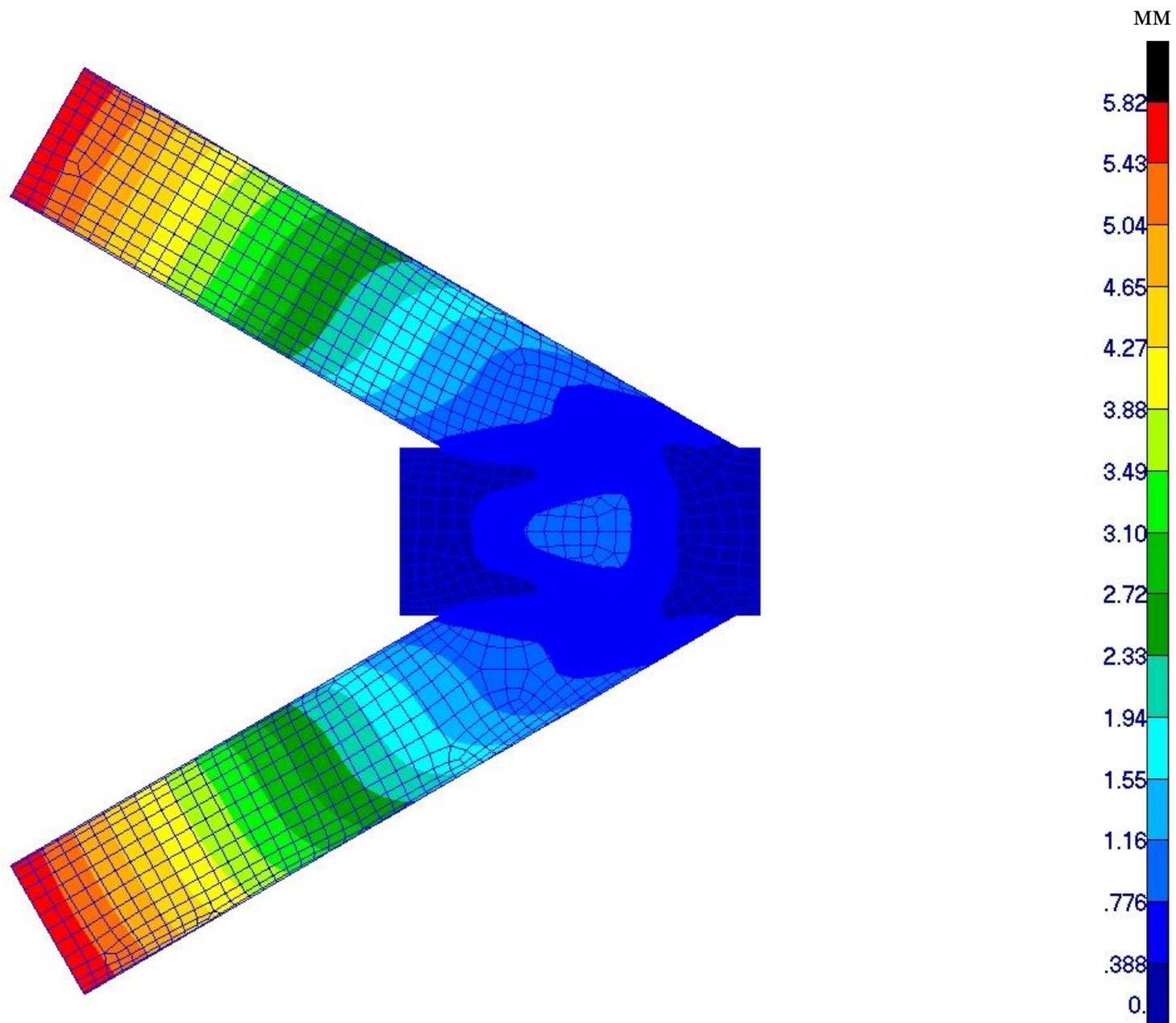


Рисунок 5.73 - Суммарные перемещения КЭМ

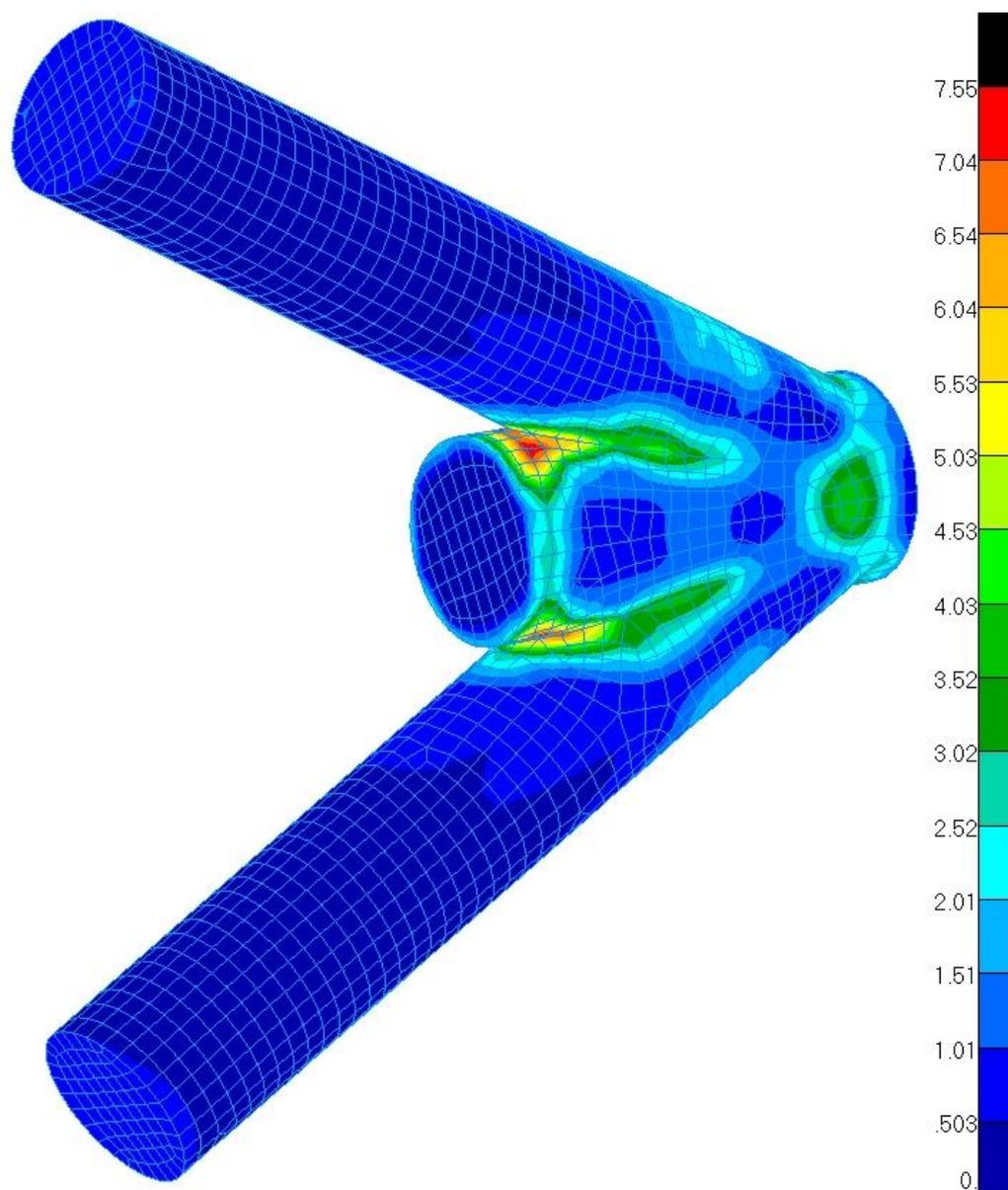


Рисунок 5.74 - Деформации КЭМ

Результаты проведенных прочностных расчетов подтверждают, что фрагмент ферменной конструкции изготовлен в соответствии с требованием чертежа. Свойства материала во всех зонах конструкции получились одинаковые и соответствуют свойствам ВТ-23 и ВТ-14, изготовленных по ОСТ 92-9465. Разрушение произошло в зоне максимального напряжения.

Полученные результаты показывают, что наиболее привлекательны варианты применения данной технологии изготовления в конструкциях простых ферм, где в одном узле сходятся не более двух элементов конструкции.

В зависимости от условий эксплуатации и нагружения изделий вместо трубчатых элементов могут быть применены «открытые» сечения, например, швеллера. Если шпангоуты изделия, к которым крепиться ферма, спроектированы нежесткими, то зоны соединения элементов должны быть скруглены и, если необходимо, то и усилены (например, выполнены Т-образные сечения).

В изделиях, где требуется невысокая ферма (расстояние между лапками не соизмеримо с высотой), усилений в зонах соединения скорее всего не потребуется, т.к. перемещения в крайних точках будут незначительны и напряжения не достигнут критических значений.

Следующий вариант конструкции фермы – это вариант, когда жесткость шпангоутов не позволяет перемещаться точкам крепления фермы к шпангоутам. В этом случае изгибающий момент будет существенно меньше, а силы в основном будут действовать на трубчатые элементы фермы.

Толщины силовых элементов, толщины в зонах сопряжения этих элементов могут быть точно определены только применительно к конкретному изделию и определенным условиям эксплуатации.

Однако полученные результаты показывают, что данная технология перспективна и может быть применена в изделиях, работающих при криогенных температурах, например, РН «Ангара», в конструкциях, находящихся в агрессивных средах, например, в судостроении.

Учитывая, что в настоящее время в основном ферменные конструкции содержат в себе шарнирные соединения, что увеличивает себестоимость конструкции и изделия в целом, предлагаемая технология позволяет изготавливать сложные фрагменты фермы, состоящей из нескольких звеньев. Это значительно сократит технологический цикл изготовления агрегатов и сборки изделий в целом.

## 5.10 Заключение

1 Проведена конструкторская проработка и выбор конструктивных элементов разгонного блока для изготовления экспериментальных натуральных образцов методом металлургии гранул, обеспечивающих повышение надежности конструкции. Выбраны трубчатые цилиндрические элементы ферменных конструкций и пространственные узловые элементы 3Д конфигурации в качестве экспериментальных натуральных образцов для последующего их изготовления.

2 На базе проведенных теоретических исследований разработана методика испытаний трубных элементов из титанового сплава, полученных методом гранульной металлургии, при сложном напряженном состоянии.

3 Проведены испытания экспериментального образца трубных элементов из титанового сплава, полученных методом гранульной металлургии, при сложном напряженном состоянии. При достижении сжимающего усилия 30000 кг (норматив 20000 кг) на образцах при внешнем осмотре нарушений целостности материала и потери формы не обнаружено.

4 По результатам проведенных исследований проведено уточнение режимов ГИП и термообработки. Режим ГИП соответствует стандартному режиму для сплавов ВТ14 и ВТ23: температура  $(850 \pm 10)$  °С, выдержка 3 часа. Режим термообработки, обеспечивающий уровень прочности выше 1100 МПа выбран для сплава ВТ14 - закалка  $T = (860 \pm 10)$  °С, выдержка 20 мин, охлаждение в воду + старение  $T = (500 \pm 10)$  °С, выдержка 4 ч, охлаждение на воздухе, для сплава ВТ23 - закалка  $T = (840 \pm 10)$  °С, выдержка 20 мин, охлаждение на воздухе + старение  $T = (500 \pm 10)$  °С, выдержка 6 ч, охлаждение на воздухе.

5 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 Учитывая, что в настоящее время в основном ферменные конструкции содержат в себе шарнирные соединения, что увеличивает себестоимость

конструкции и изделия в целом, предлагаемая технология позволяет изготавливать сложные фрагменты фермы, состоящей из нескольких звеньев. Это значительно сократит технологический цикл изготовления агрегатов и сборки изделий в целом. Полученные результаты показывают, что данная технология перспективна и может быть применена в изделиях, работающих при криогенных температурах, например, «Ангара», КВРБ, а также в конструкциях, находящихся в агрессивных средах.

## **Глава 6. Разработка технологических процессов изготовления сплава на основе соединения $\text{Ni}_3\text{Al}$ , работоспособного при температуре 1250 °С, для камер сгорания жидкостных ракетных двигателей**

Жаропрочный гранулированный сплав на основе интерметаллидного соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$  (ИНГК5) разработан в ОАО «Композит» [6.2] применительно к изготовлению камер сгорания жидкостных ракетных двигателей и имеет свойства:  $\sigma_{\text{B}}^{20} \geq 960$  МПа,  $\sigma_{\text{B}}^{1250} \geq 49$  МПа, температуру эксплуатации 1250°С, плотность  $7,9 \cdot 10^3$  кг/м<sup>3</sup>.

### **6.1 Определение оптимальных условий и выплавка слитков-электродов из сплава на основе соединения $\text{Ni}_3\text{Al}$ для распыления**

Для выплавки новых интерметаллидных сплавов, отличающихся высокой коррозионной стойкостью, жаропрочностью, особыми физическими свойствами, необходимо усовершенствовать технологические процессы, которые позволили бы получать сплавы с прогнозируемыми, заданными свойствами. Многими исследованиями было установлено, что физико-механические свойства сплавов в большей степени определяются их чистотой, поэтому содержание в них некоторых примесей должно быть сведено до минимума. Особенно большое влияние на механические свойства оказывают кислород, азот, углерод. Важное значение имеет метод выплавки сплавов, позволяющий получать металл необходимой степени чистоты.

Для получения слитков-электродов интерметаллидных сплавов с высокой плотностью был предложен и опробован метод кристаллизации расплава под давлением [3]. Применение новой технологии, основанной на использовании кристаллизации под давлением, дает возможность получения высоких значений требуемых характеристик интерметаллидных сплавов. Сплавы, получаемые по этой технологии, имеют мелкодисперсную однородную структуру. Как известно, в традиционных технологиях производства массовой металлопродукции отсутствует возможность управления процессом кристаллизации расплава. Отсюда появляются такие явления, как усадка, формирование грубого кристаллического строения,

ликвация и др., которые исправляют обжатием, пластическим деформированием металла.

Замена проката, кованных и штампованных заготовок на литые заготовки, полученные, в отличие от традиционных процессов, в условиях методического наложения давления на кристаллизующийся металл, позволяет полностью исключить сложный многооперационный металлургический передел и осуществлять процесс методом выплавки и разливки металла в формы с наложением давления на всех этапах формирования отливки с требуемыми свойствами.

Управление кристаллизацией нацелено на то, чтобы различные виды внешних энергетических воздействий, таких как давление, ультразвук, электромагнитные поля и др. были направлены на формирование в процессе кристаллизации равномерной однородной структуры со свойствами, не уступающими или превосходящими свойства проката, кованных и штампованных заготовок.

На сегодняшний день разработаны принципиальные подходы к теоретическому обоснованию режимов наложения давления на расплав непосредственно по фронту кристаллизации. Данная технология позволяет обеспечить постоянный и регулируемый уровень переохлаждения как на поверхности контакта слитка с кристаллизатором, так и в центре достаточно массивных сечений до 100-150 мм и более, что приводит к улучшению качества металла.

В технологическом аспекте разработаны приемы передачи механической энергии на кристаллизующийся металл, отработаны принципы проектирования, изготовления и использования соответствующего оборудования и оснастки.

Основные эффекты, в которых проявляется влияние вышеперечисленных технологических параметров на строение металлов, следующие:

- общее повышение химической и структурной однородности, резкое уменьшение степени и масштабов ликвации;

- измельчение элементов микроструктуры (зерен, размеры которых примерно в 3 раза меньше и составляют 10-20 мкм), образование микро- и нанокристаллических структур;

- формирование равномерной структуры за счет того, что такие компоненты сплава, как Si, Mn, S, P и т. п. Не успевают продиффундировать и образовать изолированные включения, а находятся в твердом растворе;

- возможность пластической деформации (вплоть до проявления сверхпластичности) и направленной рекристаллизации;

- повышение однородности распределения и дисперсности выделений и избыточных фаз;

- формирование сильно пересыщенных твердых растворов и подавление выделений стабильных и метастабильных фаз;

- регулируемое образование метастабильных упрочняющих фаз.

Кристаллизация под давлением была проведена на образцах интерметаллидного сплава  $Ni_3Al$ , полученных вакуумно-индукционной плавкой. Химический состав сплава: никель – (34-36) % алюминия.

Определены условия выплавки слитков-электродов сплава  $Ni_3Al$  с высокой плотностью методом кристаллизации под давлением. Установлен оптимальный режим плавки:

- температура заливки в кристаллизатор - 1600°C,
- температура подогрева кристаллизатора - 200°C,
- налагаемое давление на жидкий металл - 150 МПа,
- время заполнения кристаллизатора - 20 с,
- вакуум -  $1,33 \cdot 10^{-1}$  Па ( $10^{-3}$  мм рт. ст.)

Показано, что данная технология изготовления слитков-электродов сплава  $Ni_3Al$ , основанная на использовании высокого давления для опрессовки кристаллизующегося металла, позволяет получить плотный без дефектный металл; также показано, что в отличие от обычной литой структуры в центре слитка не обнаружено характерных дендритов; форма, размеры и очертания элементов макроструктуры не имеют сходства ни с литым, ни с деформированным металлом. Установлено, что при

кристаллизации слитков под давлением не наблюдается ликвации по химическому составу. Обнаружено повышение физической плотности металла, повышение плотности и твердости в слитках, структура которых имеет глубококристаллический характер. Пластические свойства образцов, вырезанных из слитков, оказались не ниже, чем у проката, а герметичность под пневматическим давлением до 100 МПа выше, чем у серийных кованных заготовок.

Таким образом, оптимальные условия выплавки слитков-электродов сплава на основе интерметаллидного соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$  обеспечивает вакуумно-индукционная плавка с последующим вакуумно-дуговым переплавом или кристаллизацией под давлением [6.3]. Данные методы обеспечивают получение в них минимального содержания вредных примесей: кислорода, водорода, азота, свинца, сурьмы, висмута, серы.

Двойным вакуумным переплавом по схеме «вакуумно-индукционный + вакуумно-дуговой переплав» («ВИ + ВДП») были выплавлены 4 слитка из сплава на основе интерметаллидного соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$  размером  $\phi 80 \times 210$  мм.

Слитки были механически обработаны для распыления методом центробежного распыления вращающегося электрода в установке УЦР до размера  $\phi 73 \times 200$  мм.

## **6.2 Получение гранул сплава на основе соединения $\text{Ni}_3\text{Al}$ методом центробежного распыления вращающегося электрода, определение их гранулометрического и химического составов**

Для получения гранул из сплава на основе интерметаллидного соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$  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 [6.3].

Для интерметаллидных сплавов в настоящее время невозможно получить такую мелкую фракцию из-за их природной хрупкости. Поскольку увеличение частоты вращения распыляемой заготовки для уменьшения размера получаемых гранул приводит к растрескиванию и ломке слитков-электродов.

В настоящей работе был разработан режим распыления сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  (таблица 6.1), обеспечивающий максимальный выход (57,2 %) рабочей фракции гранул (+40 – 105) мкм [6.3].

Таблица 6.1 - Режим получения гранул из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$

Диаметр электрода, мм	Сила тока, А	Напряжение, В	Скорость вращения электрода, об/мин	Зазор между плазматроном и заготовкой, мм	Среда в камере распыления	Избыт. давление инертн. газа в установке, Мпа	Натекание с $10^{-4}$ до $10^{-3}$ , с
73	1000	48	18 000	35	He+Ar (80+20)	0,14	55

По данному режиму была изготовлена партия гранул сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  (таблица 6.2). Полученные гранулы (рисунок 6.1) имели сферическую поверхность.

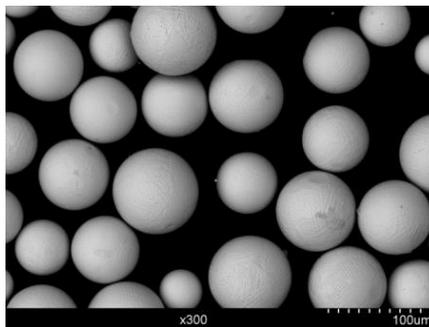


Рисунок 6.1 - Гранулы сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$ , полученные на установке УЦР

Таблица 6.2 - 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 6.2 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. %).

Определен гранулометрический состав сплава на основе соединения  $Ni_3Al$ , который приведен на рисунке 6.2. Из рисунка 6.2 видно, что разработанный режим распыления в установке центробежного распыления с частотой вращения распыляемой заготовки 18000 об/мин позволил получить максимальный выход (57,2 % из 100 %) рабочей фракции гранул (+40 – 160) мкм сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$ .

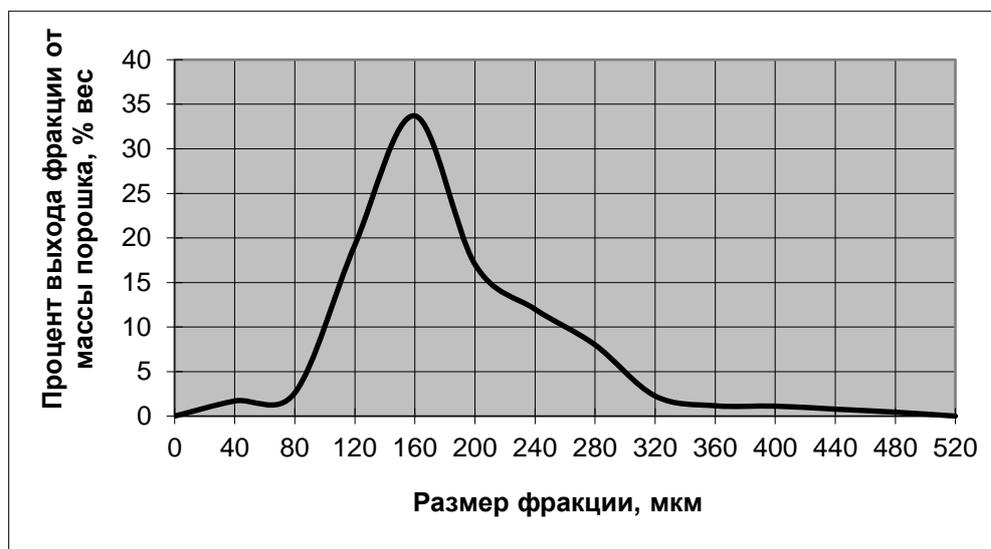


Рисунок 6.2 - Гранулометрический состав гранул сплава на основе соединения  $Ni_3Al$

### 6.3 Получение компактных заготовок из сплава на основе соединения $Ni_3Al$ методом горячего изостатического прессования (ГИП)

В ОАО «Композит» на базе отдела 0102 были спроектированы и изготовлены из стали 12Х18Н10Т капсулы (3 шт.) с закладными элементами [6.4] (рисунок 6.3) для деталей типа «камера сгорания» (рисунок 6.4), предназначенных для проведения предварительных испытаний материала на основе соединения  $Ni_3Al$  после ГИП во ФГУП «Исследовательский центр им. М. В. Келдыша». Одновременно из стали 12Х18Н10Т по ранее разработанной документации были изготовлены капсулы (3 шт.) под модельные детали С8.10.0-1364 ЗАО «ПО «Астротехника» (рисунок 6.5), а также капсулы  $\phi$  32 мм и длиной 200 мм (16 шт.) для оценки структуры и свойств сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  после ГИП и ГИП+термообработки.

Гранулы фракционного состава (40 – 160) мкм засыпали в эти капсулы, предварительно отожженные в вакуумной печи марки СШВ по режиму: температура - 1200 °С, вакуум -  $1,33 \cdot 10^{-3}$  Па ( $10^{-5}$  мм. рт. ст), выдержка 3 ч. Повторно проведенная проверка капсул на масспектрометрическом течеискателе ПТИ-10 свидетельствовала о герметичности сварных швов. Засыпку и уплотнение гранул в капсулах

проводили в вакууме на вибростенде, установленном в вакуумной печи СНВ. Термическую дегазацию гранул (удаление адсорбированного на поверхности гранул кислорода при нагреве их в высоком вакууме перед засыпкой в капсулы) проводили для обеспечения их диффузионного срачивания в процессе ГИП.

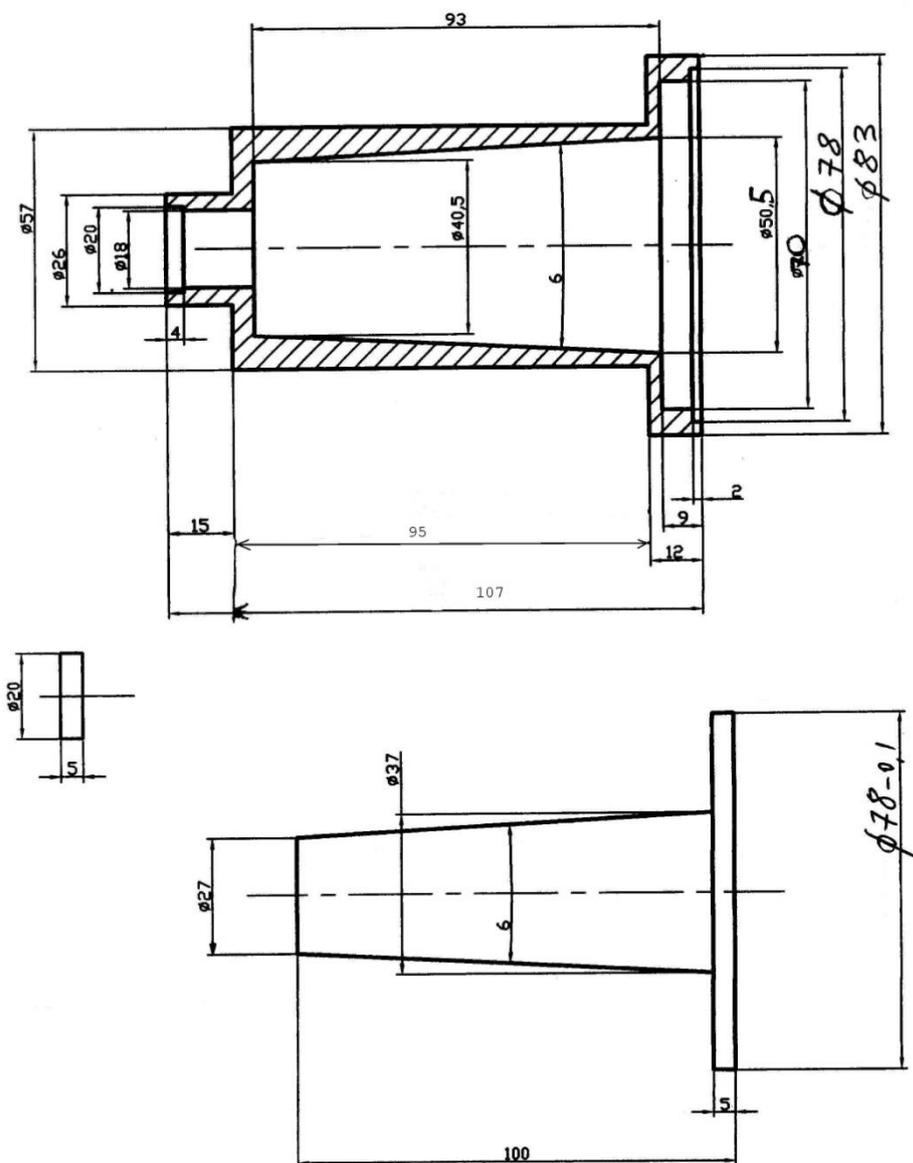


Рисунок 6.3 - Элементы капсулы и закладные элементы из нержавеющей стали 12Х18Н10Т для заготовки детали камеры сгорания

Механическое виброуплотнение массы гранул в капсуле проводили с целью обеспечения наиболее высокой плотности засыпки гранул. Дегазацию проводили по режиму: температура - 350 °С, выдержка 6 ч, вакуум  $1,33 \cdot 10^{-3}$  Па

( $10^{-5}$  мм. рт. ст). Герметизацию капсулы осуществляли путем электроннолучевой заварки ее приемного отверстия. Заваренные капсулы были проверены на герметичность в горячей воде, нагретой до 80°C. Отсутствие пузырьков воздуха на поверхности ванны после пребывания капсулы в воде в течение 10 мин свидетельствовало об их герметичности.

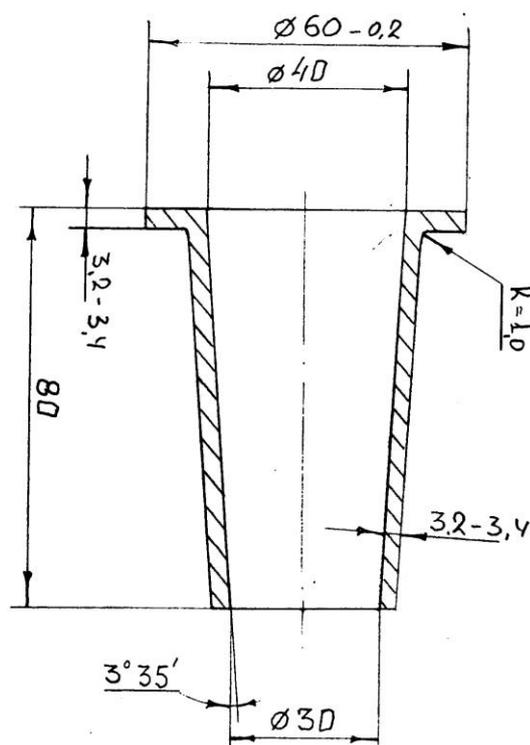


Рисунок 6.4 - Общий вид детали типа «камера сгорания» для проведения предварительных испытаний материала на основе соединения  $Ni_3Al$  в ФГУП «Исследовательский центр им. М. В. Келдыша»

Горячее изостатическое прессование (ГИП) проводили в газостате в среде аргона по 2-х ступенчатому режиму для исключения разрушения гранулированных заготовок по «наследственным» границам гранул [6.4]:

1 ступень - температура 1018 °С, выдержка 1 ч.;

2 ступень - температура 1210 °С, выдержка 2 ч.

Была подсчитана усадка капсул с гранулами [6.4], прошедшая в процессе горячего изостатического прессования (ГИП). Результаты приведены в таблицах 6.3-6.5.

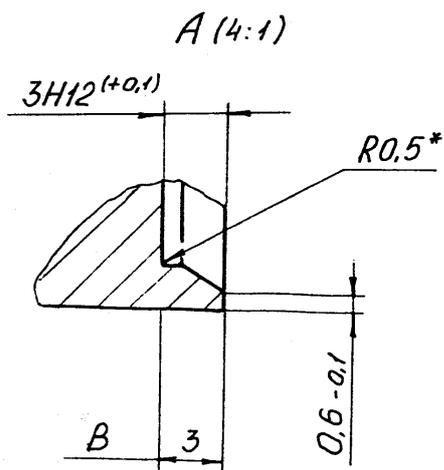
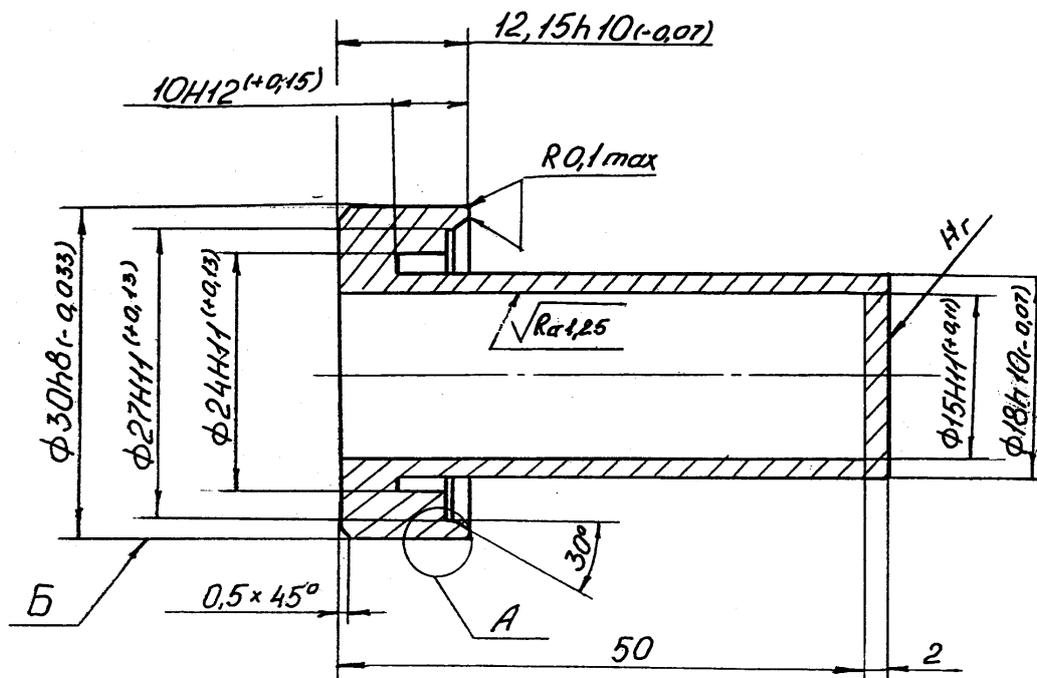


Рисунок 6.5 - Общий вид модельных деталей С8.10.0-1364

ЗАО «ПО «Астротехника»

Таблица 6.3 - Усадка в процессе ГИП капсул ф 32 мм с гранулами

№ кап- сул ы	Размеры заготовок, мм				Усадка, %		№ кап- сулы	Размеры заготовок, мм				Усадка, %	
	До ГИП		После ГИП		по D	по H		До ГИП		После ГИП		по D	по H
	D	H	D	H				D	H	D	H		
1	32	200	28,5	160	11	20	9	32	200	29	160	9	20
2	32	200	29	160,5	9	20	10	32	200	28,5	160,5	11	20
3	32	200	29	159	9	21	11	32	200	29	159	9	21
4	32	200	29	159,5	9	20	12	32	200	28,5	159,5	11	20
5	32	200	28,5	160	11	20	13	32	200	29	160	9	20
6	32	200	28,5	160	11	20	14	32	200	29	160	9	20
7	32	200	28,5	160	11	20	15	32	200	28,5	160	11	20
8	32	200	28,5	159,5	11	20	16	32	200	29	159,5	9	20

Таблица 6.4 - Усадка в процессе ГИП капсул с гранулами под модельные детали С8.10.0-1364 ЗАО «ПО «Астротехника»

№ кап- сулы	Размеры заготовок, мм				Усадка, %	
	До ГИП		После ГИП		по D	по H
	D	H	D	H		
1	48	67	44,5	61,5	7,3	8,2
2	48	67	45	61	6,3	9,0
3	48	67	44,5	61,5	7,3	8,2

Таблица 6.5 - Усадка в процессе ГИП капсул с гранулами под детали типа «камера сгорания» для ФГУП «Исследовательского центра им. М. В. Келдыша»

№ капсулы	Размеры заготовок, мм				Усадка, %	
	До ГИП		После ГИП			
	D	H	D	H	по D	по H
1	83	107	78	95	6,0	11,2
2	83	107	78	95	6,0	11,2
3	83	107	77,5	94,5	6,6	11,7

Анализ таблиц 6.3-6.5 показал, что усадка капсул с гранулами составила:

- по диаметру - 9-11 %, по высоте – 20-21 % (φ 32 мм и длиной 200 мм);
- по диаметру - 6,3-7,3 %, по высоте – 8,2-9,0 % (для модельных деталей С8.10.0-1364 ЗАО «ПО «Астротехника»);
- по диаметру - 6,0-6,6 %, по высоте – 11,2-11,7 % (для деталей типа «камера сгорания» ФГУП «Исследовательский центр им. М. В. Келдыша»).

Сравнение усадок компактных заготовок из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  с компактными заготовками из гранулированных никелевых сплавов свидетельствует о качественном проведении процесса компактирования капсул с гранулами интерметаллидного сплава.

#### **6.4 Оценка структуры и свойств сплава на основе соединения $Ni_3Al$ после ГИП**

Механические свойства компактных заготовок из гранулированного сплава на основе соединения  $Ni_3Al$ , полученных методом ГИП, приведены в таблице 6.6 [6.4].

Таблица 6.6 - Механические свойства компактных заготовок из гранулированного сплава на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al

T <sub>исп.</sub> , °C	σ <sub>B</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ, %	ψ, %
20	987,2	444,8	9,1	11,6

Примечание - Приведены средние значения испытаний по трем образцам.

Химический состав компактных заготовок из гранулированного сплава на основе интерметаллидного соединения Ni<sub>3</sub>Al после ГИП идентичен химическому составу гранул.

Из таблицы 6.6 видно, что компактные заготовки из гранулированного сплава на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al при 20 °C имеют прочность  $\sigma_B^{20} = 987,2$  МПа, удовлетворяющую требованиям ТЗ  $\sigma_B^{20} \geq 960$  МПа. Сплав имеет высокую для интерметаллидных сплавов пластичность при температуре 20 °C:  $\delta = 9,1$  %,  $\psi = 11,6$  %.

Микроструктура компактных заготовок из гранулированного сплава на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al приведена на рисунке 6.6 [6.4].

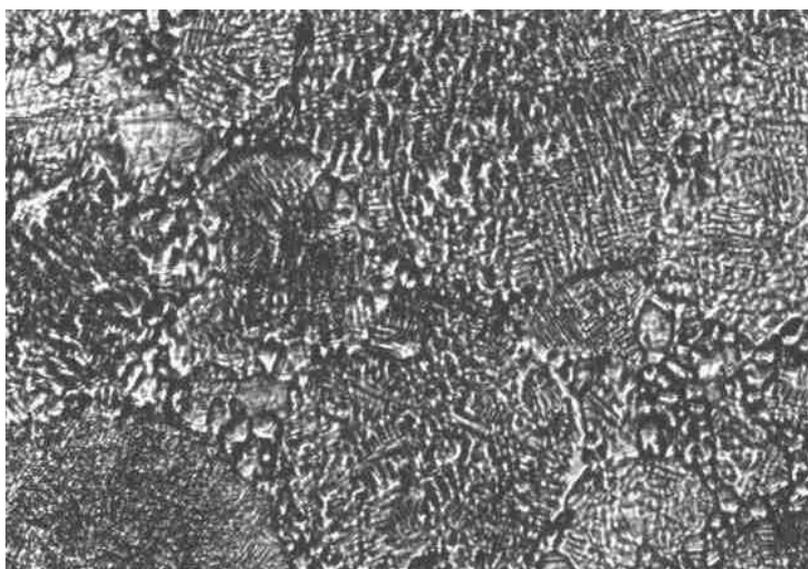


Рисунок 6.6 - Микроструктура компактных заготовок из гранулированного сплава на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al. x 300

#### 6.4.1 Теплоэрозионные испытания

Предварительные теплоэрозионные испытания сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  после ГИП были проведены в ФГУП «Исследовательский центр им. М. В. Келдыша» [6.4-6.6], целью которых являлась оценка воздействия на сплав высокотемпературного скоростного потока воздуха. Теплоэрозионные испытания деталей типа «камера сгорания» (рисунок 6.7) были проведены на установке «Плазматрон Д-20» при следующих условиях: температура 1600 °К, давление 1,3 - 1,55 МПа, атмосфера – воздух. В результате испытаний была определена средняя скорость уноса интерметаллида по изменению массы и линейных размеров; определена температура поверхности образца исследуемого материала.



Рисунок 6.7 - Детали типа «камера сгорания» из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  для теплоэрозионных испытаний

В процессе предварительных огневых испытаний четырех моделей камер сгорания из интерметаллида  $Ni_3Al$  в условиях высокотемпературной воздушной струи плазматрона «Звезда» на стенде Д-20 ФГУП «Исследовательский центр им. М. В. Келдыша», модели разрушились примерно на 2,3 - 2,5 с. при давлении в смесительной камере равном 1,3 - 1,55 МПа. Отрыв конической части моделей от их основания происходил на расстоянии 2-5 мм от последнего. Температура воздушного потока составляла 1600°К. Вероятной причиной этого является неудачная

конструкция модельных деталей (рисунок 6.7) – слишком маленькая толщина стенки конической камеры в месте отрыва.

По результатам предварительных огневых испытаний в технологию изготовления конических камер сгораний были внесены ряд изменений, направленных на уменьшение термических напряжений, возникающих в интерметаллиде  $Ni_3Al$  при его тепловом нагружении.

#### **6.4.2 Оценка свариваемости**

Оценка свариваемости гранулированного интерметаллидного сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  была проведена совместно с ЗАО «ПО «Астротехника» [6.4, 6.7].

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 12Х18Н10Т 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 на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  (рисунок 6.8).

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 6.8 - 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 6.9).



Рисунок 6.9 - Внешний вид соединения образца из сплава на основе  $Ni_3Al$  со сталью 12X18H10T, полученного аргонодуговой сваркой,  $\times 2,5$

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 12X18H10T, полученная аргонодуговой сваркой показана на рисунках 6.10, 6.11, из которых видно, 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.

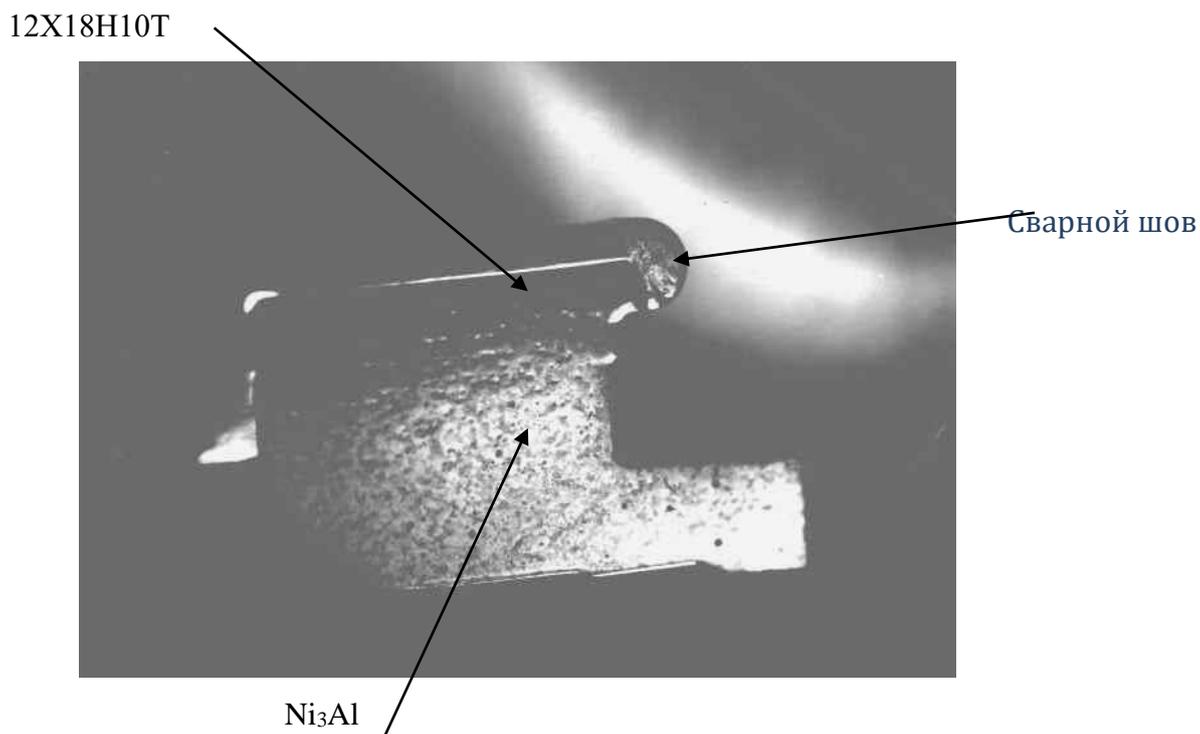


Рисунок 6.10 - Макроструктура соединения сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al со сталью 12X18H10T, полученное аргонодуговой сваркой, х3,5

Оценка свариваемости гранулированного интерметаллидного сплава на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al была продолжена на двух опытных деталях «камера сгорания» (рисунок 6.12) из гранулированного сплава на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al.

Камеры сгорания были подвергнуты испытаниям на прочность давлением воздуха  $P = 4,5$  МПа (45 атм) и на герметичность методом аквариума давлением воздуха  $P = 3,0$  МПа (30 атм).



Рисунок 6.11 - Микроструктура соединения сплава  $Ni_3Al$  со сталью 12X18H10T, полученное аргонодуговой сваркой, после термообработки, х 75



Рисунок 6.12 – Опытные детали «камеры сгорания» из сплава ИНГК5

После этих испытаний камеры сгорания были сварены с имитаторами форсуночной головки из нержавеющей стали с помощью аргонодуговой сварки и электроннолучевой сварки в вакууме (рисунок 6.13).



Рисунок 6.13 - Камеры сгорания из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  с приваренным к ней образцами форсуночной головки из стали 12X18H10T

Соединение камеры сгорания (КС) из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  со сталью 12X18H10T, полученное аргонодуговой сваркой показано на рисунок 6.14, а соединение КС со сталью 12X18H10T, полученное электроннолучевой сваркой показано на рисунок 6.15.

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.

Состояние сварного шва:

- выполненного аргонодуговой сваркой: шов ровный, непроваров и пор визуально не обнаружено, цвет шва от темно-серого до фиолетового.

- выполненного электронным лучом в вакууме: шов ровный, непроваров и пор визуально не наблюдается, цвет шва серый.



Рисунок 6.14 - Камера сгорания из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  с приваренным к ней образцом форсуночной головки из стали 12Х18Н10Т



Рисунок 6.15 - Камера сгорания из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  с приваренным к ней образцом форсуночной головки из стали 12Х18Н10Т

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).

Таким образом, опробование сварки камер сгорания из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  с нержавеющей сталью 12Х18Н10Т аргонодуговой и электроннолучевой видами сварок показало удовлетворительный результат.

## **6.5 Проведение стендовых испытаний опытных деталей из сплава на основе соединения $Ni_3Al$ и оценка материальной части после испытаний.**

### **Выпуск ТУ**

Стендовые огневые испытания опытных деталей были проведены по методике [6.15], разработанной ФГУП «Центр Келдыша» для интерметаллидного сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  (ИНГК5).

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 [6.16, 6.17].

Испытаниям подвергались образцы трех типов, изготовленные методом горячего изостатического прессования из гранулированного сплава ИНГК5 и прошедшие вакуумный отжиг при температуре  $1270^{\circ}C$ :

- цилиндрические образцы диаметром 20 мм и длиной  $27 \div 28$  мм (рисунок 6.16);
- модели конической камеры сгорания с диаметром критического сечения ( $\phi_{кр}$ ) 30 мм и длиной (Н) 80 мм (вариант 1 рисунок 6.17);
- модели цилиндрической камеры сгорания с конической входной частью сопла с диаметром критического сечения ( $\phi_{кр}$ ) 30 мм и длиной (Н) 80 мм (вариант 2 рисунок 6.17).

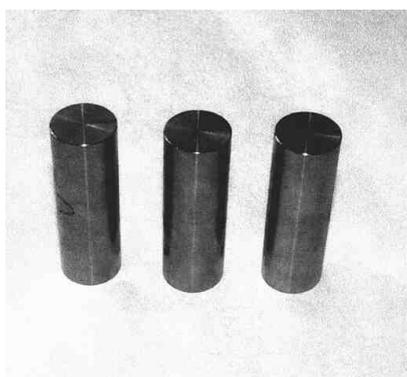


Рисунок 6.16 - Цилиндрические образцы из сплава ИНГК5 до испытаний



Рисунок 6.17 - Модели конической (вариант 1) и цилиндрической (вариант 2) камер сгорания из  $Ni_3Al$  до 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.

Огневые испытания цилиндрических образцов и моделей камер сгорания проводили в условиях воздействия на них высокотемпературной струи, создаваемой плазматроном «Звезда» на стенде Д-20 ФГУП «Исследовательский центр им. М. В. Келдыша».

Электродуговой трехфазный плазматрон "Звезда" ФГУП «Центр Келдыша» (рисунок 6.18), работающий на переменном трехфазном токе, представляет собой устройство, позволяющее преобразовать электрическую

энергию, вкладываемую в дуговые разряды, в тепловую энергию газового потока.

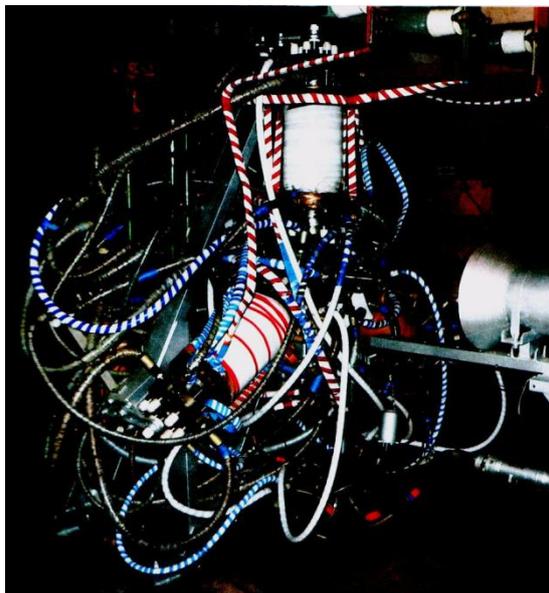


Рисунок 6.18 – Плазматрон «Звезда»

Плазматрон «Звезда» является инструментом для создания высокоэнтальпийных газовых потоков, с помощью которых появляется возможность экспериментального изучения процессов разрушения, происходящих при применении различных теплозащитных материалов и покрытий для защиты теплонапряженных элементов конструкции ракетно-космической и авиационной техники в широком диапазоне газодинамических параметров, как для внешней задачи (наконечники головных частей, кромки рулей управления, кромки пилонов и стабилизаторов), так и для внутренней задачи (газодинамические тракты камер сгорания (рисунок 6.19), сопловые блоки).

Диапазон энергетических и газодинамических параметров плазматрона «Звезда» составляет:

- электрическая мощность - до 20 МВт;
- расход газа от  $\sim 0,1$  кг/с до  $\sim 1,0$  кг/с;
- температура торможения от  $\sim 4000$  К до  $\sim 1500$  К;

- давление торможения от 0,2 МПа до 5,0 МПа при диаметре критического сечения сопла от 35 мм до 10 мм;
- числа Маха  $-1 < M < 2,5$ ;
- компоненты газовой среды: воздух (для моделирования задач внешнего обтекания), аргон, спирто-воздушные и воздушно-водяные смеси (для моделирования химического состава рабочих сред при воспроизведении условий внутренних задач).

Из сравнения параметров огневых испытаний с параметрами плазматрона видно, что заданные параметры испытаний сплава ИНГК5 могут быть обеспечены плазматроном «Звезда» ФГУП «Центр Келдыша».



Рисунок 6.19 – Модель конической камеры сгорания из сплава ИНГК5

Методика проведения испытаний опытных деталей типа «камера сгорания» из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  (ИНГК5) была отработана с учетом предварительных огневых испытаний [6.5,6.6] на цилиндрических образцах диаметром 20 мм и длиной  $27 \div 28$  мм, изготовленных, методом горячего изостатического прессования по тому же режиму, что и опытные детали. Для получения камер сгорания и цилиндрических образцов использовали гранулы сплава ИНГК5 одной плавки [6.14]. Использование цилиндрических образцов обусловлено более равномерным нагревом

плоского торца по сравнению с конической стенкой камер сгорания, а также простотой эксперимента.

Полученные данные также возможно использовать для прогнозирования работоспособности различных теплонапряженных конструкций, создаваемых из интерметаллидных сплавов.

### 6.5.1 Отработка методики проведения стендовых испытаний опытных деталей на цилиндрических образцах

Цилиндрический образец устанавливался в неохлаждаемую графитовую державку, которая в свою очередь с помощью резьбового соединения (M72x6) соединялась с охлаждаемой водой металлической державкой. Вся эта конструкция закреплялась на стапеле за соплом плазматрона «Звезда» соосно с последним. Расстояние от среза звукового сопла до плоского торца образца составляло ~ 100 мм. Диаметр сопла плазматрона - 40 мм.

Схема размещения образца в державке относительно сопла плазматрона представлена на рисунок 6.20.

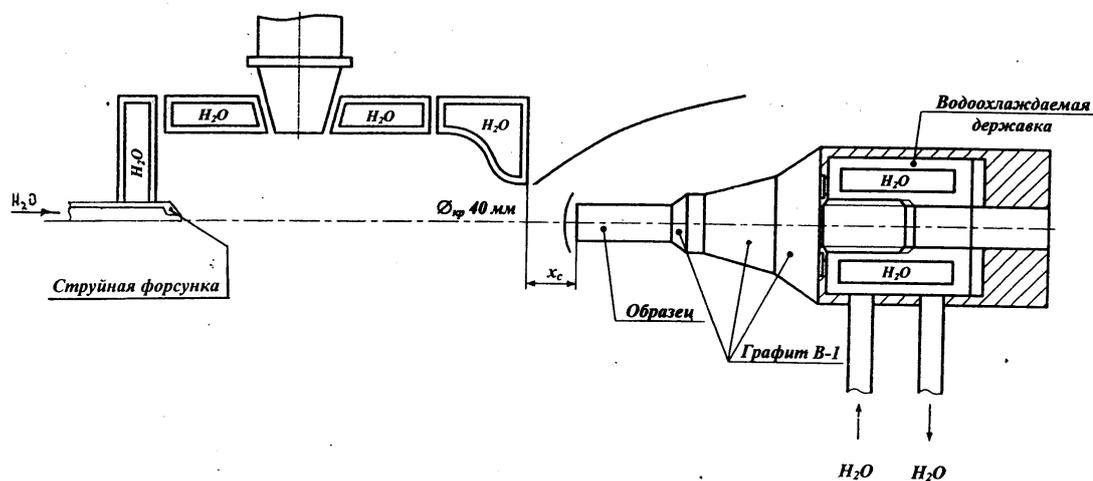


Рисунок 6.20 - Схема компоновки выходного участка плазматрона «Звезда» и водоохлаждаемой державки с образцом

Подача воды обеспечивалась системой подачи этанола стенда Д-20 в камеру смешения плазматрона через струйную форсунку диаметром 3 мм, установленную на заднем фланце этой камеры, и подающую струю воды в

область смыкания трех электродуговых разрядов, т.е. в область расположения «0» точки.

Таким образом, на плоский торец образца натекала свободно расширяющаяся сверхзвуковая струя газовой смеси - воздух + водяной пар.

Изменение расхода воды, подаваемой в камеру смешения, например, в сторону его уменьшения, обеспечивает увеличение температуры торможения газовой смеси, натекающей на плоский торец образца, и тепловых нагрузок, действующих на этот торец. В связи с этим увеличивается температура поверхности плоского торца, а также увеличивается тепловой поток, идущий от нагреваемой поверхности внутрь образца.

### 6.5.2 Проведение испытаний опытных деталей типа «камера сгорания» и средства диагностики измеряемых параметров

Схема сборки моделей конических и цилиндрических КС с неохлаждаемым корпусом представлена на рисунок 6.21.

Проведение испытаний опытных деталей типа «камера сгорания» (в дальнейшем - моделей) при воздействии на их внутреннюю поверхность высокотемпературной газовой смеси - воздух + пары воды включает следующие операции:

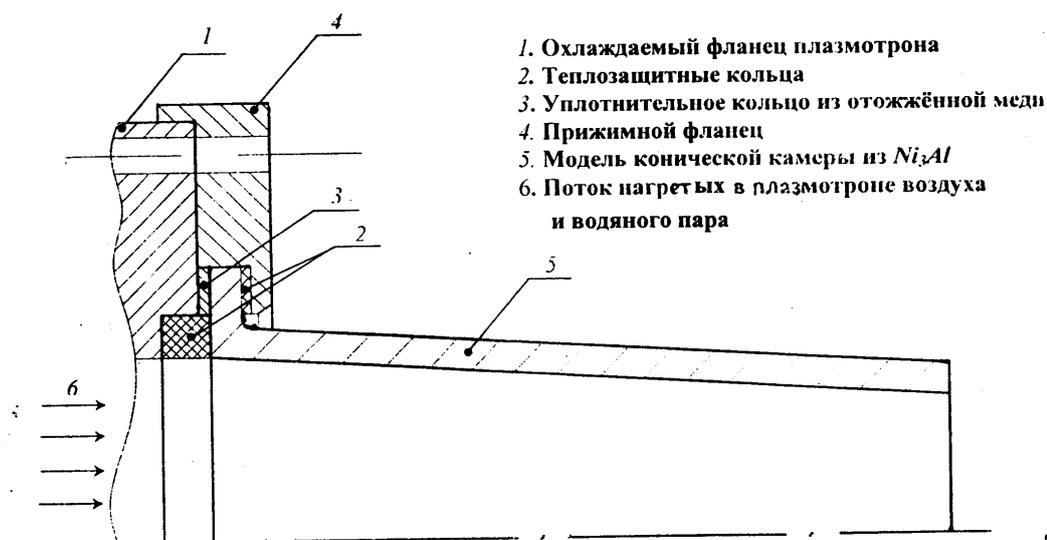


Рисунок 6.21 - Схема крепления модели конической камеры

- измерение веса моделей (цилиндрических образцов) на электронных весах до и после испытания с точностью  $\pm 0,1$  г;

- измерение линейного размера моделей (образцов) по их главным осям с точностью  $\pm 0,1$  мм.

Измерение указанных параметров необходимо для определения массового и линейного уноса материала, из которого изготовлены модели (образцы);

- выбор режима плазматрона «Звезда» и расстояния от среза сопла плазматрона до критической точки модели (образца), обеспечивающих заданные параметры натекающего на модель (образец) газового потока;

- тепловизионная съемка моделей (образцов) в процессе испытания и их остывания после выключения плазматрона. Определение степени черноты диагностируемого объекта. Определение температуры внешней поверхности ( $t_{w1}$ ) моделей (образцов). Тепловизионная съемка проводится с помощью тепловизора «TANDEM VS 249» с расстояния  $\sim 5-6$  м и под углом  $\sim 85-87^\circ$  относительно главной оси модели (образца) с частотой 24 кадра в секунду (рисунок 6.22);

- видеосъемка и фотосъемка моделей (образцов) до, во время и после испытаний (рисунки 6.23, 6.24).

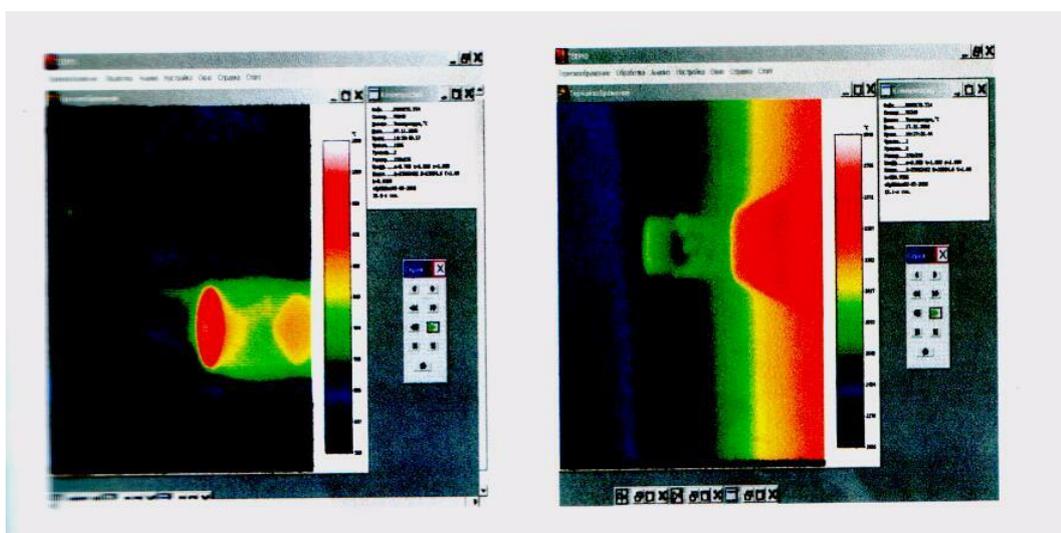


Рисунок 6.22 – Тепловизионные изображения различных образцов и моделей в процессе испытаний

В процессе огневых испытаний осуществлялся контроль состояния образцов и моделей камер сгорания с момента начала теплового нагружения до их полного остывания, с большой точностью определялась температура внешней поверхности образцов и моделей с помощью тепловизионного комплекса «TANDEM VS 249», а также определялся линейный унос сплава ИНГК5 при достижении на нагреваемой поверхности температуры его плавления.

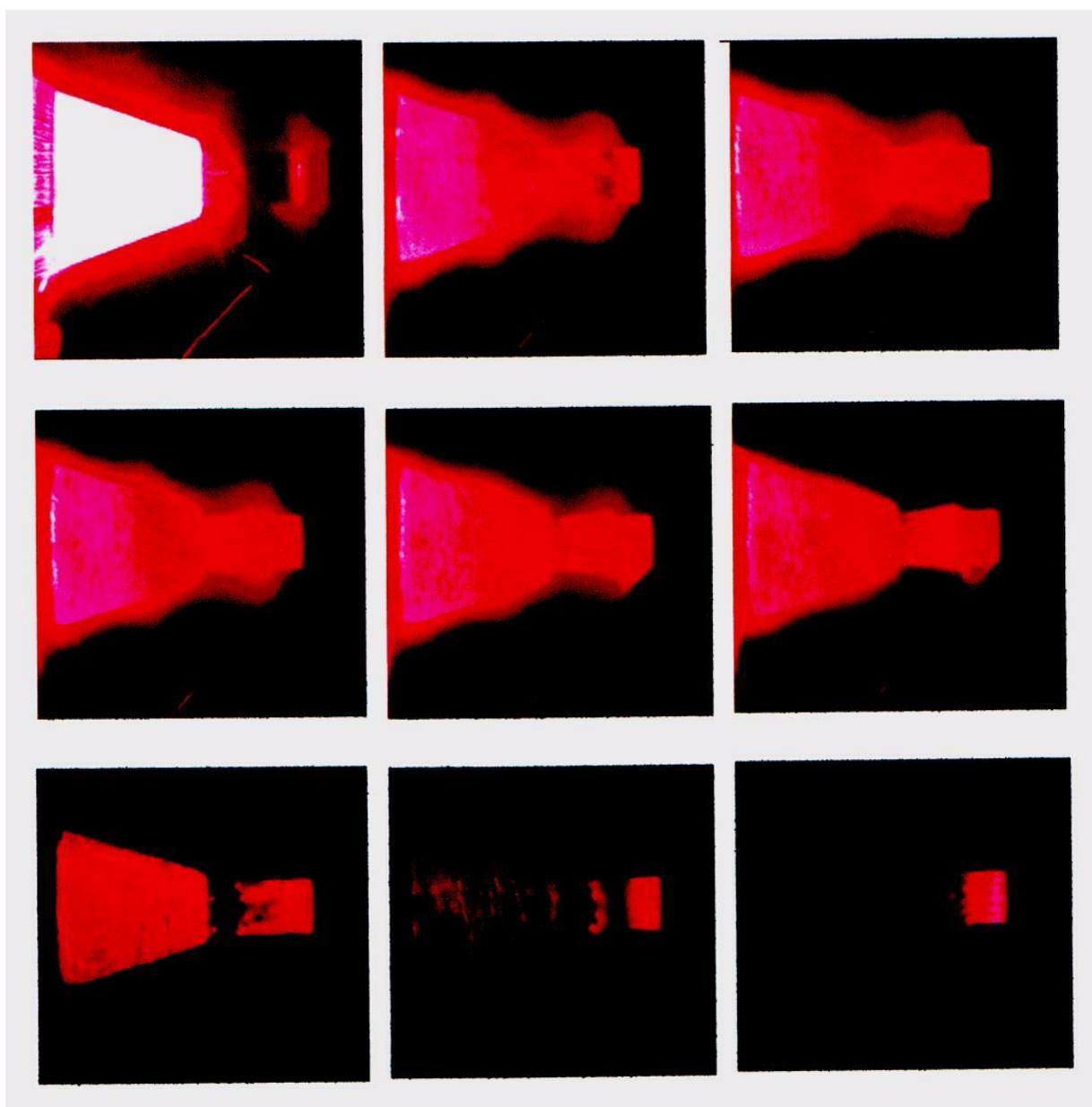


Рисунок 6.23 – Видеосъемка модели во время испытания и в процессе остывания

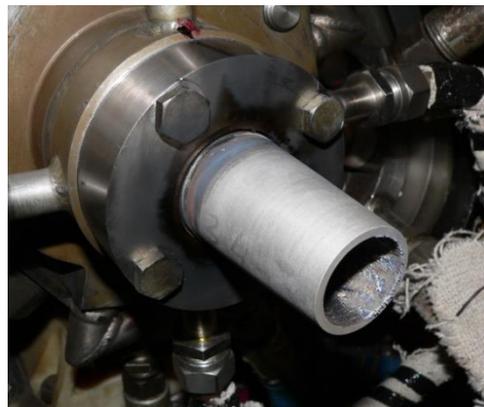


Рисунок 6.24 – Фотография узла крепления с моделью до и после испытания

Тепловизор «TANDEM VS 249», применяемый для диагностики теплового состояния образцов и моделей, представлен на рисунок 6.25.

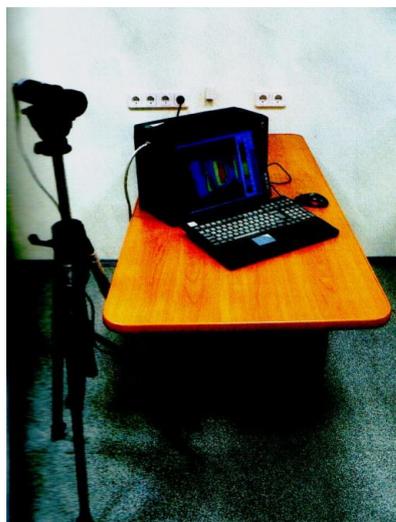


Рисунок 6.25 - Тепловизор «TANDEM VS 249»

В состав тепловизора входят:

- камера VS249;
- объектив с отсекающим фильтром;
- контроллер VS60;
- компьютер с цветным принтером;
- интерференционное зеркало (опция);

- программное обеспечение.

Диапазон измерения яркостных температур составляет:

- с отрезающим фильтром 0,8 мкм - от 700 до 1500-1700°С;

- с интерференционным фильтром 0,9 мкм - 900-25 00°С;

- с интерференционным фильтром 0,65 мкм - 1100-2500°С;

- с дополнительным нейтральным фильтром до 4000°С. Погрешность измерения - до 20°С при температуре стенки 1700°С.

Видеокамера тепловизора имеет в виде чувствительного элемента 1/2" ПЗС матрицу, обладающую спектральной чувствительностью 0,4-1 мкм и количеством рабочих элементов ПЗС - 740 x 580 с размером пикселя 8,6 x 8,3 мкм.

### 6.5.3 Оценка материальной части после испытаний. Выпуск ТУ

Результаты огневых испытаний интерметаллидного сплава ИНГК5 представлены в таблицах 6.7 и 6.8 , где:

$P_{ш}$  – давление перед расходомерной шайбой, МПа;

$G_{в}$  – расход воздуха, подаваемого в камеру смешения плазматрона, кг/с;

$P_{б}$  – давление наддува воды в баллоне этанола, МПа;

$P_{к}$  - давление в камере смешения плазматрона, МПа;

$\Delta P$  – перепад давлений между баллонами и камерой смешения,  $\Delta P = P_{б} - P_{к}$ , МПа;

$G_{воды}$  - расход воды, подаваемой в камеру смешения плазматрона, кг/с;

$G_{\Sigma}$  - суммарный расход смеси воздуха и паров воды, кг/с;

$G_{в}/G_{\Sigma}$  - содержание водяного пара в смеси - воздух + пары воды, %;

$T_{осм}$  – температура торможения смеси, К;

$\tau_{и}$  – время огневого испытания, с;

$t_{Wmax}$  – максимальная температура исследуемой поверхности образца/модели в конце огневого испытания, °С.

Параметры испытания камер сгорания (КС) определялись по результатам испытаний конической КС № 1. Камера сгорания № 1 прошла три циклических огневых испытания (таблица 6.7), каждое из которых длилось ~ 7с. Визуальный осмотр остатков КС после испытаний показал, что унос интерметаллида  $Ni_3Al$  отсутствовал.

На внутренней поверхности конической КС №2 на 18 с была достигнута температура плавления интерметаллида  $Ni_3Al$ , т. е. с 12 с начался унос  $Ni_3Al$ . При появлении частиц  $Ni_3Al$  в газовой струе эксперимент был остановлен. Максимальное значение  $t_{Wmax}$  в конце эксперимента составляло 1700°C.

Параметры плазматрона при огневых испытаниях цилиндрической камеры сгорания (КС №3) изменялись так же, как и параметры испытаний конической КС № 1, т.е. в сторону повышения максимальных значений  $t_{Wmax}$  с 1100°C до 1400°C. Указанная модель КС прошла три циклических огневых испытания (таблиц 6.7). Целостность цилиндрической КС сохранилась. Унос материала  $Ni_3Al$  на этой модели не был обнаружен.

Коническая модель КС № 4 разрушилась на 7-ой с испытания. Содержание водяного пара в газовой смеси при этом составляло 30,1 %, максимальная температура внутренней поверхности в области критического сечения ( $t_{Wmax}$ ) на момент разрушения камеры составляла 1360°C. Унос интерметаллида  $Ni_3Al$  отсутствовал.

Диапазон содержания водяного пара в газовой смеси ( $G_v/G_\Sigma$ ) при испытаниях цилиндрических образцов (таблица 6.8) составлял 47,4 – 26 %, что позволило обеспечить диапазон максимальных температур на поверхности плоского торца образцов в области критической точки ( $t_{Wmax}$ ) 1130 – 1750°C.

Из таблицы 6.8 видно, что унос интерметаллида  $Ni_3Al$  отсутствует до температуры 1580°C, что свидетельствует о перспективности сплава ИНГК5, как материала работоспособного при температурах свыше 1250°C.

Проведенные стендовые испытания заготовок деталей из ИНГК5 свидетельствуют о перспективности сплава ИНГК5, как материала для изготовления камер сгорания ЖРД малой тяги.

По результатам работы выпущено ТУ «Заготовки опытных деталей из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$ » № ТУ 1798 - 438 - 56897835 – 2008.

Таблица 6.7 - Результаты огневых испытаний моделей КС из интерметаллидного сплава ИНГК5

№ исп.	№ КС	$P_{ш}$ , МПа	$G_{в}$ , кг/с	$P_{к}$ , МПа	$\tau_{и}$ , с	$t_{wmax}$ , °С	Примечание
1	1	4,27	0,256	0,75	7,0	1250	Целостность КС сохранилась, унос $Ni_3Al$ отсутствует
2	1	4,27	0,256	0,75	7,2	1350	Целостность КС сохранилась, унос $Ni_3Al$ отсутствует
3	1	4,19	0,251	0,725	7,05	1400	Целостность КС сохранилась, унос $Ni_3Al$ отсутствует
4	1	4,1	0,246	0,7	7,1	1500	Отрыв конической части КС от основания на 7-ой секунде испытания, унос $Ni_3Al$ отсутствует
5	2	4,23	0,254	0,72	12,5	1700	Целостность конструкции сохранилась, наблюдается унос $Ni_3Al$
6	3	4,55	0,273	0,473	7,15	1100	Целостность КС сохранилась, унос $Ni_3Al$ отсутствует
7	3	4,55	0,273	0,468	7,2	1150	Целостность КС сохранилась, унос $Ni_3Al$ отсутствует
8	3	4,5	0,27	0,465	10,0	1400	Целостность КС сохранилась, унос $Ni_3Al$ отсутствует
9	4	4,48	0,269	0,8	6,4	1360	Отрыв конической части КС от основания на 7-ой секунде испытания, унос $Ni_3Al$ отсутствует

Таблица 6.8 - Результаты огневых испытаний цилиндрических образцов из интерметаллидного сплава ИНГК5

№ исп.	№ обр.	$P_{ш}$ , МПа	$G_B$ , кг/с	$P_б$ , МПа	$P_к$ , МПа	$\Delta P$ , МПа	$G_{\text{воды}}$ , кг/с	$G_{\Sigma}$ , кг/с	$G_B/G_{\Sigma}$ , %	$T_{\text{осм}}$ , К	$\tau_{и}$ , с	$t_{w\text{max}}$ , °С	Примечание
цилиндрические образцы													
1	1	5,0	0,3	2,5	0,51	1,98	0,27	0,57	47,4	1500	10,2	1130	Унос Ni <sub>3</sub> Al отсутствует
2	2	5,13	0,308	2,1	0,53	1,57	0,175	0,483	36,2	2170	10,1	1340	Унос Ni <sub>3</sub> Al отсутствует
3	3	4,78	0,287	1,7	0,5	1,2	0,153	0,44	34,8	2330	10,2	1410	Унос Ni <sub>3</sub> Al отсутствует
4	4	4,65	0,279	1,5	0,49	1,01	0,139	0,418	33,3	2480	10,2	1440	Унос Ni <sub>3</sub> Al отсутствует
5	5	4,6	0,276	1,5	0,49	1,01	0,139	0,415	33,5	2490	10,1	1450	Наблюдается унос Ni <sub>3</sub> Al с
6	6	4,65	0,279	1,3	0,48	0,82	0,124	0,403	30,8	2560	10,2	1580	боковой кромки плоского торца
7	7	4,5	0,27	1,1	0,45	0,65	0,111	0,381	29,1	2580	10,1	1620	Наблюдается унос Ni <sub>3</sub> Al – оплывание боковой кромки плоского торца
8	8	4,55	0,273	0,9	0,45	0,45	0,096	0,369	26,0	2690	10,3	1750	Наблюдается унос Ni <sub>3</sub> Al – оплывание всей передней поверхности

## 6.6 Заключение

1 Определены оптимальные условия выплавки слитков-электродов из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$ . 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.

2 Опробован метод кристаллизации расплава под давлением для получения слитков-электродов интерметаллидных сплавов с высокой плотностью. Установлен оптимальный режим плавки: температура заливки в кристаллизатор  $1600\text{ }^{\circ}C$ , температура подогрева кристаллизатора  $200\text{ }^{\circ}C$ , налагаемое давление на жидкий металл  $150\text{ МПа}$ , время заполнения кристаллизатора  $20\text{ с}$ , вакуум  $1,33 \cdot 10^{-1}\text{ Па}$ . Выплавлены слитки-электроды из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  и проведена их механическая обработка для распыления в установках УЦР

3 Получены гранулы сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  методом центробежного распыления вращающегося электрода. Химический состав гранул: Ni – осн.; 7,6 мас. % Al; 4,1 мас. % Cr; 5,1 мас. % W; 1,93 мас. % Mo; 0,5 мас. % Ti; 1,54 мас. % Ta; 0,045 мас. % Y. 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.).

4 Получены компактные заготовки из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  методом ГИП по режиму:

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

3 ступень - температура  $1210\text{ }^{\circ}C$ , выдержка 2 ч.

4 Режим термообработки (вакуумный отжиг) заготовок деталей: давление  $1,33 \cdot 10^{-2}\text{ Па}$ , температура  $1270\text{ }^{\circ}C$ , время выдержки 7 ч.

5 Проведены предварительные теплоэрозионные испытания модельных камер сгорания из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  на стенде «Плазматрон Д-20» ФГУП «Центр Келдыша» при следующих условиях: температура 1600°К, давление 1,3-1,55 МПа, атмосфера – воздух.

6 Оценена свариваемость сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  на камерах сгорания, изготовленных по конструкторской документации ЗАО «ПО «Астротехника». Опробование сварки камер сгорания с нержавеющей сталью 12Х18Н10Т аргонодуговой и электроннолучевой видами сварок показало удовлетворительный результат.

7 Выпущен технологический процесс изготовления компактных заготовок методом ГИП из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  № 932-0102-10ТП.

8 При использовании мелких гранул (размером, не превышающим 100 мкм) улучшенного качества из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  (ИНГК5) для изготовления опытных тонкостенных деталей сложной формы были получены механические свойства:  $\sigma_B^{20} = 1061,1$  МПа;  $\sigma_{0,2}^{20} = 525,5$  МПа;  $\delta^{20} = 15,2$  %;  $\sigma_B^{1250} = 56,8$  МПа;  $\sigma_{0,2}^{1250} = 46,6$  МПа;  $\delta^{1250} = 3,1$  %; превышающие требования ТЗ:  $\sigma_B^{20} \geq 960$  МПа и  $\sigma_B^{1250} \geq 49$  МПа. Плотность сплава ИНГК5 соответствует требованиям ТЗ и составляет  $7,89 \cdot 10^3$  кг/м<sup>3</sup> (требование ТЗ: плотность  $7,9 \cdot 10^3$  кг/м<sup>3</sup>)

9 Проведены огневые стендовые испытания заготовок деталей из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  (ИНГК5) в условиях воздействия на них высокотемпературной струи, создаваемой плазматроном «Звезда» на стенде Д-20 ФГУП «Центр Келдыша», которые показали, что сплав ИНГК5 является перспективным материалом для изготовления камер сгорания ЖРД малой тяги. Унос интерметаллида  $Ni_3Al$  отсутствует до температуры 1580 °С, что свидетельствует о перспективности сплава ИНГК5, как материала работоспособного при температурах свыше 1250 °С.

10 Выпущены технические условия «Заготовки опытных деталей из сплава на основе соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$ » № ТУ 1798 - 438 - 56897835 – 2008.

## **Глава 7 Комплексная технология механодиспергирования и механосинтеза интерметаллидных сплавов на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al для получения порошков с нанокристаллическими элементами субструктуры**

При выполнении работы была проведена аттестация и последующая механоактивация (помол в шаровой мельнице) гранульного многокомпонентного сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al, проведено механическое легирование гранульного сплава углеродом, а также синтезирован механохимическим методом порошковый сплав аналогичного состава.

Проведен качественный и количественный фазовый анализ всех сплавов на различных этапах механообработки обработки и после последующего компактирования при разных температурах.

Показано, что активация гранулированного сплава позволяет сохранить *наносубструктуру  $\gamma'$ - матрицы до температуры ГИП 1100 °С*. Однако повышение температуры ГИП до 1200 °С 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 ~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 - (Ni, TM)<sub>3</sub>AlC<sub>x</sub>, здесь TM – переходные элементы, входящие в сплав. Таким образом, кроме металлических связей Ni - Al, возникает более прочная ковалентная составляющая Me – C.

Определено, что при механосинтезе из элементарных компонентов углерод взаимодействует с непрореагировавшим карбидообразующим вольфрамом с образованием кубического карбида WC. Наличие карбида почти в 2 увеличивает твердость сплава.

Основные требования к методам получения нанопорошков заключаются в возможности контроля и управления параметрами процесса, узком распределении частиц по размерам, воспроизводимом получении порошков контролируемой дисперсности, химического и фазового состава.

Основными преимуществами механохимических методов являются возможность синтеза, как металлической основы, так и упрочняющих добавок непосредственно в наноразмерном состоянии с очень высокой степенью гомогенности распределения компонентов, расширение области существования различных фаз, создание неравновесных фаз и пр.

На начальном этапе помола смеси компонентов в результате многократно повторяющихся процессов пластической деформации, разрушения, адгезии, агломерации и сварки образуется слоистая композиция (наноккомпозит).

Установлено, что развитию химического взаимодействия между компонентами предшествует гомогенизация композиции, которая происходит за счёт деформационного и диффузионного перемешивания компонентов. При этом имеют место как термически, так и механически активируемая диффузия.

Универсальным является механизм формирования структуры основы композиций, обрабатываемой в механореакторе. Он обусловлен протеканием процессов динамической рекристаллизации и включает следующие стадии:

- накопление дислокаций до максимально возможного значения ( $\rho > 10^{12} \text{ см}^{-2}$ ), имеющее место на начальных стадиях помола смеси, когда отсутствуют видимые изменения фазового состава смеси;

- перестройка дислокаций и образование фрагментированной субструктуры,

- превращение фрагментов в кристаллиты.

Основа *гранулированных* композиций независимо от их состава имеет *субмикроструктурный* тип структуры с размером зерна  $< 100 \text{ нм}$ , состоящего из блоков величиной  $\leq 50 \text{ нм}$ . Плотность дислокаций относительно низка и находится в пределах  $10^{10} \text{ см}^{-2}$ , искажения кристаллической решетки  $\approx 10^{-3}$ . При МС установлено образование твёрдых растворов и соединений.

Универсальным является механизм формирования твёрдых растворов, в определённой мере раскрывающий образование соединений. На начальной стадии обработки в результате деформационного перемешивания компонентов формируется неоднородный по составу квазираствор. Далее следует образование нескольких твёрдых растворов и гомогенизация композиции. Причём процесс, как правило, заканчивается на второй стадии и существует, по меньшей мере, два твёрдых раствора — основной и дополнительный. Концентрация легирующего элемента в основном — ниже средней, а в дополнительном — примерно соответствует его содержанию в ближайшем интерметаллическом соединении.

Формирование химических соединений происходит через ряд промежуточных стадий, одной из которых является образование пересыщенного твёрдого раствора. Механически синтезированные фазы находятся в ультрадисперсном состоянии с размером частиц менее 10 нм. Независимо от исходного состава шихты и условий обработки в механореакторе фазовый состав механически легированных композиций не достигает равновесного, и они являются термодинамически неравновесными системами. Во всех случаях определённая часть легирующего компонента остаётся в виде включений размером менее 0,1 мкм. Отжиг МС композиций активирует фазовые превращения, приближающие систему к термодинамическому равновесию. Наличие всех равновесных фаз может быть установлено после длительной выдержки при температурах более  $0,75 T_{пл}$  матрицы.

МС композиции, характеризующиеся субмикроструктурным типом структуры с высокоразвитой поверхностью границ зёрен и субзёрен, стабилизированных наноразмерными выделениями механически синтезированных фаз, не имеющих контакта друг с другом, стойки против высокотемпературного воздействия. Разупрочнение отмечается при увеличении размера избыточных фаз более 100 нм. Температура, при которой имеет место это явление, зависит от природы основы и упрочняющей фазы, но в любом случае она находится не ниже  $0,75 T_{пл}$  основы.

## 7.1 Характеристики исходных образцов сплава

Для механоактивации и механического легирования углеродом использовался гранульный сплав на основе  $Ni_3Al$  (рисунок 7.1). Состав сплава (масс. %) приведен в таблице 7.1.

Таблица 7.1- Химический состав гранульного сплава на основе  $Ni_3Al$  (масс. %)

Ni	Cr	Mo	W	Ti	Al	Ta
76,61	4,12	2,19	5,57	1,63	8,78	1,71

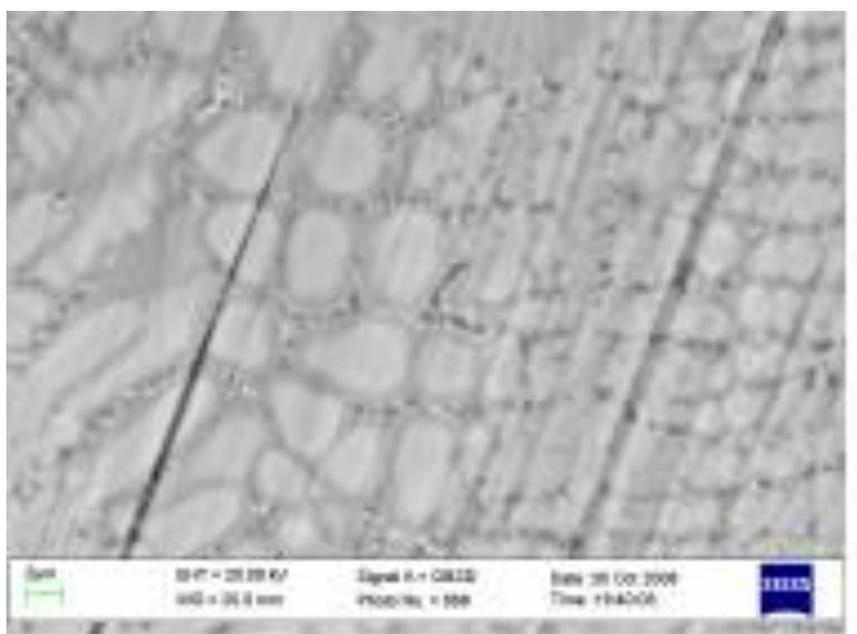


Рисунок 7. 1 - Ячеистая структура гранульного сплава

Фазовый состав исходного сплава представлен на дифрактограмме 1 (рисунок 7.4). Из дифрактограммы видно, что сплав состоит из – упорядоченной  $\gamma'$  -фазы ( $L1_2$ ). Об упорядочении свидетельствует наличие сверхструктурных линий (100), и очень слабая (101). Кроме того, в сплаве содержится ~1,5 масс.% не растворившегося в интерметаллиде хрома [6.1]. Фаза -  $\gamma'$  текстурирована вдоль направления (202), по-видимому, текстура кристаллизации. В нормальном состоянии линия (111) должна быть самой сильной, а в данном случае - самая сильная линия (202).

Период решетки  $\gamma'$  фазы  $a_{\gamma'} = 0.3582\text{нм}$  увеличен, по сравнению с  $\text{Ni}_3\text{Al}$  ( $a_{\text{Ni}_3\text{Al}} = 0.3564\text{нм}$ ), за счет растворения элементов с большим радиусом (Mo, W, Ti, Ta).

Размер блоков интерметаллида соответствует  $\sim 200\text{нм}$ .

В дальнейшем, при анализе уширения рентгеновских линий для определения физического уширения после активации шаровым помолотом, дифрактограмма данного образца использовалась как эталон для учета инструментального уширения.

### ***Механическое легирование гранульного сплава графитом***

Графит был добавлен в исходный гранулированный сплав на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  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  $\text{Ni}_3\text{AlC}_{0.5}$

Состав новой композиции приведен в таблице 7.2

Таблица 7.2 - Состав новой композиции сплава на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$

Ni	Cr	Mo	W	Ti	Al	Ta	C
74.55	4.02	2.16	5.51	1.57	8.63	1.66	1.9

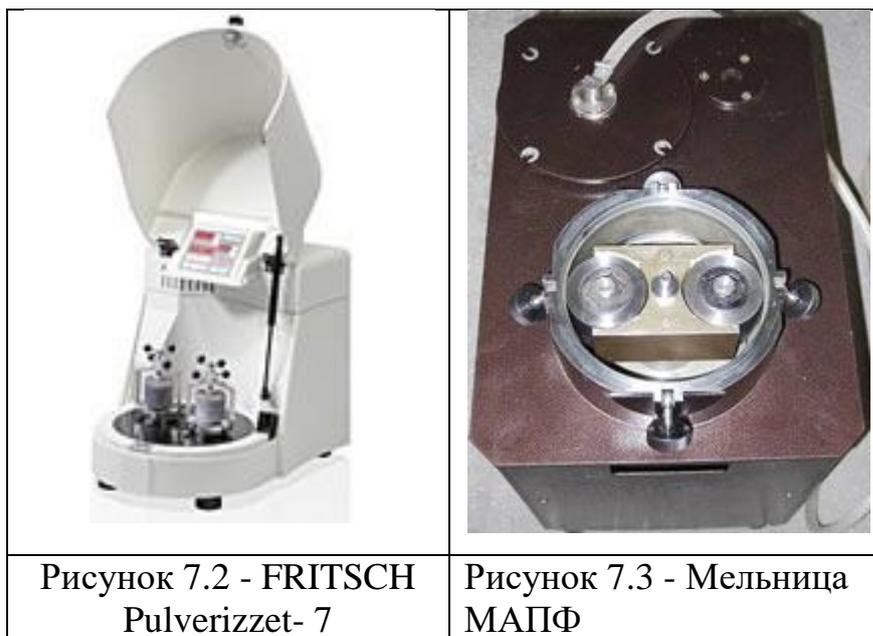
Для механохимического синтеза сплава использовались химически чистые (х.ч.) металлические порошки и графит. Была приготовлена смесь порошков, близкая по составу гранулированному сплаву с добавкой графита (таблица 7.3)

Таблица 7.3 - смесь порошков, близкая по составу гранулированному сплаву с добавкой графита

Ni	Cr	Mo	W	Ti	Al	Ta	C
74.55	4.02	2.16	5.51	1.57	8.63	1.66	1.9

## ***Механоактивация и механическое легирование графитом гранулированного сплава (условия помола)***

Активация (помол) и механическое легирование сплавов проводились в шаровой мельнице FRITSCH (рисунок 7.2) в автоматическом режиме – 2 мин - помол, 2 мин – пауза от перегрева образца.



Для предотвращения окисления помол проводился в атмосфере аргона, которым предварительно наполнялись барабаны с гранулированным порошком.

**Условия помола:** шары 40 шт. вес 56г, вес порошка 28г (в каждом барабане).

Время механоактивации сплава - 2 ч

Время механического легирования (помол смеси сплава с графитом) – 3 ч.

Механохимический синтез сплава из элементарных порошков проводился в мельнице FRITSCH в течение 2-х часов, а затем дополнительно в течение 1 часа водоохлаждаемом механоактиваторе МАПФ (рисунок 7.3)

Съёмка дифрактограмм проводилась на автоматизированном дифрактометре ДРОН-3 с использованием  $\text{Cu K}_\alpha$  излучения. Размер блоков ( $D$ , нм) и микродеформации ( $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ , %) вычисляли из физического уширения

дифракционных линий. Погрешности определения величин  $\Delta D \cong \pm 10\%$ ,  $\Delta \langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} \cong \pm 15\%$ .

## 7.2 Механоактивация гранульного сплава

На рисунке 7.4 представлены дифрактограммы исходного сплава (1) и дифрактограммы 2 и 3 соответствующие двум временам помола – 1 и 2 ч, соответственно. В таблице 7.4 приведены результаты обработки дифрактограмм.

Как видно из рентгенограммы 2, после помола в течение 1 часа сплав гомогенизировался - исчезла текстура, исчезли сверхструктурные линии, т.е. произошло разупорядочение интерметаллида с образованием твердого раствора. Кроме того, произошло растворение остаточного Cr. При этом период решетки увеличился с 0.3583 до 0.3592 нм

Одновременно заметно увеличение уширения структурных линий, к которому привело значительное диспергирование ( $D = 14\text{нм}$ ) и рост среднеквадратичных микродеформаций кристаллической решетки  $\langle \varepsilon \rangle = 0.45$  и  $a = 0.3592\text{ нм}$ .

Таблица 7.4 - Параметры субструктуры исходного и активированного образцов

Время помола, ч	a, нм	D, (нм)	$\langle \varepsilon \rangle$ , %
0	0.3583	200	0
1	0.3592	14	0.45
2	0.36	11	0.07

После помола в течение 2-х часов произошло дальнейшее увеличение периода решетки до 0.3600нм и уменьшение размеров блоком до нанокристаллических размеров ( $D = 11\text{нм}$ ).

Увеличение периода решетки твердого раствора фазы на основе никеля связано с двумя процессами, во-первых, с дорастворением Cr, а во-вторых, с разупорядочением  $\gamma'$  – фазы [6.1].

В результате было приготовлено две порции активированного порошкового сплава по 55г – помол 2ч для дальнейшего компактирования методом ГИП при двух температурах 1100°C и 1200°C.

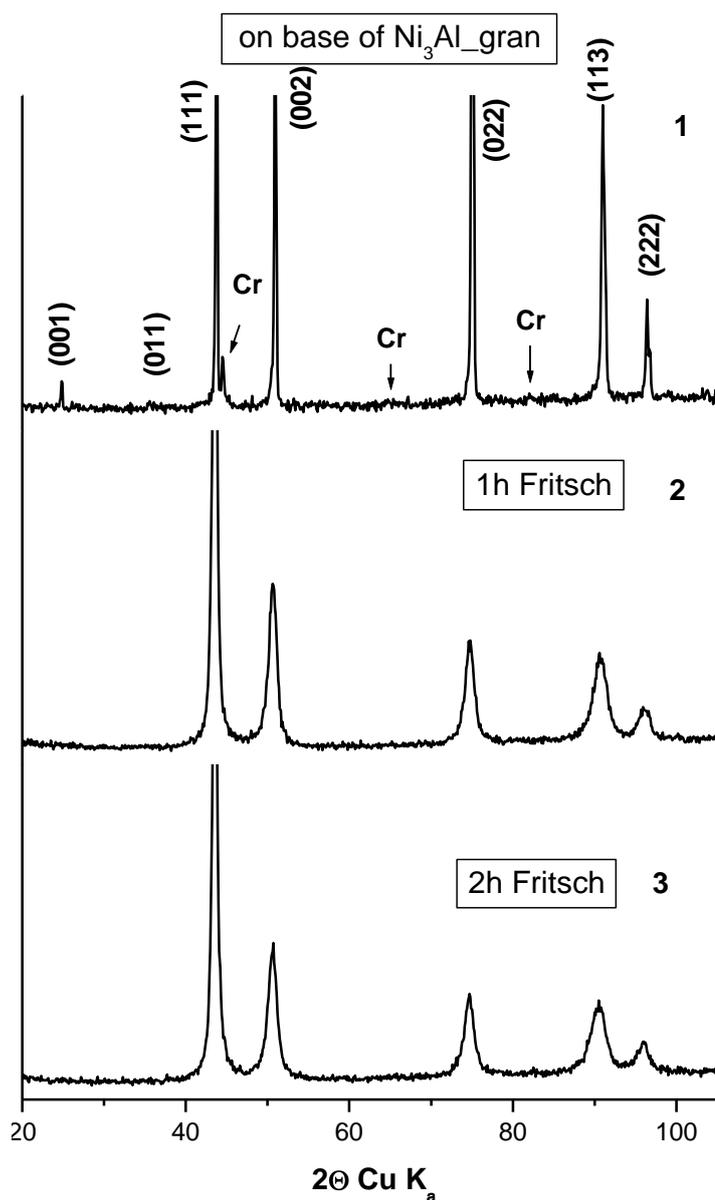


Рисунок 7.4 - Дифрактограммы гранулированного сплава на основе  $Ni_3Al$  и после активации 1 и 2ч в мельнице Fritsch

### 7.3 Механическое легирование исходного гранулированного сплава графитом

Результаты помола смеси гранулированного сплава с графитом приведены в таблице 7.5 и на дифрактограммах рисунок 7.5.

Таблица 7.5 Параметры субструктуры сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al с добавкой графита после помола в течение 1, 3 и 3ч в мельнице Fritsch

Время помола, ч	a, нм	D, (нм)	<e>, %
1ч	0,3598	12	0,07
2ч	0,3601	10	0,08
3ч	0,3604	8	0,08

Как видно из дифрактограмм на рисунке 7.5, в результате помола смеси с графитом, образовался твердый раствор на основе никеля.

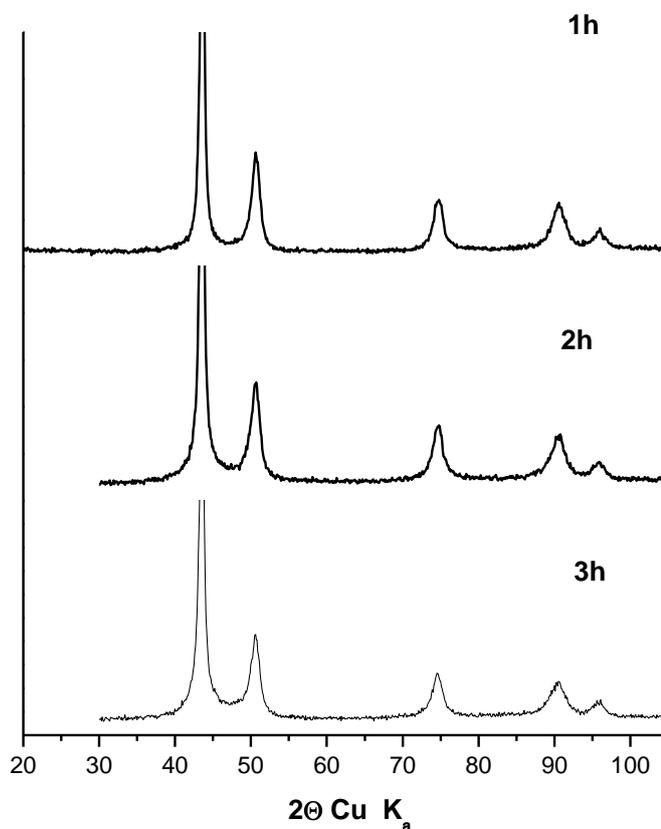


Рисунок 7.5 - Дифрактограммы механолегированного сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al графитом после помола в течение 1, 3 и 3ч в мельнице Fritsch

На рисунках 7.6 и 7 представлены изменения периода решетки и размера блоков фазы на основе никеля для активированного (квадратики) и легированного углеродом (кружки) сплава. Как видно, а счет растворения углерода, период решетки твердого раствора выше (рисунок 7.6), а диспергирование (рисунок 7.7) сильнее – после 2-х часов помола  $D=10\text{нм}$ , а после 3-х часов –  $8\text{нм}$ .

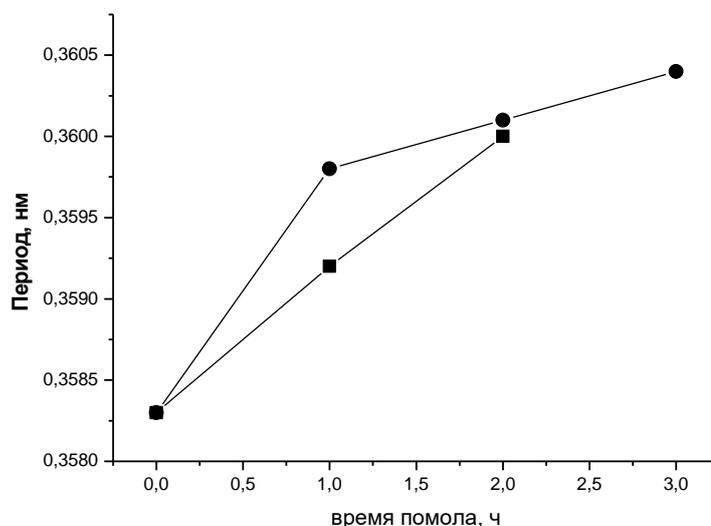
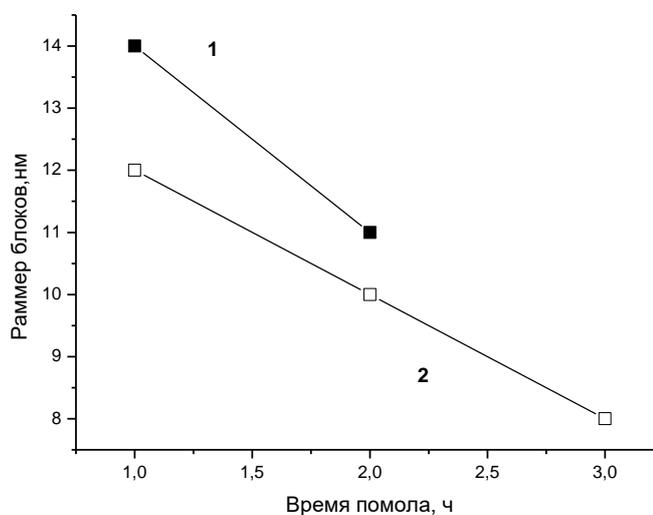


Рисунок 7.6 - Изменение периода от времени помола



## Рисунок 7.7 - Изменение размера блоков от времени помола

Таким образом, добавление графита при помоле гранульного сплава позволяет получить более *дисперсную* субструктуру сплава.

### **7.4 Механохимический синтез многокомпонентного сплава того же состава из элементов**

На рисунке 7.8 представлена последовательность дифрактограмм после различной продолжительности помола и в различных мельницах. В таблице 7.6 и на рисунках 7.9 и 7.10 показаны изменения периода решетки и субструктуры. Дифрактограммы 1 и 2 (рисунок 7.8), соответствуют помолу смеси в течение 1 и 2 ч в мельнице FRITSCH.

Как видно, (рисунок 7.8 дифрактограмма 1), после одного часа помола на дифрактограмме видны отражения практически всех элементов, входящих в исходную порошковую смесь - Ni, Mo(W), Al, Ta и слабые линии Cr, отсутствуют только отражения от графита. Как показывает практика помола смесей с графитом, исчезновение отражений кристаллического графита связано с более быстрым его диспергированием, чем остальные металлические компоненты. Вторым элементом, который сильно диспергируется и не регистрируется на рентгенограммах, является алюминий. Действительно, после двух часов помола смеси (дифрактограмма 2) исчез Al, и появились искажения профиля линий Ni (показано кружками на дифрактограмме), это позволяет сделать заключение о начале механохимической реакции.

Для интенсификации процесса механохимического синтеза продолжение помола проводили в более высокоэнергетической мельнице МАПФ с водяным охлаждением.

После обработки в мельнице МАПФ (дифрактограммы 3, 4), начинается растворение элементов в никеле (заметны смещения линий в сторону больших углов, т.е образование твердого раствора на основе никеля).

Несмотря на существенную активацию никеля (линии уширены и смещены), растворение высокотемпературных элементов (W и Ta) затруднено, и их слабые линии наблюдаются на дифрактограмме 4.

Изменение периода решетки никеля и субструктуры порошковой смеси представлено на рисунках 7.9 и 7.10. Видно, что взаимодействие никеля с остальными элементами начинается после 2-х часов помола – период решетки резко увеличивается до 0.3594 нм ( $a_{Ni} = 0.3526\text{нм}$ ). Исходя из периода решетки твердого раствора, можно предположить, что этот твердый раствор является, по сути, разупорядоченной  $\gamma'$  - фазой.

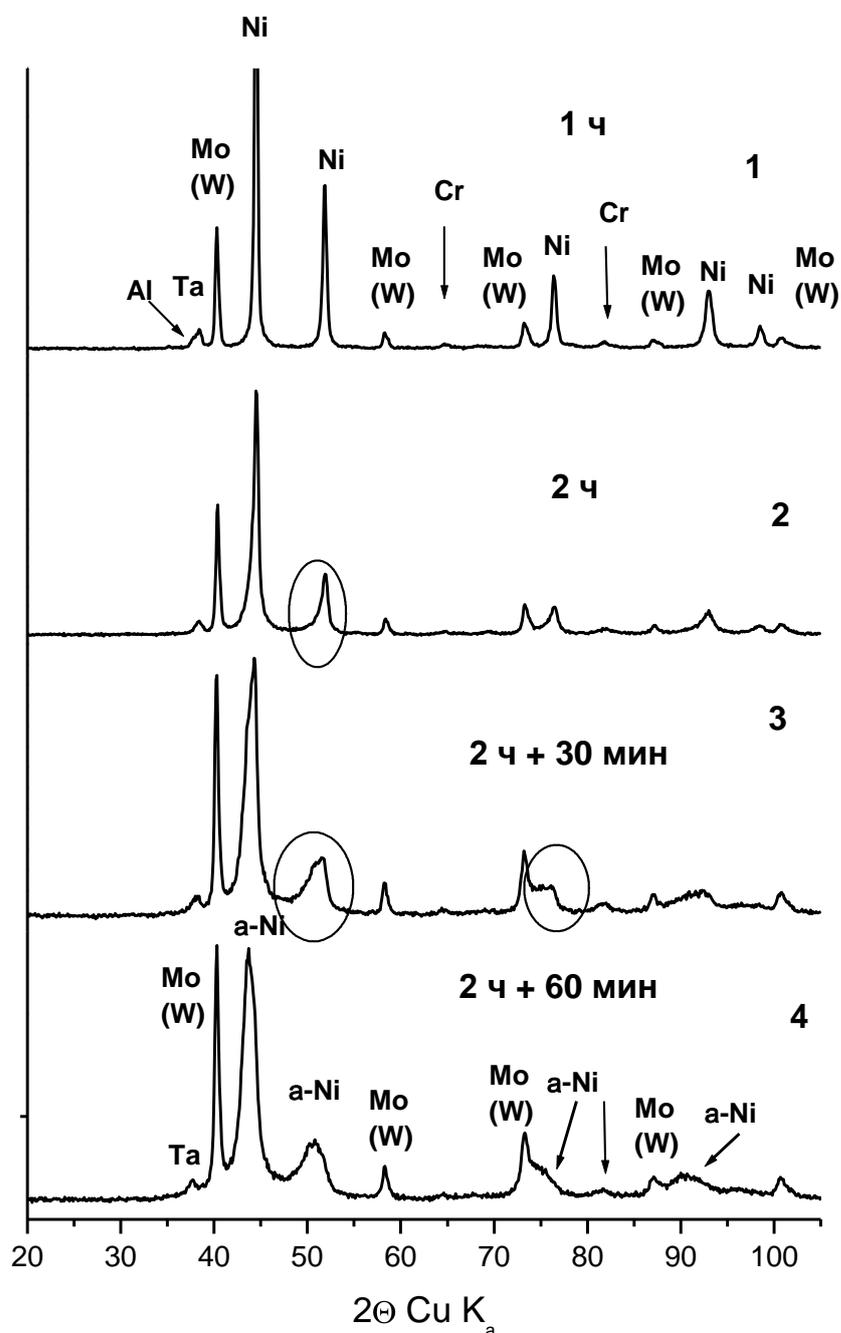


Рисунок 7.9 - Последовательность дифрактограмм при помолё смеси компонентов

Одновременно, размеры блоков (субзерен) никелевой матрицы ( $\gamma$  –фаза) уменьшаются до нанокристаллических размеров  $D_{\text{Ni}} = 5$  нм, также как других элементов -  $D_{\text{Cr}} = 8$  нм,  $D_{\text{Ta}} = 7$  нм. В то же время размеры блоков Mo (W) уменьшаются до 25 нм (рисунок 7.10).

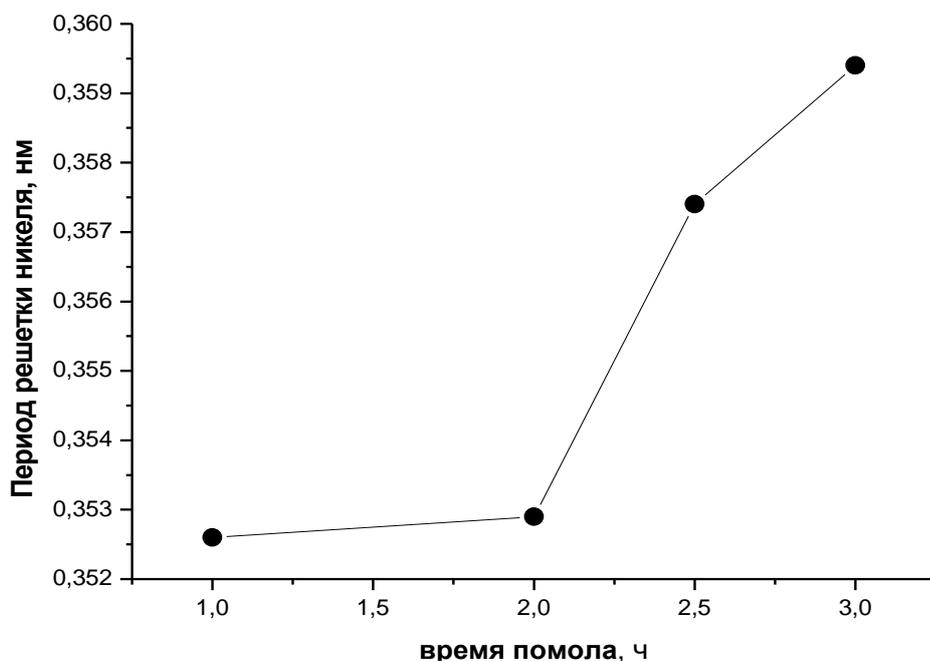


Рисунок 7.9 - Изменение периода никеля при МС  
МНОГОКОМПОНЕНТНОГО СПЛАВА

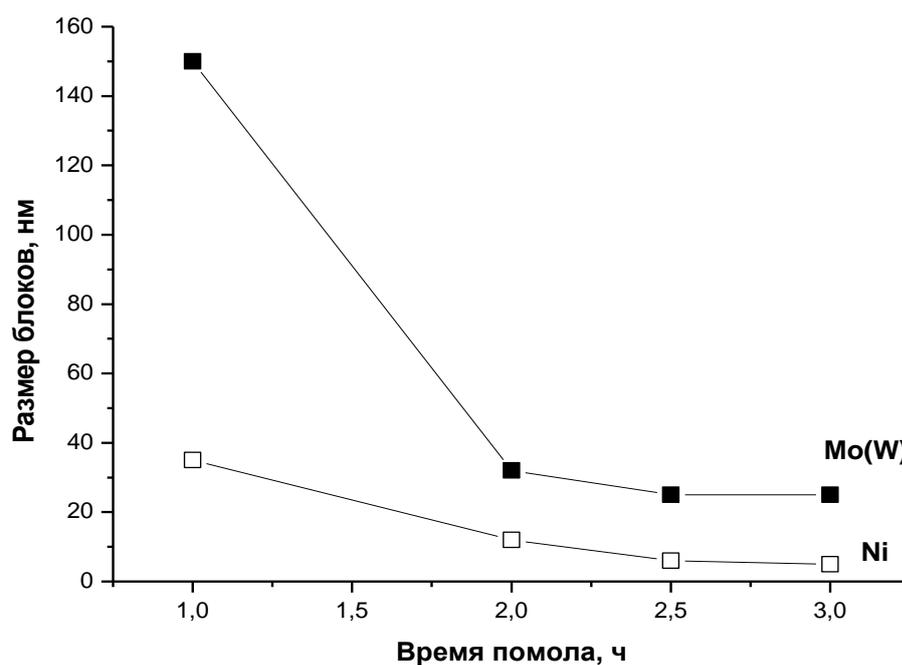


Рисунок 7.10 - Изменение размера блоков никеля и Мо при МС

Таблица 7.6 - Результаты механохимического синтеза сплава

Время помола	Фазовый состав	Период решетки $\gamma$ -фазы	Размер блоков		Тип мельницы
			$\gamma$	Др. эл-ты	

1 ч	Ni, Al, Cr, W(Mo), Ta	0.3526	35		Fritch
2 ч	Ni, Cr, W(Mo), Ta	0.3528	14		Fritch
Для интенсификации процесса помол продолжен в мельнице МАПФ					
+0.5 ч	$\gamma$ – фаза, Cr, W(Mo), Ta	0.3575	7		МАПФ
1 ч	$\gamma$ – фаза, W(Mo), Ta и Cr	0.3594	5	$D_{Cr} = 8$ $D_{Ta} = 7$ $D_W = 25$	МАПФ

Таким образом, в результате механосинтеза элементарных компонентов был сформирован порошковый сплав с нанокристаллической матрицей ( $D_\gamma = 5$  нм) и не полностью растворившимися элементами (таблица 7.6).

### 7.5 Компактирование образцов порошков гранулированного сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al после МС методом ГИП

Порошковые образцы, компактировались методом ГИП в цилиндры диаметром ~ 10мм и длиной 100мм при 150 -153 МПа и двух температурах 1100°С и 1200°С. От цилиндров отрезались образцы для рентгеновских и др. исследований. Результаты сравнительного рентгенофазового анализа образцов после компактирования приведены на рисунках 7.11 – 7.13 и таблицах 7.7-7.9.

#### а) компактирование активированного образца

После активации гранулированного сплава на основе  $\gamma'$  – фазы в мельнице FRITCH в течение 2-х часов произошло несколько явлений – исчезновение текстуры, растворение избыточного хрома, разупорядочение и

уменьшение размеров блоком до нанокристаллических размеров ( $D = 11\text{нм}$ ). На рисунке 7.11 приведены сравнительные дифрактограммы образцов после активации и компактирования при двух температурах.

После ГИП в течение 2-х часов при температуре  $1100^\circ\text{C}$  произошло выделение из твердого раствора избыточного Мо в количестве  $\sim 2.1$  масс.% и упорядочение. Этот процесс сопровождался уменьшением периода решетки фазы на основе никеля с  $0.3600$  нм до  $0.3588$  нм. Уменьшение периода решетки никелевой фазы может быть связано как с упорядочением, так и выделением Мо. Анализ уширения рентгеновских линий фаз показал, что размер блоков  $\gamma'$  - матрицы составил  $\sim 40\text{нм}$ , а  $D_{\text{Мо}} = 50$  нм. Таким образом, компактный образец после ГИП при  $T = 1100^\circ\text{C}$  в достаточной мере сохраняет нанокристаллическую субструктуру.

После ГИП при  $T = 1200^\circ\text{C}$  фазовый состав такой же, как после  $1100^\circ\text{C}$ , однако произошла рекристаллизация матрицы и размер блоков  $\gamma'$  - фазы превышает  $1000$  нм, при сохранении нанокристалличности выделившегося в количестве  $\sim 1.5$  масс.% Мо.

Таблица 7.7 - Результаты компактирования активированного сплава.

Обработка	$a_{\text{Ni-фазы}}$ , нм	$D_{\text{Ni-фазы}}$ нм	$D$ других фаз, нм
После активации	0.3600	11	-
ГИП $1100^\circ\text{C}$	0.3588	40	$D_{\text{Мо}} = 50$
ГИП $1200^\circ\text{C}$	0.3588	1000	$D_{\text{Мо}} = 50$

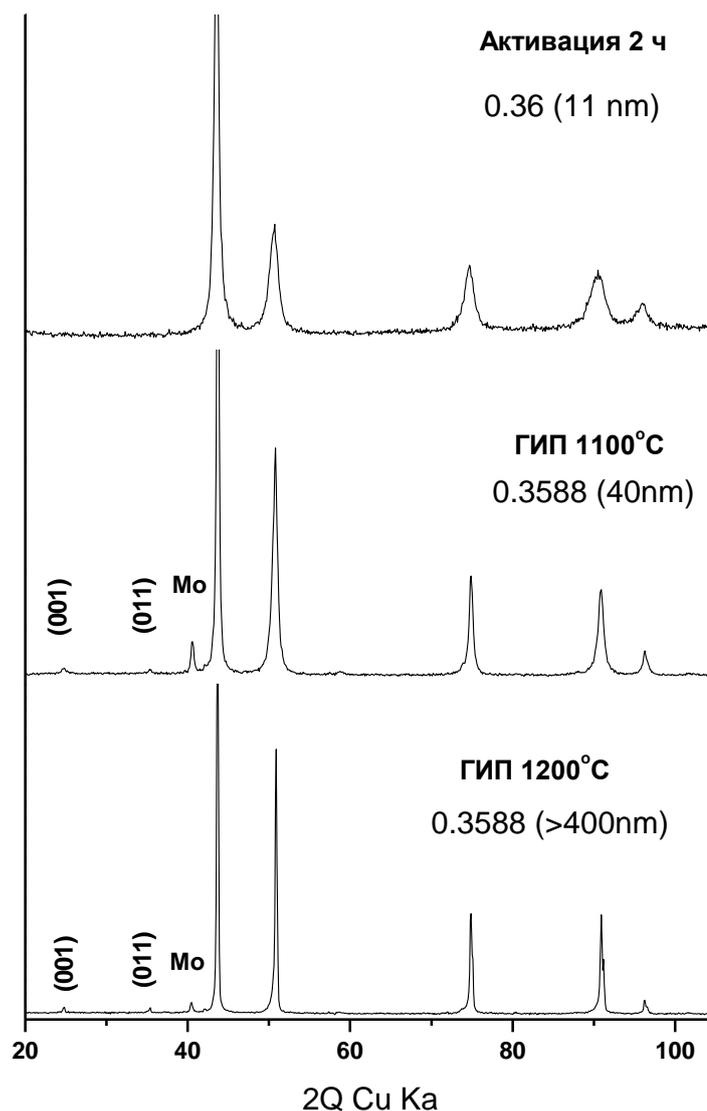


Рисунок 7.11 - Дифрактограммы активированного и компактированного образцов

**б) Компактирование образца, приготовленного помолем смеси гранульного сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al с добавкой графита**

На рисунке 7.12 приведены сравнительные дифрактограммы образцов после механолегирования гранульного сплава на основе Ni<sub>3</sub>Al графитом и компактирования при двух температурах.

Как было показано, механосинтез привел к гомогенизации сплава и растворению избыточного Cr. Период решетки твердого раствора после

механолегирования составил 0.3604 нм, что в сравнении с предыдущим образцом указывает на частичное растворение углерода.

После ГИП при температурах 1100°C, 1200°C фазовый состав компактированного сплава одинаков -  $\gamma'$  и, так же, как в сплаве без углерода, избыточный молибден (рисунок 7.12). Анализ уширения рентгеновских линий  $\gamma'$  – матрицы показал, что углерод существенно препятствует рекристаллизации, так как размер блоков составляет – 34 нм и 42 нм после ГИП при температурах 1100°C, 1200°C, соответственно. Предположительно, это связано с тем, что углерод растворился в  $\gamma'$ -фазе, превратив её в двойной карбид  $(Ni, TM)_3AlC_x$ , TM – переходные элементы, входящие в состав  $\gamma'$ -фазы.

Таблица 7.8 - Результаты компактирования механолегированного сплава

Обработка	$a_{Ni-фазы}$ , нм	$D_{Ni-фазы}$ нм	$D_{других фаз}$ , нм
После мехлегирования	0.3604	8	-
ГИП 1100°C	0.3590	34	$D_{Mo} = 50$
ГИП 1200°C	0.3590	42	$D_{Mo} = 50$

#### в) Компактирование образца, приготовленного механосинтезом смеси элементарных компонентов

Как было показано выше методом механохимического синтеза смеси элементарных порошков состава: Ni - 74.55, Cr-4.02, Mo - 2.16, W-5.51, Ti-1.57, Al-8.63, Ta-1.66, C-1.9 (ат. %), был получен порошковый сплав.

После комбинированного помола (в двух мельницах с различной энергонапряженностью Fritch – 20 Вт/барабан и Мапф - 120 Вт/барабан) сплав состоял из нескольких фаз – нанокристаллического ( $D = 5$  нм) твердого раствора на основе никеля ( $\gamma$  – фаза) и не до конца прореагировавших компонентов – Mo(W), Ta и Cr, которые тоже были существенно диспергированы до 7 – 25 нм.

Сравнительные дифрактограммы образца после МС и последующего ГИП при двух температурах 1100 °C и 1200 °C представлены на рисунке 7.13.

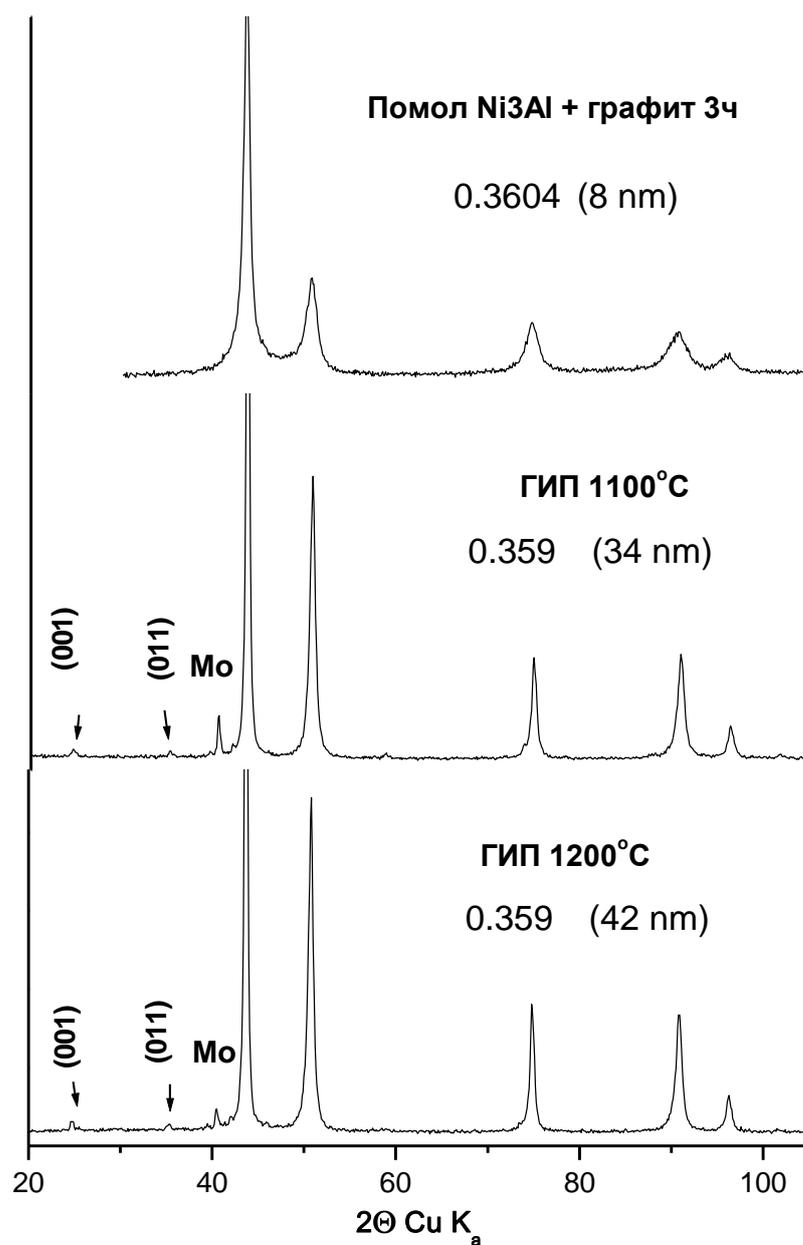


Рисунок 7.13- Дифрактограммы механолегированного и компактированного образцов

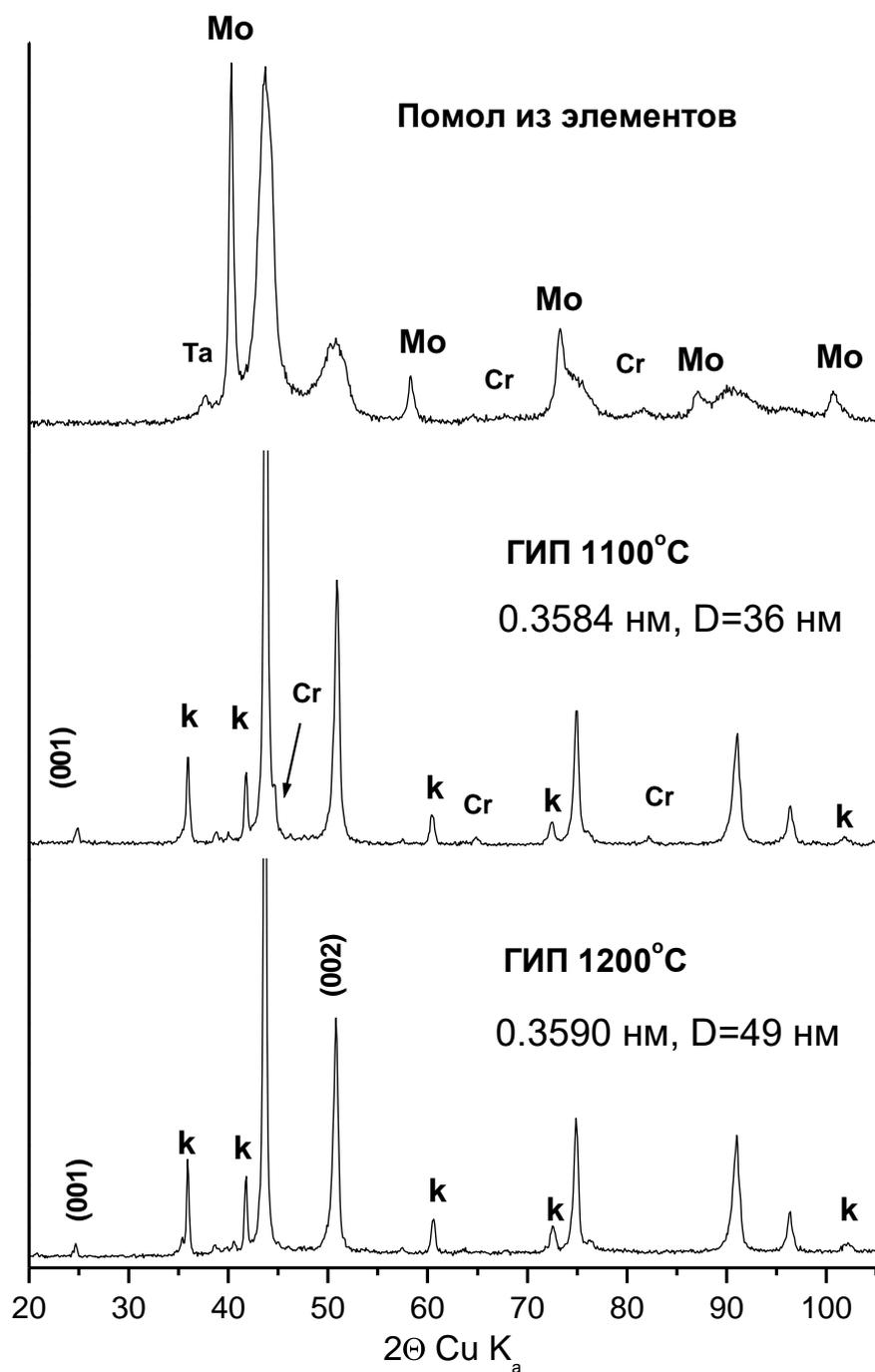


Рисунок 7.14 - Дифрактограммы механосинтезированного и компактированного образцов

Как видно из дифрактограммы 2, рисунок 7.13, после ГИП при температуре 1100°C произошло упорядочение  $\gamma$  - фазы, и, в отличие от предыдущих вариантов, произошло взаимодействие углерода с остаточным

вольфрамом с образованием кубического карбида WC. Образец также содержит незначительное количество (~0.3 масс. %) хрома.

При этом, размер блоков  $\gamma'$  – матрицы имеет нанокристаллический размер ( $D = 36$  нм).

После ГИП при температуре 1200°C (дифрактограммы 3, рисунок 7.14) остаточный хром полностью растворился, и сплав состоит из двух фаз: нанокристаллической  $\gamma'$  – матрицы ( $D_{\gamma'} = 49$  нм) и ~ 4 масс. % карбида вольфрама ( $D_{WC} = 80$  нм).

Обобщенный график изменения дисперсности субструктуры в зависимости от предыстории порошкового образца и температуры компактирования приведен на рисунке 7.15.

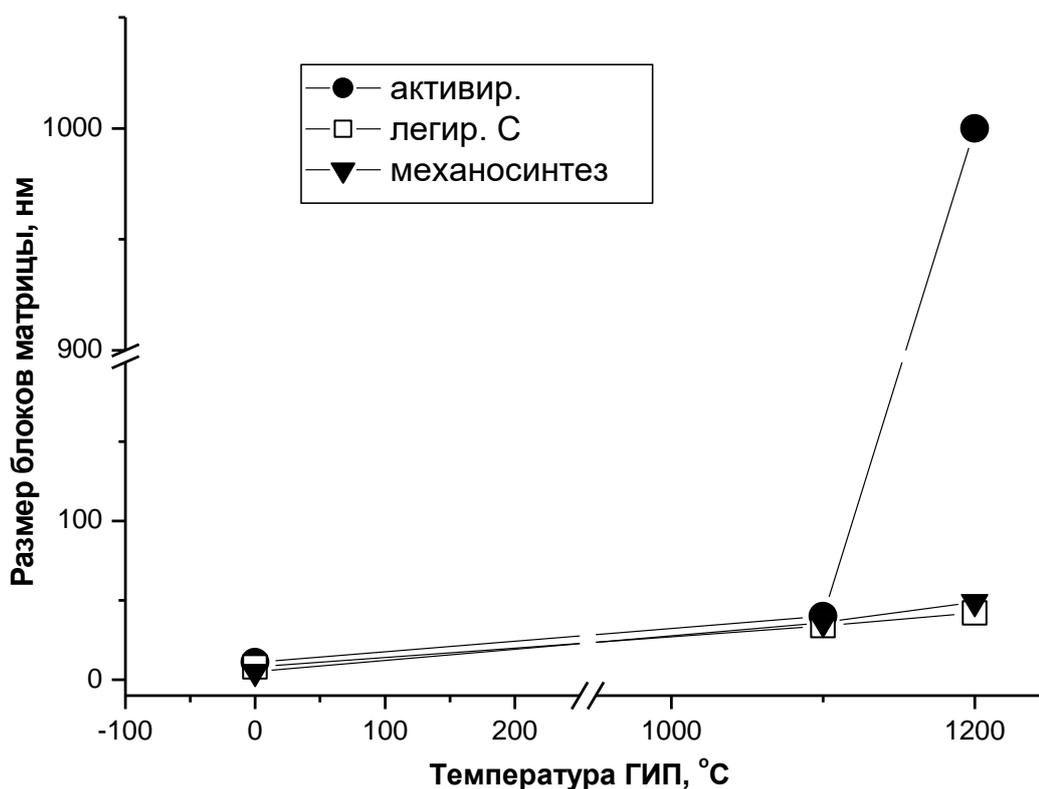


Рисунок 7.15 - Сравнительный размер блоков никелевой матрицы после ГИП

В таблице 7.9 представлены результаты измерения микротвердости для многокомпонентных сплавов близкого состава, но с различным способом обработки перед компактированием и различной температурой ГИП.

Таблица 7.9 - 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)	1	1100	390
	4	1200	460
Гранульный сплав на основе Ni <sub>3</sub> Al (механолегированный графитом)	3	1100	410
	6	1200	445
Многокомпонентный сплав после механосинтеза элементарных порошков	2	1100	650
	5	1200	820

Из таблицы 7.9 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.

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 7.16).

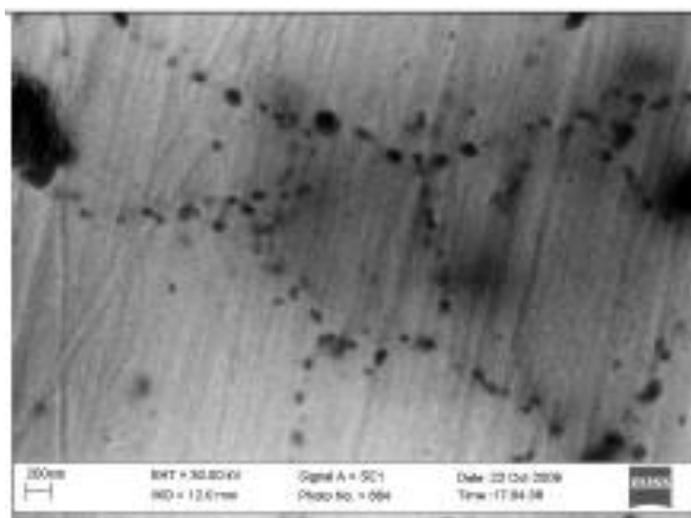


Рисунок 7.16 - Электронномикроскопическое изображение участка шлифа сплава  $Ni_3AlC_{0.6}$

Наблюдение такой микроструктуры в порошках после МА, компактированных при  $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$  указывает на принципиальную возможность создания материала с мелким зерном, в котором ультразеренная структура стабилизирована выделениями нанофазы на границах зерен.

### 7.6 Изготовление партии высокотемпературных алюминидов $Ni_3Al-Cr$ и проведение их испытания

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

Результаты расчета коэффициентов усадок представлены в таблице 7.10 для образцов  $Ni_3Al-Cr$ .

Таблица 7.10 – Результаты расчета коэффициентов усадок высокотемпературных алюминидов  $Ni_3Al-Cr$

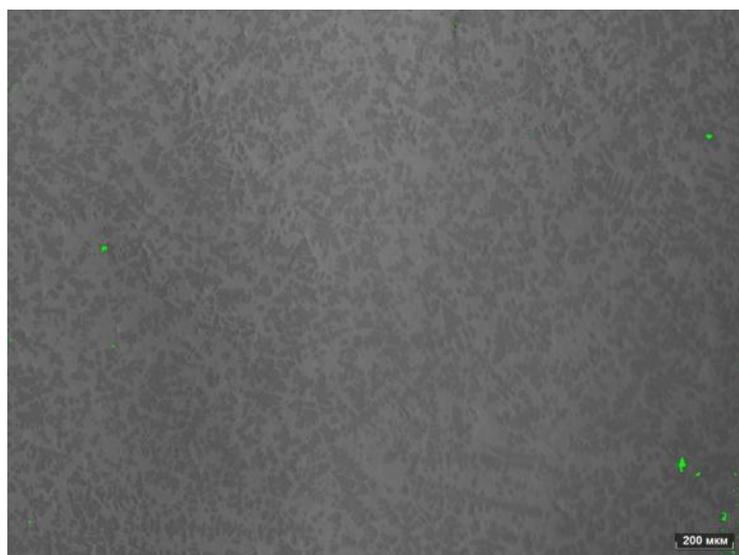
Режим ГИП	Размеры капсулы, мм						Коэффициент фактической усадки		
	До ГИП			После ГИП			$K_{\text{факт. D}}$ (1,1-1,2)	$K_{\text{факт. d}}$ (1,01-1,11)	$K_{\text{факт. H}}$ (1,10-1,15)
	$D_{\text{дк}}$	$d_{\text{дк}}$	$H_{\text{дк}}$	$D_{\text{пк}}$	$d_{\text{пк}}$	$H_{\text{пк}}$			
$T = 1250 \pm 10^{\circ}\text{C}$ , $t = 2\text{ ч.}$	15	10	58	13,5	9,1	52,7	1,11	1,10	1,10

Как видно из таблицы 7.10, фактические коэффициенты усадок компактных заготовок находятся в диапазоне расчетных коэффициентов, таким образом, исследованные образцы удовлетворяют необходимым требованиям.

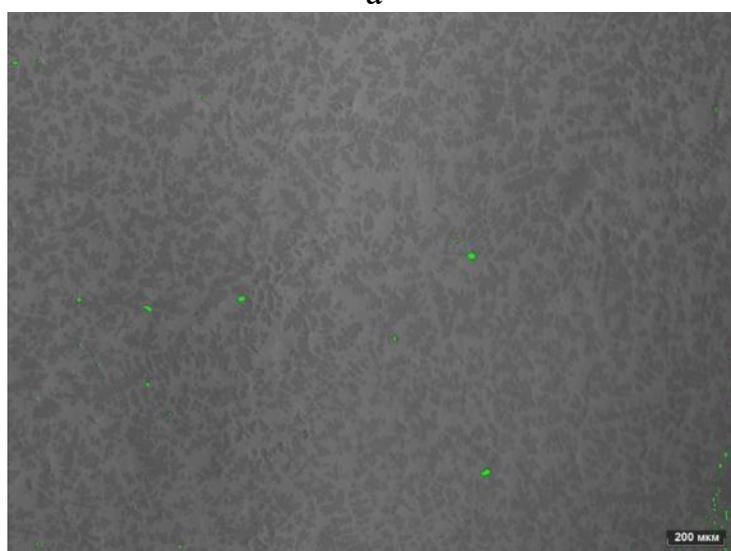
### **7.6.13 Измерение пористости компактных заготовок на основе высокотемпературных алюминидов**

Пористость компактных заготовок определялась микроскопическим анализом с помощью комплекса программно-аппаратного анализа микроструктуры поверхности твердых тел Thixomet (ТУ 4400-001-72417059). Принцип действия комплекса основан на получении изображений структуры поверхности объекта в заданном масштабе при помощи микроскопа, их фиксации цифровой видеокамерой и последующем анализе изображений в персональной электронно-вычислительной машине (ПЭВМ). 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.

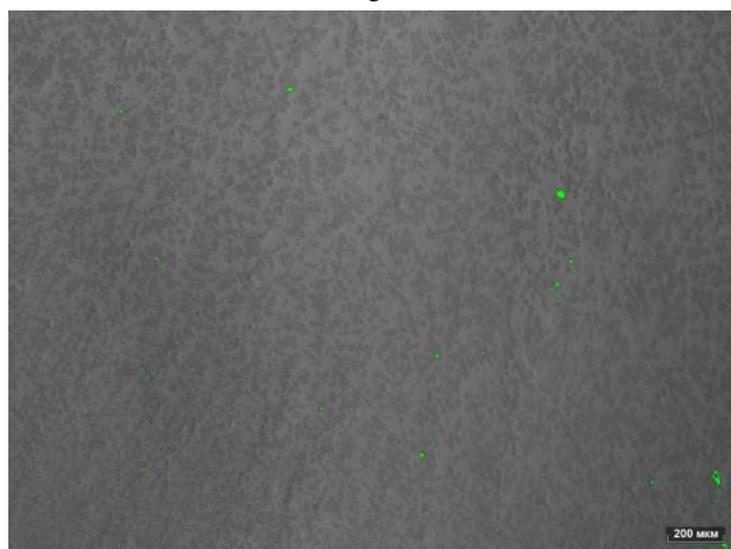
На рисунке 7.17 представлена микроструктура, полученная при изучении пористости компактных заготовок алюминида  $\text{Ni}_3\text{Al-Cr}$  обработанная с помощью программы анализа Thixomet. Зеленым цветом выделены области соответствующие наличию пор. В таблице 7.11 представлены результаты расчета отношения площади занимаемой порами к общей площади исследуемых образцов. Измерения проводились по 3 изображениям различных участков образца



а



б



в

Рисунок 7.17 – Структура компактных заготовок на основе алюминиды  $\text{Ni}_3\text{Al}$  при измерении пористости

Таблица 7.11 – Результаты измерения пористости компактных заготовок на основе Ni<sub>3</sub>Al

Исследуемый материал	Значение пористости, %			
	Измерение 1	Измерение 2	Измерение 3	Среднее значение пористости
Алюминид системы Ni <sub>3</sub> Al-Cr	0,080	0,087	0,058	0,085

Из результатов измерений видно, что значение пористости образцов компактных заготовок на основе алюминида Ni<sub>3</sub>Al не превышают 0,01 %, что свидетельствует о качественном проведении процесса газостатирования порошков.

## 7.6.2. Оценка эксплуатационных характеристик высокотемпературных алюминидов

### 7.6.2.1 Измерение плотности компактных заготовок

Плотность компактных заготовок на основе высокотемпературных алюминидов Ni<sub>3</sub>Al измерялась согласно ГОСТ 20018 «Сплавы твердые спеченные. Метод определения плотности».

Результаты измерения плотности компактных заготовок представлены в таблице 7.12.

Таблица 7.12 – Результаты измерения плотности компактных заготовок на основе Ni<sub>3</sub>Al

Образец	Значение плотности, г/см <sup>3</sup>			
	Измерение 1	Измерение 2	Измерение 3	Среднее значение плотности
Ni <sub>3</sub> Al-Cr	7,82	7,85	7,88	7,85

Из данных представленных в таблице 7.12 следует, что плотность компактных заготовок алюминидов: Ni<sub>3</sub>Al - 7,85 г/см<sup>3</sup>, , что является близким

показателем к теоретической плотности испытанных образцов. Близость значений реальной плотности компактных заготовок к теоретической, свидетельствует об отсутствии внутренней пористости.

### 2.4.2.3 Определение предела прочности

Испытания на растяжение с целью определения предела прочности высокотемпературных алюминидов никеля проводились на универсальной испытательной машине модели 300 DX серии SATEC (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 °С для Ni<sub>3</sub>Al-Cr. Результаты испытаний на растяжения представлены в таблице 7.13.

Таблица 7.13 – Результаты испытаний образцов алюминидов на предел прочности

Образец	Температура, °С	Б <sub>В</sub> , МПа
Ni <sub>3</sub> Al-Cr	20 °С	750
	1200 °С	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».

## 7.7 Заключение

1 Активация гранулированного сплава позволяет сохранить наносубструктуру  $\gamma'$ - матрицы до температуры ГИП 1100°C. Однако повышение температуры ГИП до 1200 °С приводит к рекристаллизации матрицы. Для образцов – активированный с графитом и синтезированный механохимическим методом из порошков элементов, то в обоих случаях рекристаллизация заторможена, и размер блоков матрицы не превышает ~50 нм.

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 -  $(Ni, TM)_3AlC_x$ , здесь ТМ – переходные элементы, входящие в сплав. Таким образом, кроме металлических связей Ni - Al, возникает более прочная ковалентная составляющая Me – С.

2 При механосинтезе из элементарных компонентов углерод взаимодействует с непрореагировавшим карбидообразующим W с образованием кубического карбида WC. Наличие карбида существенно увеличивает микротвердость.

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. Фактически, сплав на основе  $\gamma'$  – фазы ( $Ni_3Al$ ). Для второго эксперимента в исходный гранульный сплав на основе  $Ni_3Al$  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  $Ni_3AlC_{0.5}$ . 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 Ni<sub>3</sub>Al – графит, в молекулярном соотношении 1:1. Эти составы могут оказаться перспективными в качестве матриц для жаропрочных сплавов на основе никеля. Порошковые образцы, компактировались методом горячего изостатического прессования (ГИП) в цилиндры диаметром ~ 10мм и длиной 100мм при 150 -153 МПа и двух температурах 1100°C и 1200°C. 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 в системе Ni-Al-C формируются нанокристаллические ( $D = 4 - 6$  нм) трехкомпонентные твердые растворы на основе никеля Ni(Al,C). После нагрева этих порошковых сплавов до 800°C, образуется карбид Ni<sub>3</sub>AlC X перовскитного типа. Содержание углерода (X) не превышает 0.4ат./эл. яч. Избыточный углерод выделяется в виде дисперсного графита.

Активация гранулированного сплава позволяет сохранить наносубструктуру  $\gamma'$ - матрицы до температуры ГИП 1100°C. Однако повышение температуры ГИП до 1200 °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 ~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 -  $(Ni,TM)_3AlC_x$ , 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.

## **Глава 8. Разработка инновационных технологий изготовления базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ23 и бесшовного лейнера методом металлургии гранул из титанового сплав ВТ6 для перспективных изделий ракетно-космической техники нового поколения с повышенными тактико-техническими характеристиками**

### **8.1. Разработка технологического процесса по созданию базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ23**

Применяемые в настоящее время в конструкциях серийных разгонных блоков топливные баки представляют собой емкости из сплава АМГб 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).

Опыт изготовления разнообразных, в том числе сложных конструкций из никелевых и титановых сплавов методами гранульной металлургии имеется в ракетно-космической и авиационной промышленности России.

### **8.1.1 Изготовление капсул и оснастки**

Работы по получению тонкостенного топливного бака из высокопрочного титанового сплава ВТ23, изготавливаемого методом гранульной металлургии, с толщиной стенки ~ 2 мм. проводятся 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 (рисунок 8.1). 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.

Определение последовательности изготовления деталей и соединения их в готовое изделие, строго соответствующее чертежу и техническим требованиям позволяет выбрать наиболее рациональный и экономичный метод работы в конкретных условиях производства. Одним из наиболее важных и трудоемких этапов изготовления является технологическая

подготовка, в процессе которой для каждой детали определяется порядок и содержание операции, выбирается оборудование, режущий инструмент, разрабатывается и изготавливается технологическая оснастка. Основными требованиями к оснастке являются обеспечение необходимой точности, жесткости и компактности при условии максимальной механизации.

Как видно из рисунка 8.1 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.

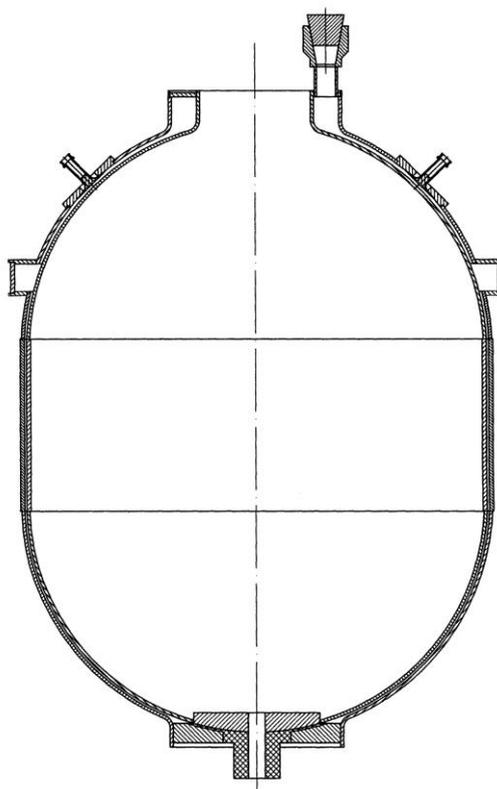


Рисунок 8.1 – Капсула для изготовления бесшовного топливного бака

Поэтому была 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 (рисунки 8.2 – 8.5). На рисунках 8.2 и 8.3 показана оснастка для обработки на токарном станке верхней части оболочки капсулы. На рисунке 8.2 показана внутренняя опорная составляющая оснастки. Диаметры дисков, зафиксированных на осевом стержне, совпадают с внутренними диаметрами оболочки в рассчитанных сечениях, что обеспечивает их плотное прилегание. Окончательная жесткая фиксация и центровка оболочки на станке осуществляется внешним кольцом с помощью восьми натяжных шпилек и упорного конуса задней бабки станка (рисунок 8.3).



Рисунок 8.2 – опорная часть оснастки для обработки на токарном станке верхней части оболочки капсулы



Рисунок 8.3 – фиксирующая часть оснастки для обработки на токарном станке верхней части оболочки капсулы



Рисунок 8.4 - опорная часть оснастки для обработки на токарном станке нижней части оболочки капсулы



Рисунок 8.5 - фиксирующая часть оснастки для обработки на токарном станке нижней части оболочки капсулы

На рисунках 8.4 и 8.5 показана оснастка для обработки на токарном станке нижней части оболочки капсулы. На рисунке 8.4 показана внешняя опорная составляющая оснастки. Внутренние диаметры колец, зафиксированных на шпинделе токарного станка с помощью шпилек, резьбовых втулок и бинарных пластин, установленных вместо рабочих кулачков, совпадают с внешними диаметрами оболочки в рассчитанных сечениях, что обеспечивает их плотное прилегание. Окончательная жесткая фиксация и центровка оболочки на станке осуществляется внутренними дисками, зафиксированными на осевой натяжной шпильке (рисунок 8.5).

Применение данной технологической оснастки позволяет существенно сократить время установки детали на токарный станок ДИП-500, обеспечить необходимую жесткость оболочки в процессе обработки на станке и необходимую точность геометрии и размеров. С помощью данной технологической оснастки и изготовлены элементы капсулы и сварен опытный образец (рисунок 8.6).



Рисунок 8.6 – Капсула для бесшовного тонкостенного топливного бака

### **8.1.2 Обработка режимов засыпки, дегазации и герметизации капсул с гранулами**

Для получения тонкостенного топливного бака из высокопрочного титанового сплава ВТ23 разработана оснастка для засыпки, дегазации и герметизации капсулы с гранулами.

Капсула для изготовления бесшовного топливного бака представляет собой сложную конструкцию из концентрических оболочек со строго нормируемым зазором между ними (рисунок 8.6). На первой стадии получения бесшовного бака данный зазор через засыпную горловину заполняется гранулами титанового сплава. 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. Данный вибростол входит в состав установки заполнения и заварки капсул СНВ (вакуумная печь), в которой последовательно выполняются следующие операции:

- вакуумная дегазация (очистка поверхности гранул от адсорбированных газов) движущегося по наклонным лоткам монослоя гранул при температуре 350 °С;
- заполнение капсул дегазированными гранулами;
- герметизация заполненных капсул (заварка электронным лучом засыпной горловины капсулы).

Для закрепления капсулы на вибростоле разработаны и изготовлены специальные приспособления в состав которых входят: стойка, фиксатор, крепежные стержни, стабилизатор. Данные приспособления должны надежно обеспечивать определенное положение капсулы на вибростоле и передачу заданных величин частоты и амплитуды колебаний от вибростола капсуле в течении всей операции засыпки гранул в капсулу.

Подготовленная для заполнения капсула устанавливается в опорную стойку. Капсула с опорной стойкой помещается во внутрь стабилизатора, установленного на вибростоле, где надежно закрепляется с помощью фиксатора и крепежных стержней.

Данное приспособление позволило обеспечить стабильность процесса заполнения капсулы гранулами, равномерную плотность засыпки гранул по объему капсулы, 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.

### **8.1.3 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 при температуре 865°С. Горячее изостатическое прессование прошло успешно. Компактная заготовка топливного бака представлена на рисунке 8.8. Как видно из рисунка форма заготовки соответствует заданным параметрам и показала хорошую засыпку (отсутствуют утяжины, провалы и т.д.).



Рисунок 8.7 – Компактная заготовка бесшовного тонкостенного топливного бака

Таким образом, разработанная капсульная оснастка, приспособления для засыпки, заварки и герметизации капсулы с гранулами, выбранный режим горячего изостатического прессования позволили получить качественную компактную заготовку бесшовного тонкостенного топливного бака.

#### **8.1.4 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 ( рисунок 8.8, 8.9) 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 8.8 – Компактная заготовка бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава ВТ23



Рисунок 8.9 – Вид биметаллического переходника

Проведены испытания тонкостенного бесшовного топливного бака из титанового сплава ВТ23 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 поводкам. 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.

#### **8.1.5 Разработка технологического процесса изготовления бесшовного топливного бака**

На основании проделанной работы разработан комплект документов на технологический процесс изготовления базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава BT23 № 932-0102-13ТП-2009. Данный технологический процесс определяет технологию производства базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава BT23 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 BT23, 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.

Полученные результаты обладают новизной и патентноспособны.

Таким образом, корпус бака высокопрочного титанового сплава марки BT23, изготавливаемого методом гранульной металлургии, при толщине стенки около 2,0 мм, что обеспечивает экономию массы бака до 25-30% на единицу.

Учитывая актуальность работ по разработке и организации производства топливных баков существующих и перспективных конструкций, рекомендовать внедрение в изделия ракетно-космической отрасли топливные бесшовные баки, изготовленные методом металлургии гранул.

## **8.2 Разработка инновационной технологии изготовления бесшовного лейнера методом металлургии гранул из титанового сплав BT6**

### **8.2.1 Разработка конструкторской документации на тонкостенную бесшовную оболочку (лейнер) из титанового сплава. Разработка КД и технологической схемы изготовления капсул для тонкостенных элементов лейнера, обеспечивающей заданную точность. Выбор критериев оценки работоспособности гранульного титанового сплава при сложнопеременном циклическом нагружении**

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 лайнера и силовой оболочки. В этом отношении перспективную пару составляют углепластик в силовой оболочке и титан в лайнере. При возможности создания бесшовного титанового лайнера 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 лайнера, обеспечив отсутствие сварных швов.

#### **8.2.1.1 Разработка технологической схемы изготовления капсул для тонкостенных элементов лайнера, обеспечивающих заданную точность**

На основании разработанной конструкторской документации 1109-30 на тонкостенную бесшовную оболочку (лейнер) из титанового сплава и с учетом усадочных коэффициентов при горячем изостатическом прессовании (компактировании) разработана КД 1109-29-СБ на капсульную оснастку лайнера.

Капсульная оснастка для изготовления тонкостенного титанового лайнера 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 лайнера. Т.е. наружные поверхности внутренних элементов и внутренние поверхности наружных элементов

капсульной оснастки являются фотообразующими для создания соответственно внутренней и наружной поверхностей гранульного лейнера.

Именно поэтому к поверхностям капсульной оснастки, непосредственно контактирующим с рабочим материалом (титановыми гранулами) в процессе компактирования предъявляются повышенные требования по точности геометрических размеров и чистоте поверхности.

Все детали, входящие в капсульную оснастку можно разделить на 2 группы:

- простой формы;
- сложной (параболической) формы.

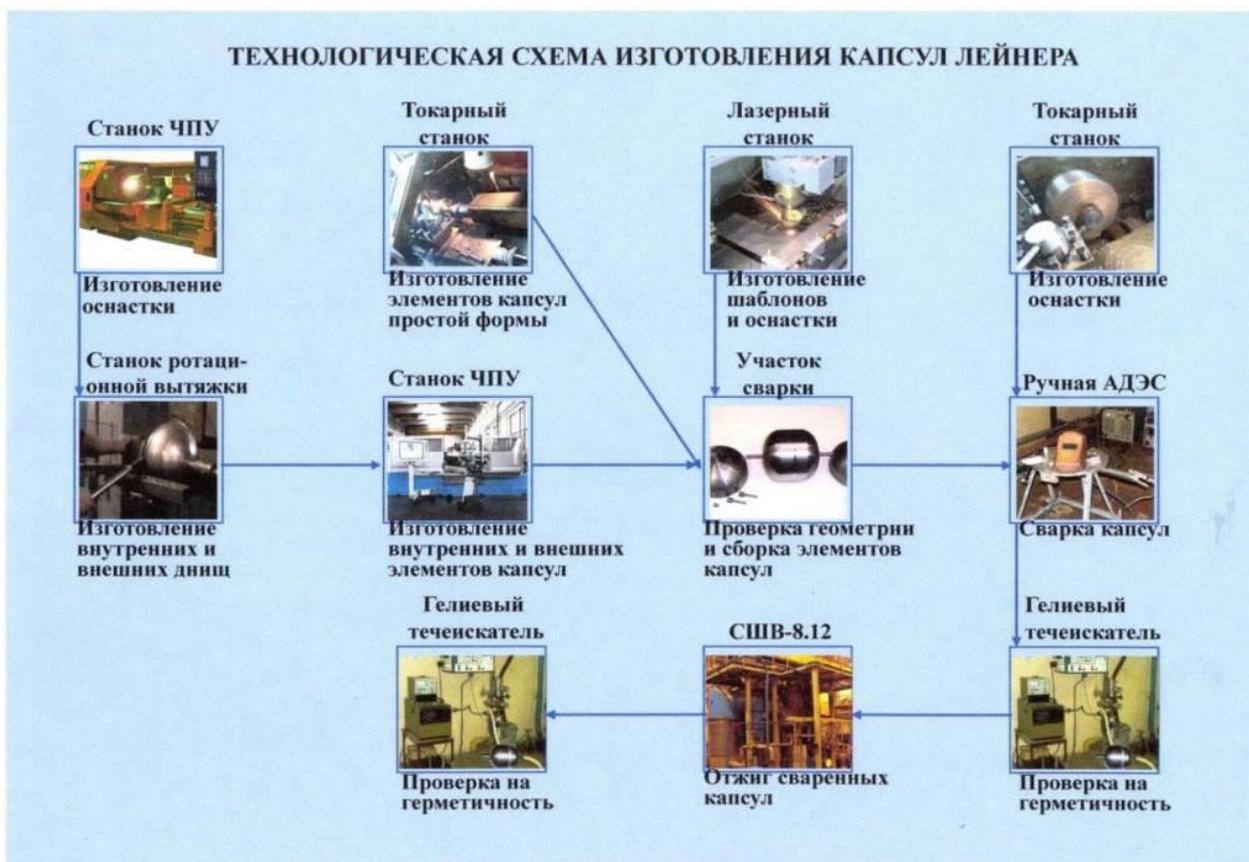


Рисунок 8.10 – Технологическая схема изготовления капсул лейнера

Исходя из этого, а, также руководствуясь требованиями к точности геометрических размеров всех элементов капсул и чистоте их поверхности, принята следующая технологическая схема изготовления капсул для тонкостенного титанового лейнера (рисунок 8.10).

## 8.2.2 Выбор критериев оценки работоспособности гранульного титанового сплава при сложноподвижном циклическом нагружении

Металлический лейнер работает в условиях сложноподвижного 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 двусное подвижное 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. Например, в случае одноосного растяжения при выполнении условия

$$\sigma_{11} = \sigma_B, \quad (8.1)$$

в материале наступает предельное состояние, так как далее он не в состоянии воспринимать нагрузку, т.е. он теряет несущую способность. Наряду с модулем упругости, коэффициентом Пуассона, пределом текучести величина  $\sigma_B$  является технической характеристикой материала. Она часто используется при расчете и проектировании конструкций.

Одной из задач теории пластичности, является определение условий, при выполнении которых в общем случае подвижного 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*.

Условие разрушения изотропных тел удобно рассматривать в системе координат с осями  $\vec{k}_1, \vec{k}_2, \vec{k}_3$ , расположенными на октаэдрической площадке.

В этом случае применяются переменные  $Y_1, Y_2$ , определяемые формулами

$$\left. \begin{aligned} Y_1 &= (2\lambda_1 - \lambda_2 - \lambda_3) / 3\sqrt{2}, \\ Y_2 &= (\lambda_2 - \lambda_3) / \sqrt{6}, \\ Y_3 &= (\lambda_1 + \lambda_2 + \lambda_3) / 3. \end{aligned} \right\}, \quad (8.2)$$

Здесь  $\lambda_i (i = 1, 2, 3)$  – главные напряжения. Переменная  $Y_3$  не учитывается, т.к. она связана с первым инвариантом. При этом можно получить, что

$$\left. \begin{aligned} Y_1^2 + Y_2^2 &= \frac{2I_{2d}}{3}, \\ Y_1(Y_1^2 - 3Y_2^2) &= \sqrt{2}I_{3d} \end{aligned} \right\}, \quad (8.3)$$

Геометрическая интерпретация напряженного состояния и предельной поверхности особенно наглядна для изотропного тела при использовании координат  $Y_1, Y_2, Y_3$ . Действительно, в соответствии с зависимостью (6) предельная поверхность является цилиндрической поверхностью, образующая которой перпендикулярна октаэдрической плоскости, т.е. плоскости  $Y_3 = 0$ . Линия пересечения этой поверхности с октаэдрической плоскостью, называемая следом предельной поверхности.

Цилиндрическая поверхность должна быть замкнутой, поскольку материал переходит в предельное состояние при любом нагружении, исключая гидростатическое.

## Критерий разрушения Треска – Сен – Венана

В соответствии с этим условием разрушение в точке тела начнется, если наибольшее из главных касательных напряжений достигнет некоторого предельного значения  $C$ . Аналитическое выражение этого условия можно представить так

$$\text{Max}(\tau_{12}, \tau_{23}, \tau_{13}) = C, \quad (8.4)$$

$$\text{где } \tau_{12} = \frac{|\lambda_1 - \lambda_2|}{2}, \quad \tau_{13} = \frac{|\lambda_1 - \lambda_3|}{2}, \quad \tau_{23} = \frac{|\lambda_2 - \lambda_3|}{2}, \quad (8.5)$$

Постоянная  $C$  определяется из опытов на чистый сдвиг. Полагая для касательного напряжения  $\sigma_{12} > 0$ , получим  $\lambda_1 = \sigma_{12}$ ,  $\lambda_2 = 0$ ,  $\lambda_3 = -\sigma_{12}$ . Тогда  $\tau_{13} = \sigma_{12}$ ,  $\tau_{12} = \tau_{23} = \sigma_{12} / 2$ . Отсюда следует, что  $\sigma_{12} = \tau_8$ . Таким образом, величина  $C$  имеет физический смысл предела прочности при сдвиге.

В случае одноосного растяжения будем иметь  $\lambda_1 = \sigma_{11} > 0$ ,  $\lambda_2 = \lambda_3 = 0$ . Здесь получим  $\tau_{12} = \tau_{13} = \sigma_{11} / 2$ ,  $\tau_{23} = 0$ . Т.е, разрушение начнется, если выполнится условие  $\sigma_B / 2 = \tau_B$ . Таким образом, для изотропного тела должна выполняться зависимость

$$\sigma_B = 2\tau_B, \quad (8.6)$$

Для того, чтобы определить форму предельной поверхности, соответствующую условию Треска – Сен – Венана, выразим величины  $\tau_{12}$ ,  $\tau_{13}$ ,  $\tau_{23}$  через главные напряжения и получим

$$\left. \begin{aligned} |Y_1 - Y_2 / \sqrt{3}| &= \sqrt{2}\sigma_B / 3, \\ |Y_1 + Y_2 / \sqrt{3}| &= \sqrt{2}\sigma_B / 3, \\ |Y_2| &= \sigma_B / \sqrt{6}. \end{aligned} \right\}, \quad (8.7)$$

Зависимости на октаэдрической плоскости задают замкнутую кусочно-линейную кривую, образующую правильный шестиугольник (рисунок 8.11). В данном случае предельная поверхность – боковая поверхность правильной шестиугольной призмы, грани которой перпендикулярны октаэдрической плоскости.

Покажем, что одноосному растяжению соответствует точка  $A$ . Пусть  $\lambda_1 = \sigma_{11} > 0$ ,  $\lambda_2 = \lambda_3 = 0$ . Тогда в силу  $Y_2 = 0$  будем иметь  $Y_1 = \sqrt{2}\sigma_{11}/3$ . Эти соотношения определяют путь нагружения 1 на рисунке 8.11, который пересечет поверхность разрушения в точке  $A$ , т.е. получим условие разрушения при одноосном растяжении.

Решив аналогичную задачу для чистого сдвига, получим точку  $B$ . Действительно, пусть  $\sigma_{12} > 0$  и  $\lambda_1 = \sigma_{12}$ ,  $\lambda_2 = 0$ ,  $\lambda_3 = -\sigma_{12}$ . Тогда  $Y_1 = \sigma_{12}/\sqrt{2}$ ,  $Y_2 = \sigma_{12}/\sqrt{6}$ , и, следовательно, должно выполняться равенство

$$Y_2 = Y_1 / \sqrt{3}, \quad (8.8)$$

Это соотношение определяет траекторию нагружения 2 (рисунок 8.11), наклоненную под углом  $30^\circ$  к направлению, задаваемому ортом  $\bar{k}_1$ . Она пересечет поверхность разрушения в точке  $B$ . Поскольку  $\sigma_{12} > 0$ ,  $\tau_{12} = \tau_{23}$  и  $\tau_{13} > \tau_{12}$ , то используем соотношение

$$Y_1 + Y_2 / \sqrt{3} = \sqrt{2}\sigma_s / 3, \quad (8.9)$$

Исключив в (10) и (11) величину  $Y_2$ , получим условие разрушения при чистом сдвиге  $\sigma_{12} = \sigma_s / 2$ . Координаты точки  $B$  таковы:

$$Y_1 = \sigma_s / (2\sqrt{2}), \quad Y_2 = \sigma_s / (2\sqrt{6}), \quad (8.10)$$

Рассмотрим критерий Треска – Сен – Венана для плоского напряженного состояния, полагая, что  $\lambda_3 = 0$ . Тогда следует

$$\text{Max} (|\lambda_1 - \lambda_2|, |\lambda_1|, |\lambda_2|) = \sigma_{11T}, \quad (8.11)$$

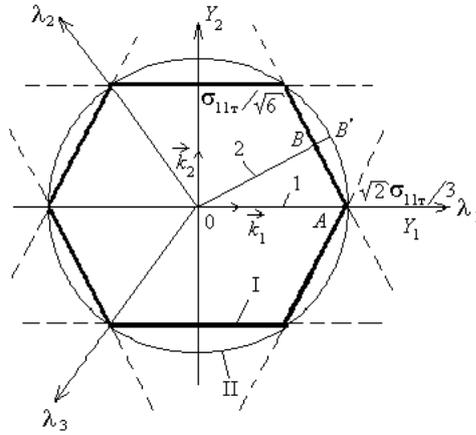


Рисунок 8.11 – След предельной поверхности на октаэдрической площадке

Это условие равносильно следующим трем соотношениям:

$$\begin{aligned} \lambda_1 \lambda_2 > 0, \quad |\lambda_1| > |\lambda_2|, \quad |\lambda_1| = \sigma_B; \\ \lambda_1 \lambda_2 > 0, \quad |\lambda_2| > |\lambda_1|, \quad |\lambda_2| = \sigma_B; \quad , \\ \lambda_1 \lambda_2 < 0, \quad |\lambda_2 - \lambda_1| = \sigma_B. \end{aligned} \quad (8.12)$$

На плоскости главных напряжений  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  им соответствует замкнутая кусочно-линейная кривая (рисунок 8.11).

### Критерий разрушения Хубера-Мизеса

Разрушение в точке твердого тела начнется тогда, когда касательное напряжение на октаэдрической площадке достигнет некоторого предельного значения, т.е. при

$$|S| = k, \quad (8.13)$$

Учитывая, что  $|S|^2 = 2I_{2d} / 3$ , можно показать, что условие (8.13) эквивалентно условию

$$(\lambda_1 - \lambda_2)^2 + (\lambda_1 - \lambda_3)^2 + (\lambda_2 - \lambda_3)^2 = 9k^2, \quad (8.14)$$

Получим условия разрушения для случаев чистого сдвига и одноосного растяжения. При чистом сдвиге ( $\sigma_{12} > 0$ ,  $\sigma_1 = \sigma_{12}$ ,  $\sigma_2 = 0$ ,  $\sigma_3 = -\sigma_{12}$ ) из (8.14) следует

$$\tau_b = \sqrt{3/2} k, \quad (8.15)$$

Соответственно для одноосного напряженного состояния ( $\sigma_1 = \sigma_{11} > 0$ ,  $\sigma_2 = \sigma_3 = 0$ ) будем иметь

$$\sigma_b = 3/\sqrt{2} k. \quad (8.16)$$

Из (8.15) и (8.16) вытекает следующее соотношение

$$\sigma_b = \sqrt{3} \tau_b \quad (8.17)$$

С помощью равенств (8.15) и (8.16) по данным эксперимента может быть определен параметр  $k$ .

Используя переменные  $Y_1$  и  $Y_2$ , аналитическому выражению условия Хубера-Мизеса можно придать такой вид

$$F(Y_1, Y_2, C_k) = Y_1^2 + Y_2^2 - k^2 = 0, \quad (8.18)$$

В системе координат с осями  $\vec{k}_1, \vec{k}_2, \vec{k}_3$  это выражение задает круговую цилиндрическую поверхность, образующая которой перпендикулярна октаэдрической плоскости. Линией пересечения этой поверхности с октаэдрической плоскостью является окружность радиусом  $k = \sqrt{2}\sigma_b/3$ . Из этого вытекает, что данная окружность является описанной вокруг правильного шестиугольника, соответствующего условию Треска – Сен – Венана, как это показано на рисунке 8.12.

Для плоского напряженного состояния (при  $\sigma_3 = 0$ ) будем иметь

$$\sigma_1^2 - \sigma_1\sigma_2 + \sigma_2^2 = \sigma_B^2, \quad (8.19)$$

Это уравнение является уравнением эллипса на плоскости  $\sigma_1 - \sigma_2$ , большая ось которого повернута на угол  $45^\circ$  относительно оси абсцисс, как это показано на рисунке 8.12.

В практических приложениях условие Хубера – Мизеса часто формулируется с помощью величины  $\sigma_i$ , называемой интенсивностью напряжений, или эквивалентным напряжением. Она определяется по следующей формуле  $\sigma_i = \sqrt{3I_{2d}}$ . (8.20)

С учетом (8.14) можно записать

$$\sigma_i^2 = \frac{1}{2} [(\lambda_1 - \lambda_2)^2 + (\lambda_1 - \lambda_3)^2 + (\lambda_2 - \lambda_3)^2], \quad (8.21)$$

Из этого следует, что интенсивность напряжений связана с компонентами тензора напряжений следующей зависимостью

$$\sigma_i^2 = \frac{1}{2} [(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{11} - \sigma_{33})^2] + 3(\sigma_{12}^2 + \sigma_{13}^2 + \sigma_{23}^2). \quad (1.22)$$

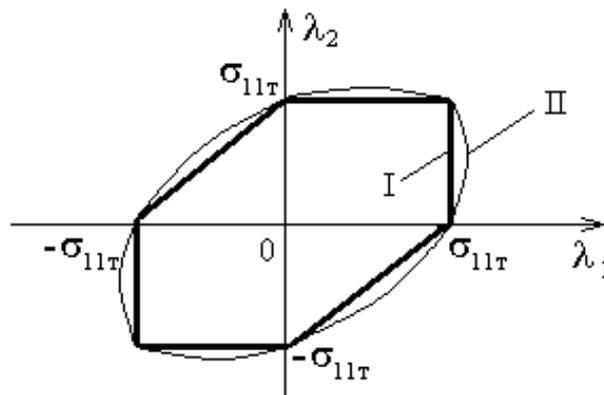


Рисунок 8.12 – Предельные кривые при плоском напряженном состоянии

*Интенсивность напряжений является обобщенной характеристикой*

напряженного состояния в точке деформируемого твердого тела.

Получим выражение для интенсивности напряжений в частных случаях нагружения. При плоском напряженном состоянии, когда  $\sigma_{13} = \sigma_{23} = \sigma_{33} = 0$ , будем иметь

$$\sigma_i^2 = \sigma_{11}^2 - \sigma_{11}\sigma_{22} + \sigma_{22}^2 + 3\sigma_{12}^2, \quad (8.23)$$

В соответствии, с чем для одноосного напряженного состояния (при  $\sigma_{12} = \sigma_{22} = 0$ ) получим

$$\sigma_i = |\sigma_{11}|. \quad (8.24)$$

Для чистого сдвига, т.е. при  $\sigma_{12} = \sigma_{22} = 0$ , следует

$$\sigma_i = \sqrt{3}|\sigma_{12}|. \quad (8.25)$$

С учетом выше изложенного условие Хубера – Мизеса можно записать кратко

$$\sigma_i = \sigma_B \quad (8.26)$$

Отсюда следует равносильная формулировка данного условия: разрушение в точке деформируемого твердого тела начнется тогда, когда интенсивность напряжений станет равной пределу прочности при растяжении.

Следует отметить, что условия разрушения *Треска – Сен – Венана* и *Хубера – Мизеса* приводят к разным количественным результатам. Кроме этого, в случае чистого сдвига по условию Хубера – Мизеса получим точку  $B'$  со следующими координатами  $Y_1 = k \cos 30^\circ = \sigma_B / \sqrt{6}$ ,  $Y_2 = k \sin 30^\circ = \sigma_B / (3\sqrt{2})$ . Эти координаты отличаются от полученных ранее для точки  $B$ . Исследования показывают, что для металлов условие Хубера – Мизеса описывает экспериментальные данные лучше, чем условие Треска – Сен – Венана.

Таким образом, для оценки работоспособности гранульного титанового сплава при сложнапряженном циклическом нагружении выбран критерий разрушения Хубера – Мизеса, по которому конструкция считается работоспособной, если выполняется условие

$$\frac{|\sigma_{i^*} - \sigma_b|}{\sigma_b} \cdot 100 \leq 10\% , \quad (8.27)$$

где  $\sigma_b$  - предел прочности титанового сплава ВТ6.

### **8.2.3 Изготовление технологической оснастки для раскатки капсул. Разработка режимов раскатки, обеспечивающих заданное качество поверхности. Проведение опытных режимов раскатки и изготовления заготовок капсул**

При изготовлении заготовок деталей капсульной оснастки тонкостенного титанового лейнера параболической формы применялся самый оптимальный в этом случае технологический способ – ротационной раскатки (вытяжки).

Ротационная вытяжка – это технический процесс последовательного изменения формы и геометрических размеров вращающейся плоской листовой заготовки по формообразующей оснастке до получения полой осесимметричной детали в соответствии с заданными техническими требованиями. Особенностью процесса ротационной вытяжки является локальный очаг деформации и заданное регламентируемое уменьшение толщины стенки исходной листовой заготовки.

Ротационная раскатка (вытяжка) листовой заготовки из стали 20, закрепленной на формообразующей оснастке производится роликами, которые перемещаются вдоль образующей оправки с заданным зазором. При их соприкосновении с заготовкой в месте контакта возникает большое удельное давление, под действием которого металл заготовки принимает форму наружной поверхности формообразующей оснастки, а наружный контур заготовки повторяет траекторию перемещения рабочей кромки ролика.

Таким образом, при ротационной вытяжке наружный контур формообразующей оснастки с определенными минимальными технологическими припусками повторяет внутренний контур получаемой заготовки.

Исходя из всего вышесказанного, разработана конструкторская документация (КД) для изготовления заготовок двух элементов капсульной оснастки гранульного лейнера – заготовка днища внутреннего 40.02 (под элемент капсулы внутренний) и заготовка днища внешнего 40.03 (под элемент капсулы внешний).

В соответствии с этой КД разработана конструкторская документация на две формообразующие оснастки – оправка для заготовки днища внутреннего 40.557.01.000 и оправка для заготовки днища внешнего 40.557.02.000.

С использованием центра ЧПУ Leaderway V630, карусельного станка Д502 и токарного станка МК 6056 изготовлены из инструментальной стали марки 5ХНМ 2 формообразующие оснастки (болванки) Ø 355x155 мм и Ø 360x133 мм, показанные на рисунке 8.13.



Рисунок 8.13 – Технологическая оснастка для раскатки элементов капсул

Проведенный на бесконтактной цифровой измерительной машине Viper-X контроль геометрии формообразующей оснастки показал высокую точность изготовления болванов ( $\pm 0,1$  мм) и их полное соответствие требованиям разработанной КД.

Технологические режимы процесса ротационной вытяжки устанавливаются из расчета обеспечения качества, соответствующего разработанной КД на

изготавливаемые детали, и высокой производительности. Машинное время при многопроходном процессе (производительность) лимитируется длиной обработки, числом проходов, величиной продольной подачи и частотой вращения шпинделя станка. При реализации процесса ротационной вытяжки следует стремиться к работе с большими подачами, максимально допустимой частотой вращения заготовки и минимальным числом проходов, не забывая о необходимости обеспечения заданных характеристик обрабатываемой детали.

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.

На овальность и прямолинейность, равно как и на разностенность готовой детали оказывает влияние исходная разностенность заготовки и неравномерность механических свойств в ее различных продольных сечениях.

Для получения деталей высокого качества по указанным параметрам необходимо использовать заготовки, полученные механической обработкой с последующей термической обработкой. При многопроходной вытяжке термообработку целесообразно проводить перед окончательным проходом.

Для осуществления процесса ротационной вытяжки используемое оборудование должно развивать усилие, достаточное для преодоления сопротивления обрабатываемого материала пластическому деформированию. На практике определение силовых параметров сводят к определению трех составляющих результирующего усилия: радиальной, осевой и тангенциальной. Тангенциальная составляющая определяет требуемую мощность привода вращения и крутящий момент на шпинделе станка. По осевой составляющей определяют необходимое усилие, развиваемое механизмом продольной подачи, а радиальная составляющая должна учитываться при определении усилия механизма радиального перемещения роликов.

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.

Раскатной (давилый) ролик изготовлен из высококачественной быстрорежущей стали ХВГ с последующей термообработкой до твердости 62-65 HRC. Технические характеристики станка представлены в таблице 8.1.

Таблица 8.1 - Технические характеристики станка ротационной вытяжки Leifeld- SC-307

№п/п	Наименование параметров	Характеристика
1	Диаметр круглой заготовки	≤ 700 мм
2	Межцентровое расстояние	до 800 мм
3	Продольное перемещение суппорта	до 400 мм
4	Поперечное перемещение суппорта	до 250 мм
5	Продольное усилие суппорта	до 22 кН
6	Поперечное усилие суппорта	до 20 кН
7	Ход выталкивателя	до 200 мм

8	Ход пиноли задней бабки	до 450 мм
9	Число оборотов	Плавное регулирование от 300 до 3800 об/мин.
10	Шпиндель	DIN 55027, размер 6
11	Габариты (ДхШхВ)	3800х2200х2500 мм
12	Масса станка	6000 кг

Таким образом, 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 8.14).



Рисунок 8.14 – 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).

Таким образом, режимы раскатки обеспечили заданное качество поверхностей заготовок элементов капсул.

**8.2.4 Изготовление опытной партии гранул титанового сплава. Отработка режимов засыпки, дегазации капсул с гранулами. Отработка режимов ГИП, проведение режимов термообработки компактных заготовок тонкостенных элементов лейнера, оценка структуры и механических свойств. Разработка методики и проведение испытаний элементов лейнера**

**8.2.4.1 Изготовление опытной партии гранул титанового сплава. Отработка режимов засыпки, дегазации капсул с гранулами**

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 8.2.

Таблица 8.2 – 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
Основная	5,5-7,0	4,2-6,0	0,10	0,30	0,15	0,20	0,05	0,02	0,30

*Отработка режимов засыпки капсул*

Одним из важнейших этапов технологии получения компактной гранульной заготовки является заполнение (засыпка) капсул гранулами, т.к. плотность и равномерность распределения гранул внутри тонкостенного засыпаемого объема влияет впоследствии на форму и геометрию конечной заготовки, и следовательно, на качество получаемого изделия.

Плотность засыпки объема капсулы материалом в виде гранул относительно плотности самого материала определяется по формуле:

$$\rho_{\text{отн.}} = (P \cdot 100) / (V \cdot \rho), \quad (8.28)$$

где  $\rho_{\text{отн.}}$  - плотность засыпки материала в виде гранул (%),  $\rho$  - плотность материала ( $\text{г/см}^3$ ),  $P$  - вес гранул в капсуле (г),  $V$  - объём капсулы ( $\text{см}^3$ ).

Отработка режимов засыпки проводилась на изготовленной из стали 12X18H10T модельной капсуле (рисунок 8.15), имитирующей тонкостенный элемент лейнера с внутренним засыпным объемом  $16,2 \text{ см}^3$  и толщиной засыпаемого гранулами слоя  $1,5 \text{ мм}$ .



Рисунок 8.15 – Модельная капсула, имитирующая тонкостенный элемент лейнера

Перед засыпкой на платформенных весах ВП-150 определен вес пустой капсулы. После каждой засыпки модельной капсулы проводилось контрольное взвешивание капсулы, заполненной гранулами, и расчет плотности засыпки гранул.

Засыпной материал – гранулы титанового сплава ВТ6.

При засыпке гранулами объема капсулы без виброуплотнения в свободном потоке плотность засыпки не превышает  $52 \%$  по причине не заполненных пространств в верхних углах капсулы, т.к. все сыпучие материалы характеризуются углом естественного откоса  $\alpha$ , образуемым линией естественного откоса (отвала) с горизонтальной плоскостью.

Этот угол характеризует состояние динамического равновесия во время засыпки и зависит от сил трения, возникающих при перемещении гранул относительно друг друга и сил сцепления между ними.

Отработка режима засыпки гранулами модельной капсулы (рисунок 8.15) с виброуплотнением проведена на вибростенде. Изменяя частоту колебаний вибростола, определен оптимальный (37 Гц) режим засыпки гранулами титанового сплава ВТ6 фракционным составом (+40 - 100) мкм модельной капсулы с толщиной засыпаемого гранулами слоя 1,5 мм.

При этом режиме засыпки с виброуплотнением достигается максимальная плотность гранул ( $63 \pm 2$ ) % при равномерном распределении гранул внутри объема капсулы.

### **Отработка режимов дегазации капсул с гранулами**

Следующий важный этап технологии получения компактной заготовки – дегазация, т.е. обеспечение максимального удаления химически активных газов с поверхностей гранул и капсулы, в которую они засыпаются, а так же из межгранульного пространства в засыпанной гранулами капсуле.

Отработка режимов дегазации гранул проведена на установке СНВ-6.12/13И1. При отработке использовали гранулы титанового сплава ВТ6, засыпанные в модельные капсулы (Ø 90x200) мм (рисунок 8.16) и (Ø 27x200) мм (рисунок 8.17).



Рисунок 8.16 – Модельная капсула (Ø 90x200) мм, засыпанная гранулами ВТ6, с преобразователем ПМТ-2



Рисунок 8.7 – Модельная капсула (Ø 27x200) мм

Исследования по удалению газов из межгранульного пространства в массе засыпанных в капсулу гранул без их нагрева (т.н. «холодная» дегазация в вакууме) проведены при использовании модельной капсулы (Ø 90x200) мм с преобразователем ПМТ-2.

Цель исследований - выявление зависимости давления газов в массе гранул титанового сплава ВТ6 фракционным составом (+40 – 100) мкм от высоты слоя засыпанных гранул.

При исследовании выявлено, что высота засыпки сказывается только в начальный период вакуумирования, а уже через (4,5 – 5,0) часов давление в нижнем слое при максимальной высоте засыпки достигает предельного значения  $(1,2 - 1,3) \times 10^{-2}$  мм рт.ст. при рабочем давлении в камере  $4 \times 10^{-5}$  мм рт.ст.

Исследования по выявлению зависимости скорости нагрева неподвижной массы гранул, засыпанных в капсулу, от массы и толщины засыпанного гранулами слоя показали, что время нагрева гранул в вакууме значительно увеличивается при увеличении диаметра капсулы, т.е. толщины засыпанного гранулами слоя и их массы. Выравнивание температуры в массе гранул с температурой капсулы 350 °С происходило:

- в модельной капсуле (Ø 27x200) мм - через 43 минуты;
- в модельной капсуле (Ø 90x200) мм - через 13 часов 20 минут.

Исходя из полученных результатов, оптимальным режимом дегазации гранул титанового сплава ВТ6 фракционным составом (+40 – 100) мкм является их термическая дегазация в подвижном тонком слое при одновременной засыпке капсулы с ее последующей герметизацией.

Для этого в установке СНВ-6.12/13И1 установлен лоток, находящийся в зоне термического воздействия нагревателей установки, поверхность которого нагревается до (350-400) °С. Гранулы в вакууме тонким слоем скатываются с лотка через гибкий засыпной шланг в засыпаемую капсулу (рисунок 8.18), также нагретую до (350-400) °С.

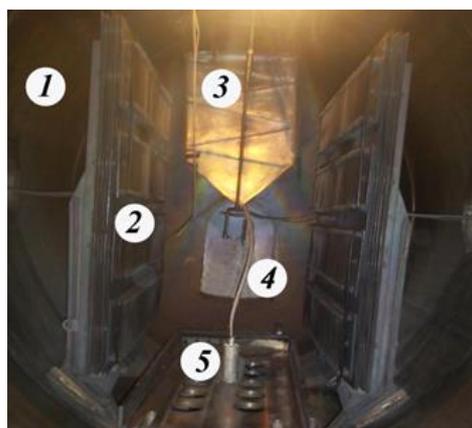


Рисунок 8.18 – Схема расположения пересыпного лотка в установке СНВ-6.12/13И1 при термической дегазации гранул в подвижном слое: 1 – камера установки СНВ- 6.12/13И1; 2 – нагреватели; 3 – пересыпной лоток; 4 – засыпной шланг; 5 – модельная капсула

Основными преимуществами технологии термической дегазации капсул и гранул в подвижном тонком слое являются:

- удаление газов из межгранульного пространства при засыпке капсулы;
- предварительный прогрев и дегазация внутренних поверхностей капсулы перед засыпкой и во время засыпки гранулами капсулы;
- нагрев рабочей поверхности пересыпного лотка до (350-400) °С при засыпке гранул титанового сплава ВТ6 (фракция (+40-100) мкм) с производительностью до 20 кг/час обеспечивает прогрев засыпаемых в капсулу гранул до (200-300) °С и достаточно полное удаление адсорбированных газов с их поверхности.

#### **8.2.4.2 Обработка режимов ГИП. Проведение режимов термообработки компактных заготовок тонкостенных элементов лайнера, 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.

## **Проведение режимов термообработки компактных заготовок**

Режимы термообработки заготовок элементов лайнера проводились на тонких образцах эмитирующих стенку лайнера, засыпанных гранулами сплава ВТ6, фракции (+40 – 100 мкм). Капсулы для проведения режимов термообработки указаны на рисунке 8.19.



Рисунок 8.19 – Капсула для изготовления тонких образцов

Режимы термообработки:

- 1) отжиг 750 °С, выдержка 2 ч, охлаждение на воздухе
- 2) 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 8.20.

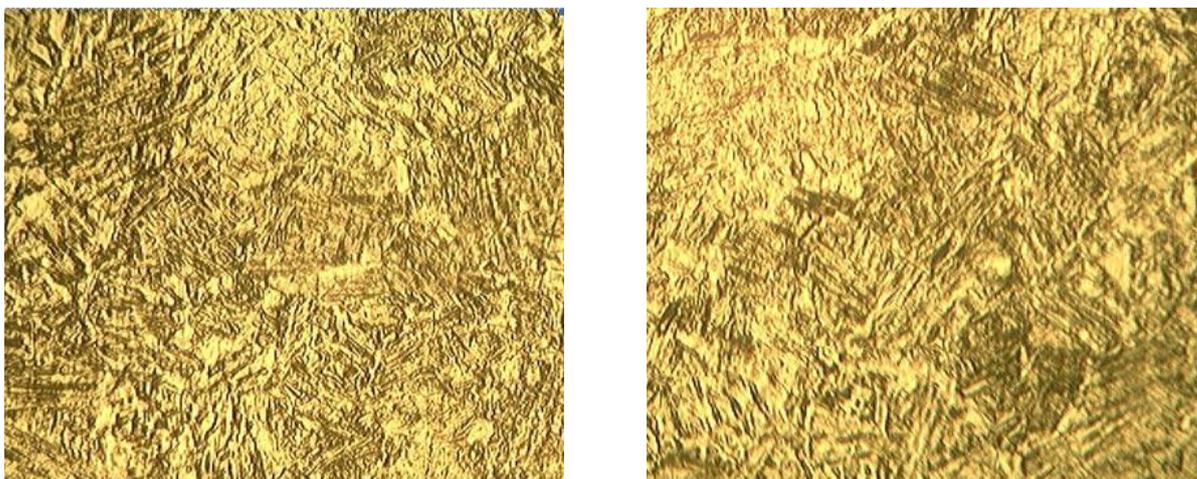


Рисунок 8.20 – Микроструктура титанового сплава ВТ6, увеличение x100

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 8.3.

Таблица 8.3 – Результаты механических испытаний заготовок элементов лайнера 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

На рисунке 8.21 представлены образцы для механических испытаний.



Рисунок 8.21 – Образец для механических испытаний до и после испытаний

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

**Рекомендации по достижению наилучшей совместимости титанового гранульного лайнера и углепластиковой силовой оболочки**

Основной рекомендацией по повышению весового совершенства проектируемого баллона является повышение модуля упругости углепластика силовой оболочки.

Для изготовления баллона с гранульным титановым лайнером целесообразно использовать высококомодульные волокна. Это приводит к резкому снижению напряжений в титановом гранульном лайнере, и, начиная с некоторого значения модуля упругости углепластика (в данной работе рассматривались композиты с модулем упругости в направлении армирования до 185 ГПа, что позволяет решить данную проблему) приведет к тому, что лайнер будет работать в пределах упругости. Последнее и должно считать окончательной целью проектных работ в области металлокомпозитных баллонов высокого давления с титановым гранульным лайнером.

### **8.2.4.3 Разработка технологического процесса, изготовление опытного образца бесшовного гранульного лейнера, проведение испытаний. Определение эксплуатационных характеристик, в том числе газопроницаемости, при длительном нагружении**

*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 8.22



Рисунок 8.22 – 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.

Лейнер на стенде проверки на герметичность представлен на рисунке 8.23.



Рисунок 8.23 – Стенд проверки на герметичность лейнера

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

*Экспериментальные методики*

Определение газопроницаемости при длительном нагружении контролировали пневмогидравлическим аквариумным способом.

Сущность заключается в том, что изделие, которое заполнено газом под избыточным давлением, погружают в жидкость. Газ, выходящий в местах течей из изделия, вызывает образование пузырей в жидкости, которые собираются колоколом, погруженным в воду, в мензурку. Таким образом, удастся определить величину утечек в единицу времени. Схема испытательного стенда представлена на рисунке 8.24

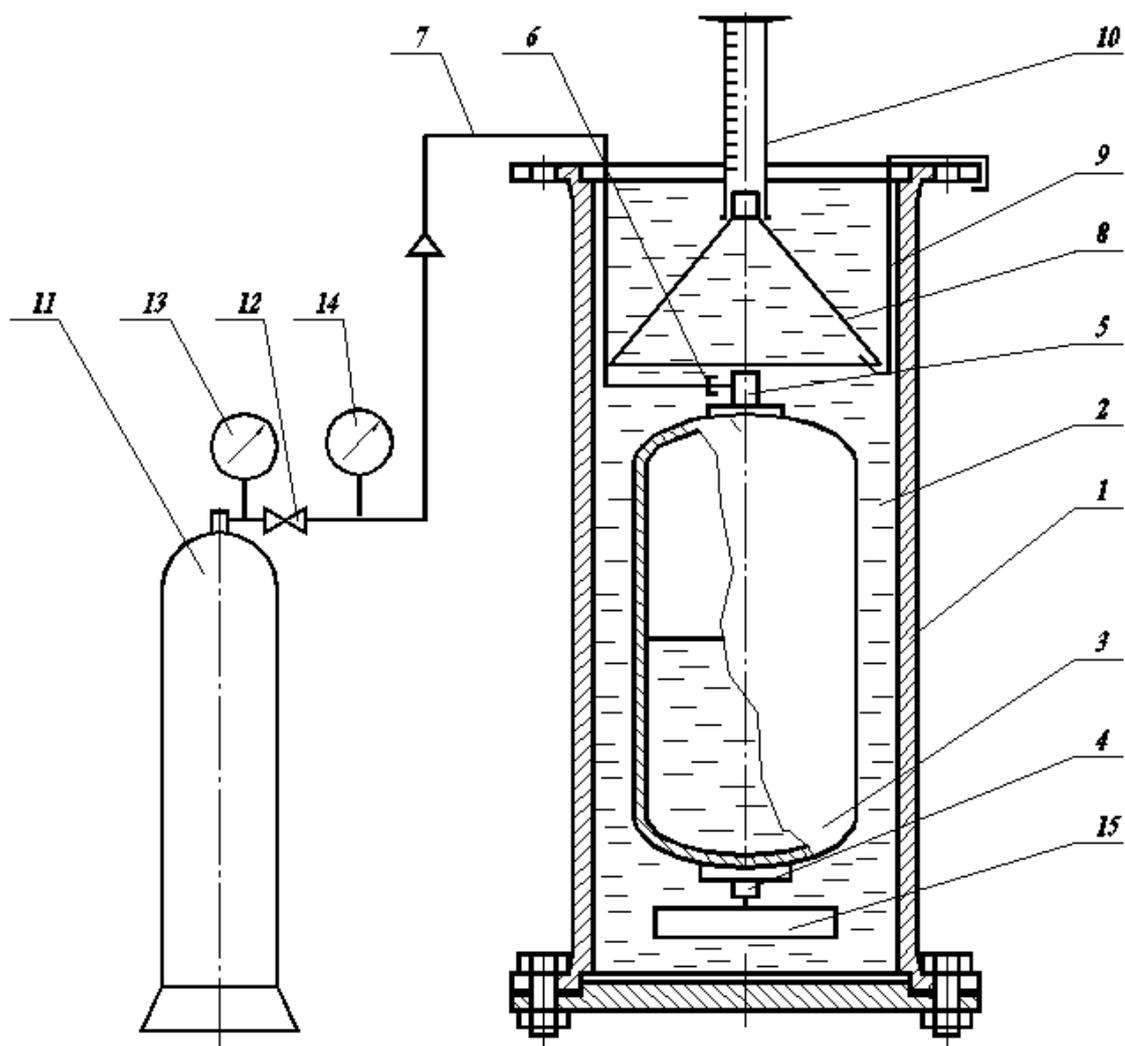


Рисунок 8.24 – Установка для испытаний баллонов на газопроницаемость:  
 1 – броневанна, 2 – вода, 3 – лейнер, 4 – заглушка лейнера, 5 – штуцер баллона, 6 – накидная гайка, 7 – газовый трубопровод, 8 – сборник газа в виде воронки, 9 – три крюка, равномерно расположенных по окружности, 10 – мерная колба, 11 – баллон газа высокого давления, 12 – вентиль газового баллона высокого давления, 13 – манометр, контролирующий давление в газовом баллоне, 14 – манометр, контролирующий давление в испытываемом лейнере, 15 – груз

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.

Испытания проводили следующим образом. К заглушке (4) лейнера (3) крепили груз (15). К штуцеру баллона (5) присоединяли с помощью накидной гайки (6) газовый трубопровод (7). Резьбовые соединения дополнительно герметизировали герметиком силиконовым «Момент» ТУ 2257-054-89589540-2009. В броневанну (1) заливали воду (2) и лейнер опускали в воду. Лейнер фиксировали таким образом, чтобы его ось совпадала с осью броневанны. Пузырьки воздуха, выделявшиеся на поверхности оболочки лейнера из воды, удалялись при помощи кисточки. На три крюка (9), равномерно расположенных по окружности опускался конический сборник газа (8) таким образом, чтобы его выходная горловина находилась в воде. Стеклянная мерная колба объемом 0,5 л заполнялась водой и в перевернутом виде одевалась на выходную горловину сборника газа. Газовый трубопровод присоединяли к вентилю (12) газового баллона высокого давления (11). Открывая вентиль газового баллона, испытываемый лейнер наддувался до заданного давления. Давление в газовом баллоне контролировали при помощи манометра (13), а давление в испытываемом лейнере – манометром (14). Газ, проходящий через оболочку испытываемого лейнера и всплывавший в воде в виде пузырьков, собирался коническим сборником, попадал в мерную колбу и вытеснял из нее воду, что позволяло фиксировать объем проникающего через оболочку газа по времени.

*Определение газопроницаемости при длительном нагружении двух заготовок лейнера*

Испытаниям газопроницаемость подвергались лейнеры №№ 1 и 2. Испытываемые лейнеры заполнялись гелием при давлении 1,0 МПа. Для экономии газа и уменьшения плавучести лейнеров они заливались водой на  $\frac{1}{2}$  внутреннего объема.

Результаты испытания лейнера №№ 1 и 2 приводятся в таблицах 8.4 и соответственно 8.5.

Таблица 8.4 – Результаты испытаний на газопроницаемость лейнера №1

Интервал времени, ч	Давление, МПа	Изменения объема в мерной колбе, мл
0	1,0	0
19,000	1,0	0
26,000	1,0	0
43,000	1,0	0
50,000	1,0	0
67,000	1,0	0
74,000	1,0	0

Таблица 8.5 – Результаты испытаний на газопроницаемость лейнера №2

Интервал времени, ч	Давление, МПа	Изменение объема в мерной колбе, мл
0	1,0	0
66,000	1,0	0
73,000	1,0	0
90,000	1,0	0
97,000	1,0	0
114,000	1,0	0
121,000	1,0	0
138,000	1,0	0

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

*Другие эксплуатационные характеристики гранульного титанового лейнера*

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 «Чибис-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».

### 8.3 ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1 Разработаны 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, 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 лейнера».

2 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 лейнеров и баллонов высокого давления.

5 Разработана технологическая схема изготовления капсул для тонкостенного титанового лейнера, обеспечивающая заданную точность, которая определена в конструкторской документации ( $\pm 0,6$  мм). Для оценки работоспособности гранульного титанового сплава при сложнапряженном циклическом нагружении выбран критерий разрушения Хубера-Мизеса, по которому конструкция считается работоспособной, если выполняется условие

$$6 \frac{|\sigma_{i^*} - \sigma_b|}{\sigma_b} \cdot 100 \leq 10\% ,$$

где  $\sigma_b$  - предел прочности титанового сплава ВТ6.

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 лейнера ( $\sigma_B, \sigma_{0,2}$ ) из титанового сплава ВТ6 соответствуют требованиям ОСТ 92-9465-90 на титановый сплав ВТ6.

## 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 плазмотрона; 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<sub>3</sub>Al отсутствует до температуры 1580<sup>0</sup>С, что свидетельствует о перспективности сплава ИНГК5, как материала работоспособного при температурах выше 1250<sup>0</sup>С. По результатам работы выпущено ТУ «Заготовки опытных деталей из сплава на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al» № ТУ 1798 - 438 - 56897835 – 2008.

11. Разработана комплексная технология ПМ, сочетающая механодиспергирование и механосинтез интерметаллидных сплавов на основе соединения Ni<sub>3</sub>Al, 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<sub>3</sub>Al-Cr».

12. Разработаны инновационные технологии изготовления базового тонкостенного бесшовного топливного бака из гранулированного титанового сплава BT 23 и бесшовного лейнера методом металлургии гранул из титанового сплав BT 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 лейнера».

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 лейнеров и баллонов высокого давления.

14. Разработана технологическая схема изготовления капсул для тонкостенного титанового лейнера, обеспечивающая заданную точность, которая определена в конструкторской документации ( $\pm 0,6$  мм). Для оценки работоспособности гранульного титанового сплава при сложнопеременном 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 лейнера ( $\sigma_B$ ,  $\sigma_{0,2}$ ) из титанового сплава ВТ6 соответствуют требованиям ОСТ 92-9465-90 на титановый сплав ВТ6.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

### к Введению

1. 50 лет впереди своего века (1946-1996г.г.) // М.: «Российское космическое агентство» 1998г., 255 с.
2. Белов А.Ф. Metallургия гранул – новый путь повышения качества конструкционных материалов // Вестник АН СССР. 1975, №5, с. 74-84.
3. Гарибов Г.С. Metallургия 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. Каблов Е.Н. Литые лопатки газотурбинных двигателей // М., «МИСИС», 2001г., 632 с.
7. Reed R.C. The Superalloys. Fundamentals and Applications // U.K. Cambridge, “University Press”, 2008. – 372 p.
8. Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина: научно-технический сборник под ред. Каблова Е.Н. // М., «Наука», 2006г., 272 с.
9. 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.
10. Ильин А.А., Колачев Б.А., Полькин И.С. Титановые сплавы. Справочник // М., «ВИЛС-МАТИ», 2009г. - 520 с.
11. Ночовная Н.А., Анташев В.Г., Алексеев Е.Б. Проблемы повышения ресурсных характеристик жаропрочных титановых сплавов // Технология легких сплавов. 2008г., № 3, с. 28-33.

12. 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.

13. А.М. Глезер. Принципы создания многофункциональных конструкционных материалов // Успехи физических наук. 2012, т. 182, № 5, с. 559-566.

14. Столяров В.В., Прокофьев Е.А., Прокошкин С.Д., Добаткин С.В., Трубицина И.Б., Хмелевская И.Ю., Пушкин 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.

#### **к Главе 1**

1.1. ГОСТ 17359-82, Порошковая металлургия. Термины и определения.

1.2. Раковский В.С., Саклинский В.В. Порошковая металлургия в машиностроении. М.: Машиностроение. 1973.

1.3. Металлические порошки и порошковые материалы: справочник. Под ред. Ю.В. Левинского. М.: ЭКОМЕТ, 2005. 520 с.

1.4. C.F. Yolton, Francis H. (Sam) Froes, Titanium Powder Metallurgy. Conventional titanium powder production, Elsevier inc. (2015) 21-31.

1.5. P. Lowenstien, Specialty metal powders by the rotating electrode process, Prog. Powder. Metall. 37 (1982).

1.6. W.T. Nachtrab, P.R. Roberts, H.A. Newborn, Powder metallurgy of advanced titanium alloys, Key Eng. Mater. 77–78 (1993) 115–140.

1.7. C.F. Yolton, Gas atomized titanium and titanium aluminide alloys, in: F.H. Froes (Ed.), P/M in Aerospace and Defense Technologies, vol. 1, MPIF, Princeton, NJ, 1990, pp. 123–131.

1.8. F.H. Froes, Titanium powder metallurgy: developments and opportunities in a sector poised for growth, powder metallurgy review, Winter 2013, Inovar Communications Ltd. 2013 pp. 27–41.

1.9. J.R. Rieken, A.J. Heidloff, I.E. Anderson, Improved fine powder production of titanium alloys using close-coupled gas atomization, Proceedings of MS&T 2013, Montreal, QC, Oct 27–31, 2013.

1.10. S. Pleir, W. Goy, B. Schaub, M. Hohmann, M. Mede, R. Schumann, EIGA-innovative production method for metal powder from reactive and refractory alloys, PM2TEC, MPIF, Princeton, NJ, 2004.

1.11. H. Shiraishi, N. Arimoto, K. Yamasaki, S. Mori, Manufacturing technique of titanium powders by gas atomizing process, *Materia Japan* 34 (6) (1995) 792–794.

1.12. M. Entezarian, F. Allaire, P. Tsantrizos, R.A.L. Drew, Plasma atomization: a new process for the production of fine, Spherical Powders, *JOM* (June 1996) 53–55.

1.13. M.I. Boulos, New frontiers in thermal plasmas from space to nanomaterials, *Nucl. Eng. Technol.* 44 (1) (February 2012) 1–8.

1.14. C. Suryanarayama, E. Ivanov and V.V. Boldyrev. The science and technology of mechanical alloying. *Materials Science and Engineering A*304-306 (2001) 151-158.

1.15. V.V. Boldyrev and K. Tkacova. Mechanochemistry of Solids: Past, Present and Prospects. *Journal of Materials Synthesis and Processing*. Vol. 8 (2000) 121-132.

1.16. E. Ivanov and C. Suryanarayama. Materials and Process Design through Mechanochemical Routes. *Journal of Materials Synthesis and Processing*. Vol. 8 (2000) 235-244.

1.17. C.C. Koch. Intermetallic matrix composites prepared by mechanical alloying – a review. *Materials Science and Engineering A*244 (1998) 39-48.

1.18. С.З. Бокштейн, С.С. Гинзбург, С.Т. Кишкин, И.М. Разумовский, Г.Б. Строганов. Авторадиография поверхностей раздела и структурная стабильность сплавов (монография). М.: «Металлургия» 1987 г. – 270 стр.

1.19. Mazdak Hashempoura\*, Hekmat Razavizadehb,1, Hamid-Reza Rezaiea, Maral Hashempour, Mohammad Ardestani, Chemical mechanism of precipitate formation and pH effect on the morphology and thermochemical co-precipitation of W–Cu nanocomposite powders, *Materials Chemistry and Physics* 123 (2010) 83–90

1.20. Z.H. Wanga,b, C.J. Choib, J.C. Kimb, B.K. Kimb, Z.D. Zhanga, Characterization of Fe–Co alloyed nanoparticles synthesized by chemical vapor condensation, *Materials Letters* 57 (2003) 3560–3564

1.21. W. Chang, G. Skandan, H. Hahn, S.C. Danforth, B.K. Kear, *Nanostruct. Mater.* 4 (1994) 345.

1.22. Логачева А.И. Аддитивные технологии для изделий РКТ: перспективы и проблемы применения // Тезисы V Международной молодежной конференции «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества», Суздаль – М.: ИМЕТ РАН, 2014, с. 138-139.

1.23. Gibson I., Rosen D.W., Stucker B. *Additive Manufacturing Technologies: Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing* – Springer Science & Business Media, 2009. – 484 p.

1.24. M.N.Ahsan, A.J. Pinkerton, R.J. Moat, J. Shackleton. *Mater. Sci. Engn.* A528 (2011) 7648-7657.

1.25. S. Morokoshi, H. Masuo, H. Yaguro, Y. Yamamoto, T. Fujikawa. *Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Materials Prepared by Additive Manufacturing Technology and HIP Process.*

1.26. H. Kato, T. Koyari, M. Tokizane and S. Miura, *Acta metal. mater.* Vol. 42, No. 4 (1994) 1351-1358.

1.27. Белов А.Ф. *Металлургия гранул – новый путь повышения качества конструкционных материалов // Вестник АН СССР.* 1975, №5, с. 74-84.

1.28. Гарибов Г.С. Металлургия гранул в авиадвигателестроении // Технология легких сплавов. 2001, №5-6, с. 138 – 148.

1.29. Фаткуллин О.Х. Современное состояние металловедения быстрозакаленных жаропрочных сплавов // Технология легких сплавов. 2005, № 1 – 4, с. 24 – 31.

1.30. 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.

1.31. 50 лет впереди своего века (1946-1996г.г.) // М.: «Российское космическое агентство» 1998г., 255 с.

1.32. 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

## **к Главе 2**

2.1. Мусиенко В.Т. Некоторые итоги разработки технологии производства гранул жаропрочных никелевых сплавов для изготовления изделий авиакосмической техники // Технология легких сплавов.– 2000.– № 6.– С. 72.

2.2. Логачева А.И., Логунов А.В., Разумовский И.М., Портной В.К., Третьяков К.В. Метод механохимического синтеза для создания нанокристаллических Nb–Al сплавов // Физика металлов и металловедение.– 2004.– Т. 97.– С. 79–84.

2.3. Голованов В.И., Логачева А.И., Логунов А.В., Разумовский И.М. Пути повышения качества гранулированных жаропрочных сплавов. Тезисы доклада // Композиционные материалы в промышленности. Материалы 25–ой международной научно–практической конференции.– Ялта, 2005.– С. 30–31.

2.4. Голованов В.И., Логачева А.И., Логунов А.В., Разумовский И.М., Тимофеев А.Н. Новые металлические материалы и технологии для объектов ракетно–космической техники. Тезисы доклада // Композиционные материалы

в промышленности. Материалы 24–ой международной научно–практической конференции.– Ялта, 2004.– С. 130.

2.5. Логачева А.И., Логунов А.В., Маринин С.Ф., Богданова Т.Г., Швагирев В.М. Получение комбинированных деталей из жаропрочных никелевых сплавов методом металлургии гранул для работы в экстремальных условиях // Материалы и покрытия в экстремальных условиях. Труды 4–й международной конференции.– Ялта, 2006.– С. 190.

2.6. Гарибов Г.С. Современный уровень развития порошковой металлургии жаропрочных никелевых сплавов // Технология легких сплавов.– 2000.– № 6.– С. 58.

2.7. Разработка перспективных технологий для жаропрочных никелевых сплавов / О.Х. Фаткуллин и др. // Технология легких сплавов.– 1999.– № 3.– С. 53.

2.8. Перспективы производства авиационно–космических материалов и процессы их обработки в начале 21 века / Г.С. Гарибов и др. // Технология легких сплавов.– 2002.– № 4.– С. 106.

2.9. ТЕХНИЧЕСКИЙ ОТЧЕТ №07–01/398–2005 по исследованию гранульных компактированных заготовок из сплава марки ЭП741НП изготовленных ОАО «СМКомпания» и ОАО «Композит».

2.10. Каблов Е.Н. Основы направления развития материалов для авиакосмической техники XXI века // Перспективные материалы.– 2000.– № 3.– С. 27.

2.11. Технический отчет. «Исследование гранулированных компактных заготовок из сплава ЭП741НП производства ОАО «Композит» и АО «Ступинская металлургическая компания»»– 2004

2.12. ОТЧЕТ «Исследование структуры и механических свойств материалов комбинированной заготовки – имитатора «диск со свариваемой проставкой» (ЭП741НП+АЖК) и разработка мероприятий по повышению стабильности технологии их изготовления» , ФГУП МППП «Салют», ООО «ЛНТ», ОАО «Композит» – 2006

2.13. Научно–технический отчет «Создание нового класса свариваемых жаропрочных гранулированных сплавов на никелевой основе применительно к деталям ТНА ЖРД (диски, рабочие колеса, ротора, крыльчатки, сопловые аппараты и т. д.) в обеспечение изделий типа «Ангара», «Протон», «Союз», «Русь», «Синева»» НИОКР «Гранула» –2003

2.14. Береснев А.Г., Логачева А.И., Логунов А.В. Проблемы и перспективы применения металлургии гранул для ракетно–космической техники // Двигатель.– 2008.– № 2.– С. 8–10.

2.15. Новые технологии расширяют области применения порошковой продукции / О.П. Кулик и др. // Порошковая металлургия.– 2001.– № 5–6.– С. 123.

2.16. Schaefer D.L., Trombino C.J. // International J. of P/M.–2003.– V. 39.– № 5.– P. 31.

2.17. Гарибов Г.С. Металлургия гранул в авиадвигателестроении // Технология легких сплавов. – 2001.– № 5–6.– С. 138.

2.18. Жаропрочные эвтектические сплавы / С.Т. Кишкин, Н.В. Петрушин, И.Л. Светлов // Авиационные материалы на рубеже 20–21 веков. Сборник.– М.:ВИАМ, 1994.– С. 253.

2.19. Бокштейн С.З., Гинзбург С.С., Кишкин С.Т., Разумовский И.М., Строганов Г.Б. Авторадиография поверхностей раздела и структурная стабильность сплавов.– М.: Металлургия, 1987.– 272 с.

2.20. Пономарев Ю.И., Кистэ Н.В., Кляцкин А.С., Мельников Н.А. // Обработка легких и специальных сплавов.–М.: ВИЛС, 1996.– С. 419.

2.21. Морозова Г.И. // ДАН СССР.– 1991.– Т. 320.– № 6.– С. 1413 – 1416.

2.22. Аношкин Н.Ф. // Металлургия гранул.– М.: ВИЛС, 1993.– вып. 6.– С. 15.

2.23. Технические условия. Заготовки литые шлифованные из сплава ЭП741НП для распыления, ТУ 1798 –399–56897835–2006.

2.24. Белов А.Ф. Новые металлургические процессы – путь к повышению качества и эффективности использования металлов // Известия АН СССР. Металлы.– 1981.– № 3.– С. 4–9.

2.25. Голованов В.И., Логачева А.И., Логунов А.В., Разумовский И.М. Повышение качества жаропрочных сплавов, получаемых методом металлургии гранул: анализ технологических мероприятий // Труды 4-й международной конференции. МГУ 2005г.– М: Знание, 2005.– С. 356–359.

### **к Главе 3**

3.1. Каблов Е. Н. Литые лопатки газотурбинных двигателей // - М.: МИСИС. 2001г. - 632 с.

3.2. S. T. Sims, N. S. Stoloff and W. C. Hagel, eds, Superalloys II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power // New-York, John Willey and Sons, 1987.

3.3. Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина: научно-технический сборник под ред. Каблова Е.Н. // - М.: Наука, 2006. – 272 с.

3.4. Корнилов И. И. Уточнение некоторых вопросов физико-химической теории жаропрочности сплавов. Сб. Легирование и свойства жаропрочных сплавов // - М.: Наука, 1971. с. 3-13.

3.5. 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.

3.6. Логунов А. В., Разумовский И. М., Ларионов В. Н., Оспенникова О. Н., Поклад В. А., Рубан А. В., Разумовский В. И. Жаропрочные никелевые сплавы, получаемые методом монокристалльного литья, для деталей перспективных двигателей // Перспективные материалы. 2008. №2. С. 10-18.

3.7. Киттель Ч. Введение в физику твердого тела // М., Наука, 1978г. – 792 с.

3.8. Солонина О. П., Глазунов С. Г. Жаропрочные титановые сплавы // М., Металлургия, 1976. - 448 с.

3.9. Ильин А. А., Колачев Б. А., Польшкин И. С. Титановые сплавы. Справочник // - М.: ВИЛС-МАТИ, 2009. - 520 с.

3.10. Бокштейн С. З., Гинзбург С. С., Кишкин С. Т., Разумовский И. М., Строганов Г. Б. Авторадиография поверхностей раздела и структурная стабильность сплавов // - М.: Металлургия, 1987. - 272 с.

3.11. Береснев А. Г., Разумовский И. М., Логунов А. В., Логачева А.И. Порошковые и гранульные материалы (обзор) // Технология металлов. 2009. №12. С. 24-37.

3.12. Reed R. C. The Superalloys. Fundamentals and Applications // U.K. Cambridge, "University Press", 2008. – 372 p.

3.13. Береснев А. Г., Разумовский В. И., Логачева А. И., Разумовский И. М. Универсальная система легирования жаропрочных сплавов переходными металлами с высокой энергией когезии // Конструкции из композиционных материалов. 2014. № 1. С. 33 - 36.

3.14. Разумовский В. И., Береснев А. Г., Разумовский И. М., Бутрим В. Н., Логачева А. И. Исследование влияния химического состава на свойства жаропрочных никелевых сплавах методами электронной теории // Конструкции из композиционных материалов. 2011. № 4. С. 71 - 76.

3.15. Береснев А. Г., Разумовский В. И., Лозовой А. Ю., Логачева А. И., 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.

3.16. Razumovskiy V. I., Lozovoi A. Y., Razumovskii I. M. First-principles-aided design of a new Ni-base superalloy: Influence of transition metal alloying elements on grain boundary and bulk cohesion // Acta Materialia. 2015. V. 82, P. 369-377.

3.17. Rice J. R., Wang J. S. Embrittlement of interfaces by solute segregation // Mater. Sci. Eng. A. 1989. V. 107. P. 23 – 40.

3.18. Lozovoi A. Y., Paxton A. T. Boron in copper: A perfect misfit in the bulk and cohesion enhancer at a grain boundary // *Phys. Rev. B*. 2008. V. 77. 165413.

3.19. Razumovskiy V. I., Lozovoi A. Y., Razumovskii I. M., Ruban. Analysis of the alloying system in Ni-base superalloys based on ab initio study of impurity segregation to grain boundaries // *Advanced materials research*. 2011. V. 278. P. 192-197.

3.20. Логачев И. А., Разумовский В. И., Разумовский И. М., Косырев К. Л., Логачева А. И. Разработка теоретической процедуры оценки сбалансированности химического состав жаропрочного титанового сплава нового поколения и создание на этой основе методики оптимизации составов титановых сплавов // *Титан*. 2012. № 4. С. 27-31.

3.21. Caron P. High  $\gamma'$  – solvus new generation nickel-based superalloys for single turbine blade application // In: T. M. Pollock, R. D. Kissinger, R. R. Bowman, K. A. Green, M. McLean, S. Olson, J. J. Schirra (Eds.), *Superalloys 2000*, TMS (The Metall. Society of AIME), 2000. P. 737.

3.22. Каблов Е. Н., Петрушин Н. В. Компьютерный метод конструирования литейных жаропрочных никелевых сплавов. Сб. Литейные жаропрочные сплавы под ред. Каблова Е.Н. // - М.: Наука, 2006. С. 56 – 78.

3.23. Логунов А. В., Логачев А. В., Логачева А. И. 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.

3.24. Логунов А. В., Шмотин Ю. Н. Современные жаропрочные сплавы для дисковых газовых турбин // - М.: Наука и технологии, 2013. – 264 с.

3.25. Бокштейн С. З., Болберова Е. В., Игнатова И. А., Кишкин С. Т., Разумовский И. М. Влияние величины несоответствия параметров решеток

фаз на диффузионную проницаемость // Физика металлов и металловедение. 1985. Т. 59. № 5. С. 936-942.

3.26. Петрушин Н. В., Игнатова И. А., Логунов А. В., Самойлов А. И., Разумовский И. М. Исследование влияния размерного несоответствия периодов кристаллических решеток фаз на жаропрочность // Известия АН СССР. Металлы. 1981. № 6. С. 154 – 159.

3.27. Morinaga M., Yukawa N., Adachi H., Ezaki H. New PHACOMP and its application to alloy design // Superalloys 1984, ed. Warrendale, USA, PA, TMS (The Metall. Society of AIME), 1984, P. 523-532.

3.28. Blavette D., Duval P., Letellier L., Guttman M. Atomic-scale APFIM and TEM investigation of grain boundary microchemistry in Astroloy nickel-based superalloy // Acta Materialia. 1996. V. 44. P. 4995-5005.

3.29. Lemarchand D., Cadel E., Chambrelan S., Blavette D. Investigation of grain-boundary structure-segregation relationship in N18 nickel-based superalloy // Philosophical Magazine 2002. V. 82A. P.1651-1669.

3.30. Береснев А. Г., Логунов А. В., Логачева А. И., Таран П. В., Логачев А. В., Разумовский И. М. Жаропрочный гранулированный сплав на основе никеля // Бюллетень изобретений. 2010. № 11. Патент РФ № 2386714.

3.31. Eylon D., Fijishiro S., Postans P. J., Froes F. H. High-temperature titanium alloys. A Review // Journal of Metals. 1984, November. P. 55-62.

3.32. 32. Колачев Б. А., Елагин В. И., Ливанов В. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов // - М.: МИСИС. 2005. - 432 с.

3.33. Ночовная Н. А., Анташев В. Г., Алексеев Е. Б. Проблемы повышения ресурсных характеристик жаропрочных титановых сплавов // Технология легких сплавов. 2008. № 3. С. 28-33.

3.34. Береснев А. Г., Кобелева В. Г., Логунов А. В., Логачева А. И., Логачев А. В., Разумовский И. М., Соколов В. С. Жаропрочный титановый сплав // Бюллетень изобретений. 2010. № 22. Патент РФ № 2396366.

3.35. Логачев И. А. Исследование режима легирования и процесса плавки жаропрочного титанового сплава СТ6У с целью совершенствования технологии и повышения служебных характеристик готового изделия. Автореферат дис. канд. техн. наук // - М.: МИСИС. 2014. - 26 с.

3.36. Логачев И. А., Мельников С. А., Лукьянова Н. А. Разработка и получение лигатур для сложнолегированных титановых сплавов с повышенным содержанием тугоплавких элементов // Титан. 2014. № 1. С. 21-24.

#### **к Главе 4**

6.1 Хачин В.Н., Пушин В.Г., Кондратьев В.В. Никелид титана: структура и свойства // Москва: изд. Наука, 1992. 161 с.

6.2 Wayman С.М. Phase Transformations, Nondiffusive // In “Physical Metallurgy” V. 2, Eds. R. Cahn and P. Haasen. - The Netherlands: Elsevier Science, 1996, pp. 1507-1554.

6.3 Колачев Б.А., Елагин В.И., Ливанов В.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов // Москва: изд. МИСИС, 2005. 432 с.

6.4 Valiev R.Z. Nanostructuring of Metals by Severe Plastic Deformation for Advanced Properties // Nature Materials 2004. v. 3, p. 511.

6.5 Дюпин А.П., Куранова Н.Н., Пушин В.Г., Валиев Р.З. Влияние интенсивной пластической деформации кручением на структуру и свойства сплавов на основе никелида титана с эффектами памяти формы // Известия РАН. Серия физическая. 2008. т.72, №4, с. 583.

6.6 Глезер А.М. Принципы создания многофункциональных конструкционных материалов нового поколения // Успехи физических наук. 2012. т. 182, № 5, с. 559.

6.7 Валиев Р.З. Создание наноструктурных металлов с уникальными свойствами, используя интенсивные пластические деформации // Российские нанотехнологии. 2006. т. 1, № 1-2, с. 208.

6.8 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.

6.9 Pushin V.G., Valiev R.Z., Zhu Y.T., Gunderov D.V., Kuntsevich T.E., Kourov N.I., Uksusnicov A.N., Yurchenko L.I. Effect of severe plastic deformation on behavior of TiNi-shape memory alloys // Materials Trans. 2006. v. 47, p. 694.

6.10 А.Г. Береснев, И.М. Разумовский, А.В. Логунов, А.И. Логачева. Порошковые и гранульные материалы для ракетно-космической техники (обзор) // Технология металлов. 2009, №12, 24.

6.11 Бочвар Г.А. Формирование структуры титановых сплавов в литом состоянии и пути ее оптимизации // Технология легких сплавов. 2005, № 1 – 4, с. 45.

6.12 Гарибов Г.С. Металлургия гранул в авиадвигателестроении // Технология легких сплавов. 2001. № 5-6, с. 138.

6.13 Фаткуллин О.Х. Современное состояние металловедения быстрозакаленных жаропрочных сплавов // Технология легких сплавов. 2005, № 1 – 4, с. 24.

6.14 Быков Ю.Г., Разумовский И.М. Исследование влияния дисперсности микроструктуры на механические свойства жаропрочного никелевого сплава // Перспективные материалы. 2010, №1, с. 10.

6.15 Воробьев Н. А., Борзцовская К. М., Бармина Т. И. Механические свойства и структура дисков из гранулированного сплава ВТЗ-1 // Metallurgia сплавов. Сб. статей, вып. 2, ВИЛС, 1984, с. 176.

6.16 Бармин Ю. К., Кудрявцев А. С., Привалова Т. М., и др. Оценка уровня свойств заготовок из гранул альфа-сплавов титана // Metallurgia сплавов. Сб. статей, вып. 2, ВИЛС, 1984, с. 183.

6.17 Согришин Ю. П., Борзцовская К. М., Бармина Т. И. и др. Исследование деформируемости в изотермических условиях и качества

компактных заготовок из гранул титановых сплавов // *Металлургия сплавов. Сб. статей, вып. 2, ВИЛС, 1984, с. 194.*

## **к Главе 5**

5.1. Ерманок М.З.и др. Современные достижения металлургии гранул и технологии биметаллических деталей и деталей сложной формы // *Технология легких сплавов.– 2000.–№ 6.– С. 78.*

5.2. Логачева А. И., Логунов А. В., Маринин С. Ф., Богданова Т. Г., Швагирев В. М. Получение комбинированных деталей из жаропрочных никелевых сплавов методом металлургии гранул для работы в экстремальных условиях // *Материалы и покрытия в экстремальных условиях. Труды 4-й международной конференции.– Ялта, 2006.– С. 190.*

5.3. Гарибов Г. С. Металлургия гранул в авиадвигателестроении // *Технология легких сплавов.– 2001.– № 5–6.– С. 138.*

5.4. Береснев А. Г., Логунов А. В., Логачева А. И., 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 // *Деформация разрушения материалов и наноматериалов. Сборник статей по материалам 2-й международной конференции.–М: ИМЕТ, 2007.– С. 296–298.*

5.5. Самаров В. Н., Быков Ю. Г., Ларионов В. Н., Логунов А. В., Логачева А. И., Кратт Е. П., Хомяков Е. И. Некоторые аспекты технологии изготовления цельносварного ротора КВД // *Авиация и космонавтика–2007. Тезисы докладов 6-ой международной конференции.– М.: МАИ, 2007.– С. 49.*

5.6. Техническое задание № ИКТ-261/12 на ОКР «Разработка методики и проведение испытаний трубных элементов из титанового сплава, полученных методом гранульной металлургии, при сложном напряженном состоянии» (ОКР «Лабиринт-ИКТ»).– М: ОАО «Комполит», 2012.– 5 с.

5.7. Балабух Л.И., Алфутов Н.А., Усюкин В.И. Строительная механика ракет.– М.: Высшая школа, 1984.– 391 с.

5.8. Феодосьев В.И. Сопротивление материалов.– М.: Наука, 1986.– 512 с.

## **к Главе 6**

6.1. Итоговый научно-технический отчет ОАО «Композит» по ОКР "Комплекс ДУ", раздел 9 «Разработка: состава и технологии изготовления сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$ , технологий изготовления модельных деталей из гранул методом горячего изостатического прессования» № 932-836-Т301/03-9.6-0115-030-2005

6.2. Патент на изобретение «Сплав на основе интерметаллида  $Ni_3Al$  и изделие, выполненное из него», ОАО «Композит», RU № 2297467 С1

6.3. Технический отчет по эт. 4.1. № 932-836-Т103/06-4.1-0102-001-2006 «Определение оптимальных условий выплавки слитков-электродов. Выплавка слитков-электродов из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  и их механическая обработка для распыления на установках УЦР. Получение гранул методом центробежного распыления вращающегося электрода, определение их гранулометрического и химического составов»

6.4. Технический отчет по эт. 4.2. № 932-836-Т103/06-4.2-0102-012-2006 «Изготовление капсул, засыпка их гранулами, дегазация и герметизация капсул с гранулами. Получение компактных заготовок методом горячего изостатического прессования (ГИП). Оценка структуры и механических свойств материала после ГИП. Оценка свариваемости сплава»

6.5. Акт предварительных испытаний опытной модели конической камеры из интерметаллида  $Ni_3Al$  № 6-06/204, ФГУП «ИЦ им. М. В. Келдыша»

6.6. Акт предварительных испытаний опытной модели конической камеры из интерметаллида  $Ni_3Al$  после термообработки № 6-06/251, ФГУП «ИЦ им. М. В. Келдыша»

6.7. «Методика испытание сплава на основе соединения  $Ni_3Al$  (ИНГК5) на свариваемость» № 1-2007, ЗАО «ПО «Астротехника»

6.8. Технический отчет по эт. 4.3. № 932-836-T103/06-4.3-0102-022-2006 «Выбор и проведение режимов термообработки по схеме «закалка + старение». Изготовление образцов, оценка структуры и механических свойств компактных заготовок после термообработки. Выбор оптимального режима термообработки. Разработка технологического процесса изготовления заготовок из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$ »

6.9. Технологический процесс на изготовление заготовок из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  (Комплект документов) № 932-0102-10ТП, ОАО «Композит»

6.10. Технический отчет по эт. 4.4. № 932-836-T103/06-4.4-0102-08-2007 «Получение гранул на установке УЦР и компактных заготовок материала методом ГИП. Экспериментальное определение оптимальных условий горячего деформирования материала после ГИП. Изготовление образцов, оценка структуры и механических свойств горячедеформированных заготовок»

6.11. Технический отчет по эт. 4.5. № 932-836-T103/06-4.5-0102-14-2007 «Выбор и проведение оптимального режима горячей деформации (ГД). Изготовление образцов, оценка структуры и механических свойств горячедеформированных заготовок»

6.12. Технический отчет по эт. 4.6. № 932-836-T103/06-4.6-0102-27-2007 «Выбор и проведение режимов термообработки горячедеформированных заготовок. Изготовление образцов, оценка структуры и механических свойств горячедеформированных заготовок после термообработки. Выбор оптимального режима термообработки. Разработка технологического процесса изготовления заготовок из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$ »

6.13. Технологический процесс изготовления заготовок из сплава на основе интерметаллидного соединения  $Ni_3Al$  (Комплект документов) № 932 – 0102 - 12 ТП – 2007, ОАО «Композит»

6.14. Технический отчет по эт. 4.7. № 932-836-T103/06-4.7-0102-34-2008 «Выбор метода (ГИП или ГИП+ГД) и изготовление опытных деталей из сплава на основе соединения  $Ni_3Al$ »

6.15. «Методика испытания сплава на основе соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$  (ИНГК5) в условиях воздействия на него высокотемпературного потока газовой смеси» № 6-06/189-2007, ФГУП «ИЦ им. М. В. Келдыша»

6.16. Акт испытаний сплава ИНГК5 № 6-06/277-2007, ФГУП «ИЦ им. М. В. Келдыша»

6.17. Акт огневых испытаний сплава ИНГК5 № 6-06/241-2008, ФГУП «ИЦ им. М. В. Келдыша»

6.18. Технические условия «Заготовки опытных деталей из сплава на основе соединения  $\text{Ni}_3\text{Al}$ » № ТУ 1798 - 438 - 56897835 – 2008, ОАО «Композит»

### **к Главе 7**

7.1. Suryanarayana. C. Mechanical alloying and milling. // Progr.in Mat. Sci. (2001) v. 46, p. p. 64

7.2. Eckert, I. Borner //Nanostructure formation and properties of ball-milled NiAl intermetallic compound//Mat. Sci. and Eng. A 239–240 (1997) 619–624

7.3. L. Z. Zhou, J. T. Guo, G. S. Li, L. Y. Xiong, S. H. Wang, C. G. Li Investigation of annealing behavior of nanocrystalline NiAl// Materials & Design, Vol. 18, Nos. 4r6, pp. 373-377, 1997

Для служебного пользования  
Экз № 4

ГОСТ 3.1105-2011 Форма 2

Дубл.		
Взам.		
Подл.	10/05/14	В.В. 2009/14

01100.15900	56	1
-------------	----	---

Федеральное космическое агентство

ОАО «Композит»	102.013А.000	932.	01101.15900
Лейнер Г-Б-ВТ6			

СОГЛАСОВАНО

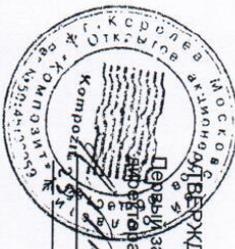
Директор Института новых  
металлургических технологий

«26» 08 В. Н. Булрим  
2014 г.

СОГЛАСОВАНО

Директор по экологии, охране труда и  
промышленности

«08» 08 В. И. Казаков  
2014 г.



«08» 08 А. Н. Тимофеев  
2014 г.

Комплект документации

на технологический процесс изготовления образцов бесшовного гранульного лейнера

Государственный контракт с Федеральным космическим агентством № 836-Т509/11 от 04.04.2011 г.  
Шифр: ОКР "Материал"(Высна), этап 4, направление 1

Начальник отдела 0102 – зам. директора ИНМТ

«15» 08 А. И. Логачева  
2014 г.

Начальник отдела – главный метролог

«21» 08 А. В. Шакин  
2014 г.

Начальник отдела ОТК – главный контролер качества

«22» 08 А. Ю. Лысцев  
2014 г.

Начальник БНИОС – 8

«18» 08 Е. Ю. Гаврючин  
2014 г.

Начальник отдела – главный технолог

«24» 08 В. Г. Наумов  
2014 г.

ТЛ

0102.091.00-14.досх	В. 1.0	1
---------------------	--------	---

Уч. № 0100-017 ДСП

Для служебного пользования  
Экз № 4

ГОСТ 3.1105-2011 Форма 2

Дубл.			
Взам.			
Подл.	Муром	В.В.	2014

01100.15900	56	1
-------------	----	---

Федеральное космическое агентство

ОАО «Композит»	102.013А.000	932.
Лейнер ГЪ-ВТ6		01101.15900

СОГЛАСОВАНО

Директор Института новых  
металлургических технологий

№ 26 " 08 " 2014 г.  
В. Н. Бутрим

СОГЛАСОВАНО

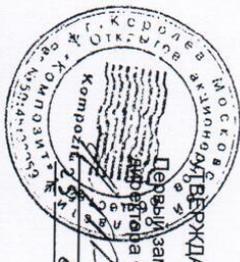
Директор по экологии, охране труда и  
промышленности

№ 08 " 08 " 2014 г.  
В. И. Казаков

МУ. ВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального  
директора ОАО «Композит»

№ 08 " 08 " 2014 г.  
А. Н. Тимофеев



Комплект документации

на технологический процесс изготовления образцов бесшовного гранульного лейнера

Государственный контракт с Федеральным космическим агентством № 836-Т509/11 от 04.04.2011 г.  
Шифр: ОКР "Материал" (Высн), этап 4, направление 1

Начальник отдела 0102 – зам. директора ИНМТ

№ 15 " 08 " 2014 г.  
А. И. Логачева

Начальник отдела – главный метролог

№ 21 " 08 " 2014 г.  
А. В. Шакин

Начальник отдела ОТК – главный контроллер качества

№ 22 " 08 " 2014 г.  
А. Ю. Лысцев

Начальник БНИОС – 8

№ 18 " 08 " 2014 г.  
Е. Ю. Гаврючин

Начальник отдела – главный технолог

№ 24 " 08 " 2014 г.  
В. Г. Наумов

ТЛ

0102.091.00-14.доск	V. 1.0	1
---------------------	--------	---

Уч. № 0100-017 ДСП

Дубл.									
Взам.									
Подл.									

ОАО «Композит»									
Базовый тонкостенный топливный бак из гранулированного титанового сплава BT23									

Открытое акционерное общество «Композит»

**УТВЕРЖДАЮ**  
 Первый заместитель генерального директора  
 ОАО «Композит»  
 А. Н. Тимофеев  
 \_\_\_\_\_  
 2009

КОМПЛЕКТ ДОКУМЕНТОВ  
 на технологический процесс изготовления базового тонкостенного топливного бака из гранулированного титанового сплава BT23

№ 932 - 0102 - 13 ТП - 2009

(Государственный контракт с Федеральным космическим агентством от 03.03.2007 № 836-Т420/07 Шифр: ОКР "Сфера - М", этап 9)

Директор института новых  
 металлургических технологий  
 В. Н. Бутрим

Начальник отдела 0102  
 А. И. Логачева

Начальник БНИОС-8  
 А. А. Зотов

Ведущий инженер  
 С. А. Воробьева

2009г.

ТЛ



Для служебного пользования

Дубли	Взам.	Подл.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	Экз. №	
							Лист	№ докум.
							Изм.	№ докум.
							Подп.	Дата
							932.0102.068.00-2012 ТП	43
								1

ОАО "КОМПОЗИТ"  
932.0102.068.00-2012 ТП

Трубные элементы

СОГЛАСОВАНО

Директор института новых  
металлургических технологий  
"14" "09" 2012 г. В.Н. Бурым

СОГЛАСОВАНО

Директор по экологии, охране труда и  
промышленности  
"14" "09" 2012 г. В.И. Казаков

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального  
директора ОАО "Композит"  
"14" "09" 2012 г. А.Н. Гимрфеев



КОМПЛЕКТ ДОКУМЕНТОВ на технологический процесс изготовления трубных элементов

Начальник БНИОС-8  
"14" "09" 2012 г. А.А. Зотов

Главный метролог  
"14" "09" 2012 г. А.В. Шакин

Начальник отдела 0102  
"14" "09" 2012 г. А.И. Логачева

Главный технолог  
"14" "09" 2012 г. С.В. Игнатов

ТП

Дубл.					
Взам.					
Подл.					

Для служебного пользования  
Экз. №

Лист	№ докум.	Подп.	Дата	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
	932.0102.068.00-2012 ТП			43			1

ОАО "КОМПЗИТ"	Трубные элементы	932.0102.068.00-2012 ТП
------------------	------------------	-------------------------

СОГЛАСОВАНО

Директор института новых  
металлургических технологий

"14" 09 2012 г. В.Н. Бутрим

СОГЛАСОВАНО

Директор по экологии, охране труда и  
промышленности

"14" 09 2012 г. В.И. Казаков

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального  
директора ОАО "Композит"

"14" 09 2012 г. А.Н.Г. Имфеев



**КОМПЛЕКТ ДОКУМЕНТОВ  
на технологический процесс изготовления трубных элементов**

Начальник БНИОС-8

"14" 09 2012 г. А.А. Зотов

Главный метролог

"14" 09 2012 г. А.В. Шакин

Начальник отдела 0102

"14" 09 2012 г. А.И. Логачева

Главный технолог

"14" 09 2012 г. С.В. Игнатов

ТЛ



Для служебного пользования  
Экз № 1

Дубл.	Взам.	Подл.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

932.0102.066.00-11 ТП	44	1
-----------------------	----	---

ОАО "КОМПОЗИТ"	Заготовки сплава с ЭПФ на основе Тi	932.0102.066.00-11 ТП
-------------------	-------------------------------------	-----------------------

СОГЛАСОВАНО

Директор института новых  
металлургических технологий

" 10 " *[Подпись]* В.Н. Буtrim  
2011

СОГЛАСОВАНО

Директор по экологии, охране труда и  
промыслам

" 10 " *[Подпись]* В.И. Казяков  
2011

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального  
директора ОАО "Композит"

" 10 " *[Подпись]* А.Н. Тимофеев  
2011



## ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ПРОЦЕСС ПОЛУЧЕНИЯ ЗАГОТОВОК СПЛАВА С ЭПФ НА ОСНОВЕ Тi

(комплект документов)  
№ 836-Т493/10-1-4-0102-066-2011  
Государственный контракт с федеральным космическим агентством от 27.03.2010 № 836-Т493/10  
Шифр ОКР "Материал", этап 1.4)  
(Безоп)

Начальник отдела 0102

" 10 " *[Подпись]* А.И. Логачева  
11 2011

Главный технолог

" 10 " *[Подпись]* С.В. Иглатов  
11 2011

Начальник БНИОС

" 10 " *[Подпись]* А.А. Зотов  
11 2011

ТП



Для служебного пользования  
Экз. № 4

ГОСТ 3.1105-84 форма 2

Дубл.				
Взам.				
Подл.	48 ден	10/12		

Федеральное космическое агентство

932.0102.067.00-2012 ТП	45	1
-------------------------	----	---

ОАО "КОМПОЗИТ"	932.0102.067.00-2012 ТП
----------------	-------------------------

Замковые соединения безударного разделения

СОГЛАСОВАНО

Директор института новых  
металлургических технологий

*[Signature]*  
"ОР" *[Signature]* В.Н. Бурым  
2012 г.

СОГЛАСОВАНО

Директор по экологии, охране труда и  
проксанитарии

*[Signature]*  
"ОР" *[Signature]* В.И. Казаков  
2012 г.

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального  
директора ОАО "Композит"

*[Signature]*  
"ОР" *[Signature]* М.И. Тимофеев  
2012 г.



### ИЗГОТОВЛЕНИЯ ЗАМКОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ БЕЗУДАРНОГО РАЗДЕЛЕНИЯ (СОЕДИНЕНИЯ) С УЧЕТОМ ТЕПЛОЗАЩИТЫ

(№ 836-Т493/10

Государственный контракт с Федеральным космическим агентством от 27.03.2010 г.

Шифр ОКР "Материал" (Безон), этап 1.6)

И.о. начальника БНИОС-8  
*[Signature]*  
"ОР" *[Signature]* Е.Ю. Гаврючин  
2012 г.

Главный метролог  
*[Signature]*  
"ОР" *[Signature]* А.В. Шакин  
2012 г.

Начальник отдела 0102  
*[Signature]*  
"ОР" *[Signature]* А.И. Погачева  
2012 г.

Главный технолог  
*[Signature]*  
"ОР" *[Signature]* С.В. Игнатов  
2012 г.

ТП

Для служебного пользования  
Экз. № 4

Дубли.			
Взам.			
Подп.	<i>И.В. Дев</i>	<i>И.В. Дев</i>	<i>12.12.12</i>

Федеральное космическое агентство

932.0102.067.00-2012 ТП

45

1

ОАО "КОМПОЗИТ"					
Замковые соединения безударного разделения					
		932.0102.067.00-2012 ТП			

СОГЛАСОВАНО

Директор института новых  
металлургических технологий

*В.Н. Бутрим*  
"08" августа 2012 г.

СОГЛАСОВАНО

Директор по экологии, охране труда и  
промышленности

*В.И. Казаков*  
"08" августа 2012 г.

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального  
директора ОАО "Композит"

*И.В. Тимофеев*  
"08" августа 2012 г.

**КОМПЛЕКТ ДОКУМЕНТОВ  
на технологический процесс**

**изготовления замковых соединений безударного разделения (соединения) с учетом  
теплозащиты**

(№ 836-Т493/10

Государственный контракт с Федеральным космическим агентством от 27.03.2010 г.

Шифр ОКР "Материал"(Безон), этап 1.6)

И.О. начальника БНИОС-8  
*Е.Ю. Гаврючин*  
"08" августа 2012 г.

Главный метролог  
*А.В. Шакин*  
"08" августа 2012 г.

Начальник отдела 0102  
*А.И. Логачева*  
"08" августа 2012 г.

Главный технолог  
*С.В. Игнатов*  
"08" августа 2012 г.

ТП

Код ОКП 179829

Группа В 56  
Код ОКС 77.120.50



УТВЕРЖДАЮ  
Первый заместитель генерального  
директора ОАО «Композит»

А. Н. Тимофеев

2008 г.

**ЗАГОТОВКИ ОПЫТНЫХ ДЕТАЛЕЙ ИЗ СПЛАВА НА ОСНОВЕ  
СОЕДИНЕНИЯ  $Ni_3Al$**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

**ТУ 1798 - 438 - 56897835 - 2008**

Дата введения: 2008 - 11 - 10

Интв. №	Подпись и дата	Взам. интв. №	Интв. № дубл.	Подпись и дата

Разработано:

/Начальник отдела 0102

А. И. Логачева

Начальник БНИОС-8

А. А. Зотов

2008 г.

Код ОКП 179829

Группа В 56  
Код ОКС 77.120.50



ПРЕДТВЕРЖДАЮ  
Первый заместитель генерального  
директора ОАО «Композит»

А. Н. Тимофеев

2008 г.

## ЗАГОТОВКИ ОПЫТНЫХ ДЕТАЛЕЙ ИЗ СПЛАВА НА ОСНОВЕ СОЕДИНЕНИЯ $NI_3AL$

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ТУ 1798 - 438 - 56897835 - 2008

Дата введения: 2008 - 11 - 10

Интв. №	Подпись и дата	Взам. интв. №	Интв. № дубл.	Подпись и дата

Разработано:

Начальник отдела 0102

А. И. Логачева

Начальник БНИОС-8

А. А. Зотов

2008 г.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ КОСМИЧЕСКОЕ АГЕНТСТВО  
ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «КОМПОЗИТ»  
(ОАО «Композит»)

ОКП 147900

ОКС 49.025.99

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель  
генерального директора  
ОАО «Композит»



А. Н. Тимофеев

2014 г.

Номер госрегистрации – Ф40956

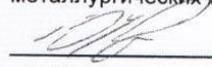
АЛЮМИНИДЫ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ  
СИСТЕМЫ Ni<sub>3</sub>Al-Cr  
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ  
ТУ 1479- 608 -56897835-2014

Дата введения –

(Госконтракт от 04.04.2011 № 836-Т509/11 с Федеральным космическим агентством  
Шифр ОКР: "Материал" (Высна), направление 2, этап 4)

РАЗРАБОТАНО

Директор Института новых  
металлургических технологий

 В. Н. Бутрим  
«22» 10 2014 г.

Начальник отдела 0102

 А. И. Логачёва  
«22» 10 2014 г.

Начальник БНИОС-8

 Е. Ю. Гаврючин  
«21» 10 2014 г.

Королев Московской области  
2014

Инв. № подл.	Подл. и дата
Взам. № подл.	Подл. и дата
Инв. № дубл.	Подл. и дата

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ КОСМИЧЕСКОЕ АГЕНТСТВО  
ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «КОМПОЗИТ»  
(ОАО «Композит»)**

ОКП 147900

ОКС 49.025.99

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель  
генерального директора  
ОАО «Композит»



*[Signature]*

А. Н. Тимофеев

\_\_\_\_\_ 2014 г.

Номер госрегистрации – Ф40956

**АЛЮМИНИДЫ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ  
СИСТЕМЫ Ni<sub>3</sub>Al-Cr  
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ  
ТУ 1479- 608 -56897835-2014**

Дата введения –

(Госконтракт от 04.04.2011 № 836-Т509/11 с Федеральным космическим агентством  
Шифр ОКР: "Материал" (Высна), направление 2, этап 4)

РАЗРАБОТАНО

Директор Института новых  
металлургических технологий

*[Signature]* В. Н. Бутрим

« 22 » 10 2014 г.

Начальник отдела 0102

*[Signature]* А. И. Логачёва

« 22 » 10 2014 г.

Начальник БНИОС-8

*[Signature]* Е. Ю. Гаврючин

« 21 » 10 2014 г.

Королев Московской области  
2014

Инв. № подл.	Подп. и дата
Взам. № подл.	Подп. и дата
Инв. № дубл.	Подп. и дата
Подп. и дата	Подп. и дата

ФЕДЕРАЛЬНОЕ КОСМИЧЕСКОЕ АГЕНТСТВО

ОАО «КОМПОЗИТ»

Код ОКП 179170

Группа В 56

Номер госрегистрации - У90638



УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального  
директора ОАО «Композит»

А. Н. Тимофеев

09 2012 г.

**ТРУБНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ  
ИЗ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ ВТ14 И ВТ23,  
ИЗГОТОВЛЕННЫЕ МЕТОДОМ МЕТАЛЛУРГИИ ГРАНУЛ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ТУ 1791- ~~539~~ - 56897835-2012

Дата введения - 2012 - 12 - 01

(Государственный контракт с Федеральным космическим агентством  
№ 836-Т473/09 от 03.04.2009, этап 11)  
шифр ОКР «Лабиринт»

РАЗРАБОТАНО

Начальник отдела  
металлургии гранул

А.И. Логачёва

Начальник группы

Е.П. Стёпкин

И.о. начальника БНИОС – 8

Е.Ю. Гаврючин

Королев Московской обл.  
2012

Инт. №. подл.	Подпись и дата
Взамен инв. №.	Инт. № дубл.
Подпись и дата	Подпись и дата

ФЕДЕРАЛЬНОЕ КОСМИЧЕСКОЕ АГЕНТСТВО

ОАО «КОМПОЗИТ»

Код ОКП 179170

Группа В 56

Номер госрегистрации - У90638



УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального  
директора ОАО «Композит»

А. Н. Тимофеев  
2012 г.

**ТРУБНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ  
ИЗ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ ВТ14 И ВТ23,  
ИЗГОТОВЛЕННЫЕ МЕТОДОМ МЕТАЛЛУРГИИ ГРАНУЛ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ТУ 1791- **539** - 56897835-2012

Дата введения - 2012 - 12 - 01

(Государственный контракт с Федеральным космическим агентством  
№ 836-Т473/09 от 03.04.2009, этап 11)  
шифр ОКР «Лабиринт»

РАЗРАБОТАНО

Начальник отдела  
металлургии гранул

  
А.И. Логачёва

Начальник группы

  
Е.И. Стёпкин

И.о. начальника БНИОС – 8

  
Е.Ю. Гаврючин

Королев Московской обл.  
2012

Инт. № дубл.	Подпись и дата
Взамен инв. №	
Инт. № подл.	Подпись и дата

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ПОЛЕЗНУЮ МОДЕЛЬ

№ 154347

**СИЛОВОЙ ЭЛЕМЕНТ ФЕРМЕННОЙ КОНСТРУКЦИИ,  
ИЗГОТОВЛЕННЫЙ МЕТОДОМ МЕТАЛЛУРГИИ ГРАНУЛ  
И КАПСУЛА ДЛЯ ЕГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ**

Патентообладатель(и): *Открытое Акционерное Общество  
"Композит" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2014419958

Приоритет полезной модели 19 мая 2014 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре полезных  
моделей Российской Федерации 27 июля 2015 г.

Срок действия патента истекает 19 мая 2024 г.

Заместитель руководителя Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

*Л.Л. Кирий*



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2396366

**ЖАРОПРОЧНЫЙ ТИТАНОВЫЙ СПЛАВ**

Патентообладатель(и): *Открытое акционерное общество "Композит" (ОАО "Композит") (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2009107424

Приоритет изобретения **02 марта 2009 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации **10 августа 2010 г.**

Срок действия патента истекает **02 марта 2029 г.**

*Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам*



*Б.П. Симонов*

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2557091

**СИЛОВОЙ ЭЛЕМЕНТ ФЕРМЕННОЙ КОНСТРУКЦИИ,  
ИЗГОТОВЛЕННЫЙ МЕТОДОМ МЕТАЛЛУРГИИ ГРАНУЛ,  
И КАПСУЛА ДЛЯ ЕГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ**

Патентообладатель(ли): *Открытое Акционерное Общество  
"Композит" (RU)*

Автор(ы): *с.м. на обороте*

Заявка № 2014119758

Приоритет изобретения 16 мая 2014 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре  
изобретений Российской Федерации 23 июня 2015 г.

Срок действия патента истекает 16 мая 2034 г.

*Врио руководителя Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

*Л.Л. Кирий*



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2555890

**ИСПОЛНИТЕЛЬНЫЙ ЭЛЕМЕНТ ЗАМКОВОГО  
УСТРОЙСТВА И СПОСОБ ЕГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ ИЗ  
СПЛАВА С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ**

Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество  
"Композит" (ОАО "Композит") (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2014107043

Приоритет изобретения **25 февраля 2014 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре  
изобретений Российской Федерации **10 июня 2015 г.**

Срок действия патента истекает **25 февраля 2034 г.**

*Врио руководителя Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

*Л.Л. Кирий*



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2574906

**УСТРОЙСТВО ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ТИТАНОВЫХ ГРАНУЛ**

Патентообладатель(ли): *Открытое Акционерное Общество "Композит" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2014136160

Приоритет изобретения **05 сентября 2014 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации **15 января 2016 г.**

Срок действия патента истекает **05 сентября 2034 г.**

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

 Г.П. Ивлиев



# РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2581545

### СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТИТАНОВЫХ ГРАНУЛ

Патентообладатель(ли): *Открытое Акционерное Общество "Композит" (RU)*

Автор(ы): *Береснев Александр Германович (RU), Логачёва Алла Игоревна (RU), Логачев Иван Александрович (RU), Степкин Евгений Петрович (RU)*

Заявка № 2014136159

Приоритет изобретения 05 сентября 2014 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 24 марта 2016 г.

Срок действия патента истекает 05 сентября 2034 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

 Г.И. Ивлиев



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2596538

**СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ТОНКОСТЕННОГО  
БЕСШОВНОГО ЛЕЙНЕРА ДЛЯ КОМПОЗИТНЫХ БАКОВ  
ИЗ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ И ЛЕЙНЕР,  
ИЗГОТОВЛЕННЫЙ ЭТИМ СПОСОБОМ**

Патентообладатель(ли): *Открытое Акционерное Общество  
"Композит" (RU)*

Автор(ы): *Тимофеев Анатолий Николаевич (RU), Логачёва Алла  
Игоревна (RU), Логачев Александр Васильевич (RU), Степкин  
Евгений Петрович (RU)*

Заявка № 2014152287

Приоритет изобретения 24 декабря 2014 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре  
изобретений Российской Федерации 10 августа 2016 г.

Срок действия патента истекает 24 декабря 2034 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

 Г.И. Ильин



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ПОЛЕЗНУЮ МОДЕЛЬ

№ 164375

**УСТРОЙСТВО ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ СФЕРИЧЕСКИХ  
ПОРОШКОВ ИЗ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО СПЛАВА**

Патентообладатель(ли): *Открытое Акционерное Общество  
"Композит" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2015112058

Приоритет полезной модели **03 апреля 2015 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре полезных  
моделей Российской Федерации **09 августа 2016 г.**

Срок действия патента истекает **03 апреля 2025 г.**

*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

 **Г.П. Ивлиев**



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2297467

**СПЛАВ НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДА  $Ni_3Al$  И  
ИЗДЕЛИЕ, ВЫПОЛНЕННОЕ ИЗ НЕГО**

Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество  
"КОМПОЗИТ" (RU)*

Автор(ы): *с.м. на обороте*

Заявка № 2005132964

Приоритет изобретения 26 октября 2005 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре  
изобретений Российской Федерации 20 апреля 2007 г.

Срок действия патента истекает 26 октября 2025 г.

Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной  
собственности, патентам и товарным знакам



A handwritten signature in black ink, appearing to read "B.P. Simonov".

Б.П. Симонов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ  
№ 2386714

**ЖАРОПРОЧНЫЙ ГРАНУЛИРОВАННЫЙ СПЛАВ НА  
ОСНОВЕ НИКЕЛЯ**

Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество  
"Композит" (ОАО "Композит") (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2008151168

Приоритет изобретения 25 декабря 2008 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре  
изобретений Российской Федерации 20 апреля 2010 г.

Срок действия патента истекает 25 декабря 2028 г.

Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной  
собственности, патентам и товарным знакам



Б.П. Симонов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2424955

**КОРПУС БЕСШОВНОГО ТОПЛИВНОГО БАКА ДЛЯ  
ИЗДЕЛИЙ РАКЕТНОЙ И КОСМИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ И  
СПОСОБ ЕГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ**

Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество  
"Композит" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

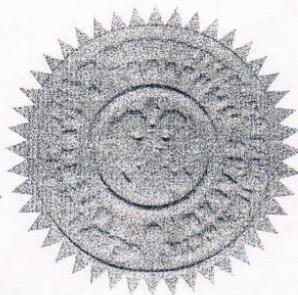
Заявка № 2010106961

Приоритет изобретения 27 февраля 2010 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре  
изобретений Российской Федерации 27 июля 2011 г.

Срок действия патента истекает 27 февраля 2030 г.

*Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной  
собственности, патентам и товарным знакам*



Б.П. Симонов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2440917

**КАПСУЛА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ БЕСШОВНОГО  
ТОПЛИВНОГО БАКА И СПОСОБ ЕЕ ИЗГОТОВЛЕНИЯ**

Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество  
"Композит" (RU)*

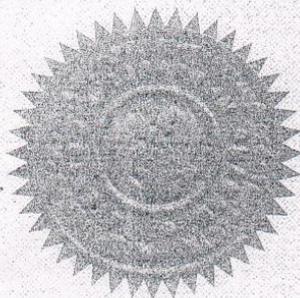
Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2010107589

Приоритет изобретения 03 марта 2010 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре  
изобретений Российской Федерации 27 января 2012 г.

Срок действия патента истекает 03 марта 2030 г.



*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

*Б.П. Симонов*

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



**ПАТЕНТ**

НА ПОЛЕЗНУЮ МОДЕЛЬ

№ 95312

**КОРПУС БЕСШОВНОГО ТОПЛИВНОГО БАКА**

Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество "Композит" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2010106962

Приоритет полезной модели **27 февраля 2010 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре полезных моделей Российской Федерации **27 июня 2010 г.**

Срок действия патента истекает **27 февраля 2020 г.**

*Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам*



*Б.П. Симонов*

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

Судоро - 11



**ПАТЕНТ**

НА ПОЛЕЗНУЮ МОДЕЛЬ

№ 95313

**КАПСУЛА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ БЕСШОВНОГО  
ТОПЛИВНОГО БАКА**

Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество  
"Композит" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2010107588

Приоритет полезной модели 03 марта 2010 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре полезных  
моделей Российской Федерации 27 июня 2010 г.

Срок действия патента истекает 03 марта 2020 г.

*Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной  
собственности, патентам и товарным знакам*



Б.П. Симонов





АКТ  
 № от «5» 08 2016 г.

**по результатам внедрения разработок Логачевой Аллы Игоревны, представленных в диссертации на соискания ученой степени доктора технических наук «Комплексная технология изготовления трубчатых тонкостенных элементов различной конфигурации методом порошковой металлургии для производства деталей из конструкционных и функциональных сплавов на основе титана и никеля для изделий ракетно-космической техники».**

При проектировании установки нового поколения «УЦРТ-9» был реализован целый ряд новых конструкторских решений, позволивший существенно расширить технологические возможности:

- широкий диапазон вращения заготовки (до 32 000 об/мин);
- введение механизма управляемого охлаждения гранул в полёте;
- широкий диапазон продольного перемещения заготовки.

Отличительной особенностью установки «УЦРТ-9» является возможность получения гранул менее 100 мкм с выходом годного от исходного электрода 75% для никелевых и 65% для титановых и интерметаллидных сплавов. Этот результат был достигнут путем введения механизма, управляемого охлаждения гранул в полете; увеличения диаметра камеры распыления; повышения мощности плазмотрона; увеличения диапазона скорости перемещения электрода; оснащения установки современной компьютерной системой для автоматизации процесса распыления.

Устройство содержит рабочую камеру, выполненную с возможностью заполнения ее инертным газом, плазмотрон для плавления вращающейся заготовки с обеспечением центробежного распыления капель расплавленного материала заготовки, компрессор с трубопроводами для непрерывной откачки инертного рабочего газа из рабочей камеры и соединенный с рабочей камерой приемный бункер для сбора гранул, при этом рабочая камера выполнена с возможностью подачи инертного газа в плазмотрон и с возможностью охлаждения материала заготовки охлажденным инертным рабочим газом, откачанным из камеры распыления, отличающиеся тем, что данная система содержит последовательно соединенные металлорукова и трубопроводы, фильтр первичной очистки, фильтр сверхтонкой очистки, холодильную установку и компрессор, выполненные с возможностью охлаждения и очистки откачанного из камеры распыления инертного рабочего газа, а также формирователь охлаждающего потока, выполненный с возможностью подачи в камеру распыления навстречу распыленным каплям расплавленного материала заготовки, охлажденного и очищенного инертного рабочего газа, откачанного из камеры распыления.

Оснащение установки современной системой управления позволило автоматизировать процесс получения гранул на базе микропроцессорных средств и оптического блока контроля, которые в реальном масштабе времени обеспечивают поддержание рабочего зазора между вращающейся заготовки и плазмотроном. Сложность

реализации измерительного канала для установок центробежного распыления заключалась в необходимости использования бесконтактного способа измерения. Поскольку объект находится в вакуумной камере, измеряемое значение является быстроизменяющейся случайной функцией времени, а наличие плазменной струи практически полностью скрывает объект измерения. Для обеспечения реализации функции измерения в данных условиях была использована цифровая видеокамера с чёрным фильтром высокой плотности. При этом полученное цифровое изображение подвергается операциям исключения засветок, бликов и избыточности посредством цифрового кадрирования, фильтрации синего и интерактивного формирования полихромного цветового профиля. Данное техническое решение позволило исключить влияние субъективных факторов на процесс получения гранул посредством закрепления нормативных технологических параметров в управляющей программе.

Следует отметить большой вклад Логачевой А.И. в развитие на предприятии методов математического моделирования процесса получения гранул. Проведённый статистический анализ фракционного состава гранул титанового сплава ВТ6 и молибдена при различных частотах вращения заготовки, помимо целого ряда технических усовершенствований, позволил разработать новые алгоритмы управления технологическим процессом.

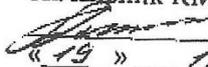
На ПАО «Электромеханика» реализован целый комплекс мероприятий на основе разработок Логачевой А.И., который позволил изготовить качественно новое технологическое специализированное оборудование для реализации следующих технологий:

- центробежное распыление быстровращающейся заготовки плазменной струёй;
- дегазация и герметизация гранул;
- цифровое производство изделий сложной геометрической формы на базе аддитивной технологии.

Технический директор



В.В. Дьяков

УТВЕРЖДАЮ  
Начальник КМП АО КБХА  
 И.М. Алипатов  
« 19 » 12 2015г.

А К Т  
приемочных испытаний узлов установки УЦР-2 подлежащих модернизации  
согласно договору № 102/13 от 20.12.2013г.

Комиссия в составе:

От КМП АО КБХА, г. Воронеж

Лавров В.В. – зам. начальника КМП

Будаев В.М. – начальник ц. 301 .

провела испытания модернизированных узлов установки УЦР-2.

От ПАО «Электромеханика» г. Ржев

Смирнов В.Г. – инженер-наладчик

Иванов В.Н. – инженер-наладчик

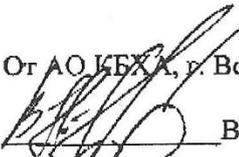
Результаты испытаний сведены в таблицу

№ п/п	Техническое требование	По ТЗ	Установлен-ное	Примечание
1.	Диаметр распыляемых электродов	70-75 мм	55 мм	Заменен заказчиком
2.	Материал распыляемых электродов*	Сплавы на основе никеля	Титан ВТ-6	Заменен заказчиком
2 <sup>а</sup>	Максимальная частота вращения электродов	24000 об/мин	24000 об/мин	
3.	Частота вращения электродов	Регулируемая	соответствует	
4.	Выход мелких гранул ( 100 мкм)	Не менее 75%	66%	
5.	Состав рабочей газовой смеси	гелий+аргон	соответствует	

Выводы комиссии:

Модернизацию установки УЦР-2 согласно договору № 102/13 от 20.12.2013г.  
считать выполненной

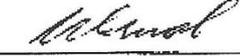
От АО КБХА, г. Воронеж

 В.В. Лавров

 В.М. Будаев

От ПАО «Электромеханика» г. Ржев

 В.Г. Смирнов

 В.Н. Иванов



«УТВЕРЖДАЮ»

Первый заместитель генерального  
директора ОАО «Композит»

Тимофеев А.Н.

2016г.

«28» 09

## ТЕХНИЧЕСКИЙ АКТ ВНЕДРЕНИЯ

от «28» 09 2016г.

Мы, нижеподписавшиеся, представители ОАО «Композит» директор Института новых металлургических технологий к.т.н. Бутрим В.Н. и главный научный сотрудник лаборатории 0101 д.ф.-м.н. Разумовский И.М. составили настоящий акт о том, что диссертационная работа Логачевой Аллы Игоревны **«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»** выполнена в ОАО «Композит» в период с 2010-2016г.г.

Усовершенствованная технология производства порошков (гранул) титановых, никелевых и интерметаллидных сплавов методом PREP с использованием оборудования нового поколения (установка «УЦРТ-9») с последующем изготовлением компактных заготовок методом ГИП, внедрена в опытное производство ОАО «Композит».

Директор Института новых  
металлургических технологий  
ОАО «Композит»

Бутрим В.Н.

Главный научный сотрудник  
лаборатории 0101

Разумовский И.М.