

На правах рукописи



ЛОГАЧЕВ ИВАН АЛЕКСАНДРОВИЧ

ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЖИМА ЛЕГИРОВАНИЯ И ПРОЦЕССА ПЛАВКИ  
ЖАРОПРОЧНОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВА СТ6У С ЦЕЛЬЮ  
СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ ТЕХНОЛОГИИ И ПОВЫШЕНИЯ СЛУЖЕБНЫХ  
ХАРАКТЕРИСТИК ГОТОВОГО ИЗДЕЛИЯ

Специальность

05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Москва – 2014

Работа выполнена на кафедре металлургии стали и ферросплавов  
Национального исследовательского технологического университета «МИСиС»

**Научный руководитель:**

доктор технических наук, профессор

**Косырев Константин Львович**

**Официальные оппоненты:**

доктор технических наук, профессор,  
ГНЦ РФ ФГУП «ВИАМ», начальник  
лаборатории

**Ночовная Надежда Алексеевна**

доктор технических наук, профессор,  
ОАО «ВИЛС», директор научного  
контрактного комплекса (НKK)

**Гарибов Генрих Саркисович**

**Ведущая организация:**

Институт металлургии и  
материаловедения им. А.А.Байкова  
(ИМЕТ РАН)

Защита состоится «25» декабря 2014 года в 10.00 на заседании  
диссертационного совета Д 212.132.02 при Национальном исследовательском  
технологическом университете «МИСиС» по адресу: 119049, г. Москва,  
Ленинский проспект, д. 6, ауд. А-305.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте  
Национального исследовательского технологического университета «МИСиС»  
- <http://misis.ru>.

Отзывы на автореферат (в 2-х экземплярах, заверенных печатью  
учреждения) отправлять по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, 4,  
Ученый совет. Копии отзывов можно присылать на email:  
[ialogachev@gmail.com](mailto:ialogachev@gmail.com).

Автореферат разослан «24» октября 2014 года.

Ученый секретарь

диссертационного совета Д 212.132.02,  
кандидат технических наук, доцент

А.В. Колтыгин

## **ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ**

### **Актуальность темы**

Титановые сплавы широко применяются в различных отраслях промышленности, в том числе жаропрочные. Исследование и разработка титановых сплавов для нужд авиационной и космической техники, включая авиационные газотурбинные и ракетные двигатели, продолжаются на протяжении более 50 лет. Первоначально масса титановых деталей составляла 5–10% от общей массы газотурбинного двигателя, в современных конструкциях весовая доля титановых сплавов составляет уже около 40%.

Разработкой и производством их занимались и занимаются такие институты и предприятия, как ФГУП «ВИАМ», ОАО «ВИЛС», ИМЕТ РАН, Корпорация «ВСМПО-АВИСМА», ОАО «СМК», «ROLLS-ROYCE PLC», «GENERAL ELECTRIC COMPANY» и др., перед которыми стоит постоянная задача повышения эксплуатационных характеристик разрабатываемых материалов.

Для изделий ракетно-космической техники (РКТ) растет необходимость снижения массогабаритного параметра, в том числе, за счет применения жаропрочных титановых сплавов вместо стали и никелевых сплавов без потери эксплуатационных свойств деталей. Таким образом, с развитием техники к титановым сплавам предъявляются все более высокие требования. Одним из таких требований к жаропрочным сплавам является повышение температуры эксплуатации до 800°C при существующем пределе до 650-700°C. Также усложняется и конфигурация деталей. Все это требует применения новых сплавов и технологий. Работа с титаном осложняется его особенностью – активной способностью взаимодействовать с газами атмосферы и многими другими химическими элементами.

Поставленная задача получения сложнопрофильных деталей из титановых сплавов может быть эффективно решена применением технологической схемы, включающей получение слитка методом традиционной металлургии и грануляцию центробежным распылением. Каждая

гранула - это микрослиток, соответствующий составу распыляемого сплава. Последующее компактирование гранул позволяет получать заготовки или детали, имеющие равномерную структуру и химический состав.

Это особенно важно для получения крупногабаритных полуфабрикатов из высоколегированных титановых сплавов, склонных к ликвации и структурной неоднородности.

Как и для любой технологии, помимо конечного продукта требуется и исходный материал. Для металлургии гранул – это слиток определенного диаметра и длины. В настоящее время основным промышленным методом производства титановых сплавов является тройной вакуумно-дуговой переплав (ВДП). В течение многих лет и до сих пор этот способ предусмотрен двигателестроителями.

Таким образом, получение качественного изделия требует решения комплексной задачи: от выбора состава сплава до выбора параметров технологических операций, обеспечивающих требуемые свойства готового изделия.

Актуальность работы подтверждается выполнением ее в соответствии с НИР по проекту Федеральная целевая программа «Разработка, восстановление и организация производства стратегических дефицитных и импортозамещающих материалов и малотоннажной химии для вооружения, военной и специальной техники на 2009-2011 годы и на период до 2015 года», раздел 1 (постановление Правительства Российской Федерации от 11 сентября 2008 г. № 658-25) по государственному контракту от 26.04.2011 № 836-М114/11 между Федеральным космическим агентством и ОАО «Композит», НИР «Селон».

### **Цель работы**

Исследование и оптимизация режимов легирования и процесса плавки жаропрочного титанового сплава СТ6У для равномерного распределения вольфрама по слитку с целью повышения служебных характеристик корпусных деталей жидкостных ракетных двигателей.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие задачи:

- оценка влияния легирующих элементов на когезивную прочность  $\alpha$  - и  $\beta$  - фаз в титановых сплавах, при необходимости обеспечить возможность дополнительного легирования сплава необходимыми элементами;
- выбор состава лигатуры, обеспечивающий качество получаемого слитка;
- выбор и отработка технологии изготовления лигатуры;
- изготовление слитка исследуемого сплава с применением выбранной лигатуры с оценкой свойств, в особенности, ликвации вольфрама;
- оценка свойств образцов сплава, полученных методом металлургии гранул.

### **Научная новизна работы:**

1. Установлена иерархия ряда легирующих элементов – Os, Tc, W, Ru, Re, Mo, Ir, Ta, Nb, Pt, Y, Pd – по их влиянию на когезивную прочность  $\alpha$  - и  $\beta$  - фаз в титановых сплавах, и показана наибольшая эффективность Os, Tc, W, Ru и Re;

2. Определены критерии, выраженные в виде соотношения элементов состава лигатуры для производства опытного сплава СТ6У, позволяющее снизить угар элементов при вакуумно-дуговой плавке и обеспечить равномерное распределение вольфрама по телу слитка для W к Al и Ti к Al, которые (соотношения элементов) находятся в следующих пределах 0,9...1,1 и 1,2...2 соответственно, что позволяет регулировать температуру плавления лигатуры и режим образования интерметаллидов;

3. Показано, что на стадии размолта лигатуры потеря легирующих элементов определяется окислением нагретых измельченных образцов при взаимодействии с атмосферой. Установлено, что размол в проточной аргонной атмосфере с его расходом в пределах 4,5-5,5 кратного рабочему объему камеры дробилки в минуту позволяет снизить температуру нагрева измельченных образцов и исключить потери элементов за счет окисления.

### **Практическая значимость работы.**

1. Разработан новый состав лигатуры Ti-(28-32)W-(28-32)Al (заявка на патент №2014113633 от 08.04.2014), применение которой позволило снизить разброс вольфрама по сечению слитка с 10% до 5% отн., что позволило получать слиток более равномерного состава и, как следствие, однородные гранулы, гарантирующие высокие свойства конечного изделия.

2. Усовершенствована конструкция щековой дробилки, обеспечивающая безокислительный размол лигатуры.

3. Разработана опытно-промышленная технология производства гранул сплава СТ6У, произведенного с использованием предложенной лигатуры (Технологический процесс «Технологический процесс №836-M114/11-1-102-065-2011 получения гранул жаропрочных титановых сплавов с фракционным составом менее 250мкм»).

4. Разработаны технические условия на сплав и гранулы (ТУ1791-516-56897835-2011 «Гранулированный жаропрочный титановый сплав СТ6У» и ТУ1791-510-56897835-2011 «Гранулы титанового сплава СТ6У»). Разработаны технические условия на компактные заготовки типа «корпус» из жаропрочного титанового сплава СТ6У (№ 1715-585-56897835-2013).

5. Результаты работы использованы при получении компактных заготовок типа «корпус» из жаропрочного титанового сплава СТ6У для изделий ФГУП «КБХимМаш».

### **Апробация работы**

Основные результаты работы докладывались на следующих конференциях: «Функциональные Наноматериалы и Высокочистые Вещества» (Суздаль, Россия, 2012), «TitaniumEurope 13» (Гамбург, Германия, 2013), «TitaniumEurope 14» (Сорренто, Италия, 2014), «MSE 2014» (Дармштадт, Германия, 2014).

### **Публикации**

По теме диссертации опубликовано 4 работы, в том числе 3 в рецензируемых научных изданиях перечня ВАК РФ; подана 1 заявка на патент РФ.

### **Достоверность результатов**

Достоверность результатов обеспечена применением современных методов исследования структуры, химического состава и свойств сплава: оптической и электронной микроскопии, рентгенофлуоресцентного анализа, ИК-спектроскопии, рентгеноспектрального анализа, атомно-абсорбционного анализа, метода восстановительного плавления, рентгенорадиометрического анализа, испытаний механических свойств при комнатной и повышенных температурах, статистической обработки экспериментальных данных, а также, научнообоснованной технологии получения лигатуры, слитков титанового сплава и компактных заготовок методом металлургии гранул, использованием современного исследовательского оборудования. Текст диссертации и автореферат проверен на отсутствие плагиата с помощью программы «Антиплагиат» (<http://antiplagiat.ru>).

### **Личный вклад автора**

1. Выбрано направление легирования жаропрочных титановых сплавов тугоплавкими элементами с целью повышения когезивной прочности матрицы сплава.
2. Выявлены особенности влияния состава легирующих элементов лигатуры на ее технологические свойства.
3. Разработан состав лигатуры.
4. Обоснован способ получения лигатуры и проведена отработка процесса.
5. Теоретически и практически обоснованы условия безокислительного и не загрязняющего размола и усреднения лигатуры.

6. Проведен анализ влияния режима легирования на химический состав, структуру и свойства сплава.

7. Определена зависимость фракционного состава гранул от скорости вращения слитка в процессе распыления.

8. Получены изделия типа «корпус» из гранул жаропрочных титановых сплавов и проведено исследование их свойств.

9. Обработка экспериментальных данных, анализ и обобщение результатов выполнены автором работы. Обсуждение и интерпретация полученных результатов проводилась совместно с научным руководителем и соавторами публикаций. Основные положения и выводы диссертационной работы сформулированы автором.

### **Структура и объем диссертации**

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, основных выводов, списка литературы. Диссертация изложена на 150 страницах, содержит 35 таблиц, 63 рисунка, 47 формул и 3 приложения. Список использованной литературы содержит 160 источников.

### **Основное содержание работы**

**Во введении** приведена общая характеристика работы, дано обоснование актуальности выбранной темы, сформулированы цели и задачи исследования, изложены основные положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** представлен аналитический обзор научной литературы. Показано, что существует большое количество отечественных и зарубежных сплавов, обладающих различным комплексом свойств. Сплав выбирается в зависимости от назначения изделия, в котором он будет применяться, и свойств, которые он должен обеспечивать.

Свойства сплава зависят от системы легирования. Высокотемпературные свойства обеспечиваются повышенным содержанием тугоплавких элементов. Дальнейшее повышение жаропрочности и жаростойкости титановых сплавов



неразрывно связано с повышением содержания тугоплавких элементов в составе сплава или созданием сплавов на базе интерметаллида системы Ti-Al.

Известно, что нагрев титана и его сплавов сопровождается интенсивным поглощением водорода, кислорода и азота который начитается при температурах 250°C, 400°C и 600°C, соответственно. Эти элементы понижают эксплуатационные свойства сплава, поэтому во время производства титановых сплавов должны быть созданы условия, препятствующие взаимодействию металла с этими газами.

Известно, что существует большое разнообразие методов производства как самих титановых сплавов, так и изделий из них. Самым распространенным, а главное сертифицированным для изделий ответственного назначения методом получения слитка является технология тройного вакуумно-дугового переплава. Для изделий ракетно-космической техники применяются жаростойкие и жаропрочные титановые сплавы. Для обеспечения гомогенности сложнопрофильных деталей применяется гранульная технология, исходным сырьем для которой является слиток.

Анализ научной литературы показал, что существует проблема получения гомогенных слитков титановых сплавов, связанная с условиями выплавки в вакуумно-дуговой печи. Поэтому необходимо обеспечение равномерного распределения шихтовых материалов в расходуемом электроде. Это выполнимо при обеспечении определенных требований к шихтовым материалам. Применение технологии центробежного распыления позволяет получать гомогенные изделия сложной формы.

При этом отсутствуют данные о влиянии термической обработки на свойства конечного изделия. А также отсутствует информация о корпусных изделиях, полученных таким путем. Все это вместе является сдерживающим фактором при разработке новых изделий РКТ и применении новых жаропрочных титановых сплавов и технологий для их производства. Исходя из этого принято решение о целесообразности проведения данных исследований на жаропрочном

титановом сплаве, а также, сформулированы цель и задачи диссертационной работы.

**Во второй главе** представлены исследуемые материалы, а также используемые шихтовые материалы и оборудование. Указаны применяемые методы и технологии исследования.

**В третьей главе** представлены результаты исследования влияния легирующих элементов на свойства гранулируемых сплавов, разработки состава лигатуры, выбора технологии и разработки параметров процесса.

1) Для выбора химического состава нового поколения жаропрочных титановых сплавов в настоящей работе использованы современные представления теории легирования, согласно которым сопротивление ползучести при повышенных температурах определяется силами связи атомов в матрице сплава и на границах зерен. При этом в качестве характеристики сил межатомного взаимодействия в сплавах используются значения энергии когезии.

Энергию когезии сплава можно представить в виде суммы произведений парциальных молярных энергий когезии всех компонентов сплава на их концентрацию:

$$E_{coh} = \sum_i c_i \chi_i \equiv E_{coh}(0) \left(1 - \sum_i c_i\right) + \varepsilon. \quad (1)$$

где выделено значение  $E_{coh}(0)$  - энергия когезии чистого растворителя. Здесь параметр  $\chi_i = \partial E_{coh} / \partial c_i$  представляет собой парциальную молярную энергию когезии  $i$ -го компонента сплава и  $\varepsilon = \sum_i c_i \chi_i$  - это суммарный вклад всех легирующих элементов в энергию когезии сплава. Таким образом, в сплавах характер влияния легирующих элементов на силы связи атомов в матрице будет определяться значениями парциальных молярных энергий когезии  $\chi_i = \partial E_{coh} / \partial c_i$ , которые рассчитываются методами электронной теории сплавов (Density Functional Theory, DFT).

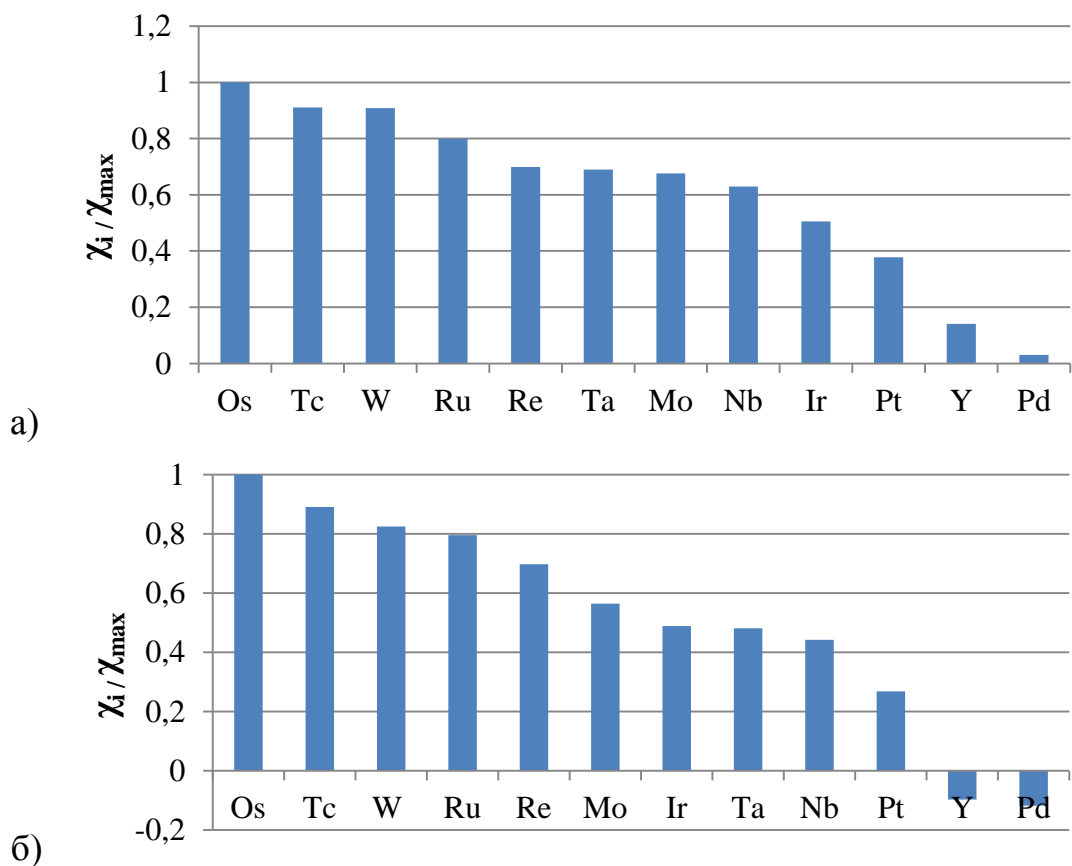


Рисунок 1 – Относительные значения параметров  $\chi_i$  в Ti сплавах (а – фаза α, б – фаза β)

Рассчитанные значения параметров  $\chi_i / \chi_{\max}$ , где  $\chi_{\max}$  – максимальное значение параметра  $\chi_i$  для ряда исследуемых элементов, в α- и β – фазах титановых сплавов приведены на рисунке 1 (а – фаза α, б – фаза β). Ряд эффективных легирующих элементов в титановых сплавах, рисунок 1, начинается с Os и Tc, которые обычно не используются при легировании по экологическим соображениям. Поэтому реально для увеличения сил связи в матрице рекомендуется легирование W и следующими за ним химическими элементами.

Гранулируемые жаропрочные титановые сплавы с системой легирования, содержащей такие элементы, обладают высокими прочностными характеристиками при повышенных температурах эксплуатации за счет упрочнения фаз и межфазных границ.

2) На основе результатов анализа применяемых ранее лигатур, было принято решение о необходимости создания новой лигатуры, исключаящей недостатки предыдущих.

Исходя из вышеизложенного, предложен новый состав лигатуры из следующих условий:

- а) Температура плавления лигатуры должна быть близкой к температуре плавления Ti (1668°C).
- б) Угар Al должен быть минимизирован за счет связывания в интерметаллид TiAl (Ti/Al=1,2...2).
- в) Для повышения технологичности лигатуры соотношение W/Al должно быть таким, как в составе сплава (W/Al=1).
- г) Должна дробиться до требуемой фракции с минимальной долей пылеобразной составляющей.

В программе Thermo-Calc была построена тройная диаграмма при температуре 1700°C (рисунок 2).

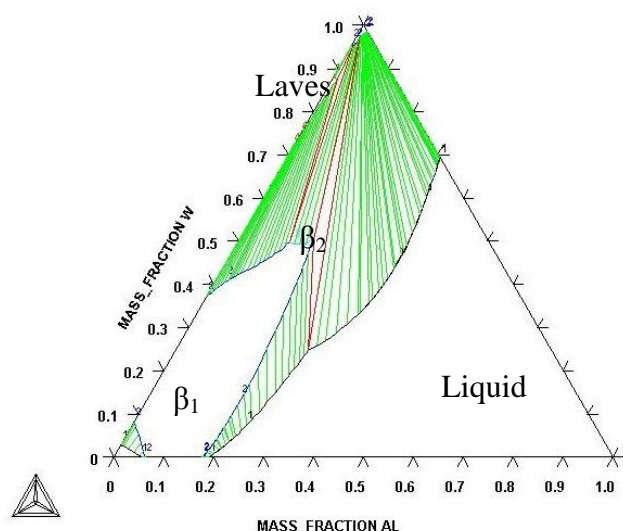


Рисунок 2 – Тройная диаграмма Ti-Al-W при температуре 1700°C

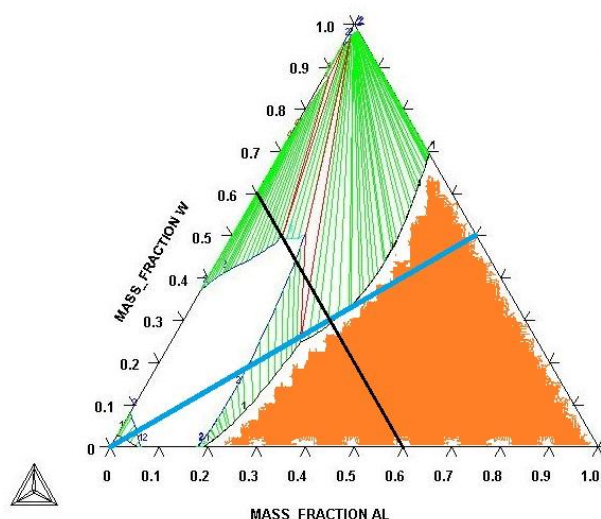


Рисунок 3 – Краевые условия для лигатуры Ti-Al-W

Как видно из рисунка 2, жидкому состоянию соответствует правый нижний угол диаграммы, достигаемый за счет увеличения содержания алюминия. Нанесем краевые условия на диаграмму (рисунка 3). Первое условие: соотношение W/Al=1; исходя из второго условия: титана должно быть как можно больше, но при повышении Ti ≥ 40% система оказывается вне зоны ликвидус. Также лигатура должна хорошо дробиться.

Было изготовлено несколько составов, удовлетворяющих этим условиям.

Для нахождения этой системы в жидком состоянии при температуре 1700°C и максимальном содержании Ti (для снижения  $T_{пл}$  лигатуры), но, в тоже время, с максимальным содержанием W и Al, и технологичности лигатуры, её оптимальный состав составил: Ti- 40%, W- 30% и Al-30% масс.

В металлургии существует две основные промышленные технологии изготовления лигатур: метод металлотермии и метод выплавки в печи. Для оценки применимости металлотермии с помощью программы «Thermo», разработанной Институтом структурной макрокинетики и проблем материаловедения Российской академии наук, была рассчитана адиабатическая температура горения для нашего состава, которая составляет 1166°C. С учетом того, что адиабатический процесс не учитывает реальных теплотерь на прогрев окружающей среды, то реальная температура горения при металлотермии будет ниже на 150-300°C. Поэтому для такого состава металлотермия возможна при повышении температуры начала процесса с помощью нагрева в термической печи. В сравнении с классическим методом дуговой плавки, для процесса металлотермии лигатуры необходимо создание специального оборудования, из-за высокого содержания титана (40%), и этот процесс требует более сложного контроля.

Поэтому для производства был выбран способ плавки в вакуумно-дуговой печи с нерасходуемым вольфрамовым электродом. Далее была отработана технология получения гомогенной лигатуры. На первом этапе плавляли титан с алюминием в соотношении, которое соответствует содержанию этих элементов в лигатуре, до состояния, при котором должно произойти полное растворение шихтовых материалов с образованием единого слитка, при этом алюминий помещают на дно медного кристаллизатора, а на него титан, обладающий более высокой температурой плавления, величина тока дуги между шихтой и электродом составляла 740 А, при этом время плавки составляло 3 минуты, температура расплава на 40°C выше температуры ликвидус сплава Ti-Al (~1550°C), затем к слитку Ti-Al добавляют необходимое количество вольфрама, который размещается над слитком Ti-Al сплава и

гафнием. Затем слиток извлекался из кристаллизатора, переворачивался и подвергался повторному переплаву для усреднения химического состава, температура расплава составляет  $1800 \pm 10^\circ\text{C}$ . Вес одного слитка 1 кг.

Таблица 1 – Химический состав лигатуры Ti-W-Al

Основные компоненты, % масс				Контролируемые примеси, % масс, не более							
	Ti	W	Al	Fe	Si	Mn	P	S	Cu	O	N
Расчетный	Осн.	28-32	28-32	0.5	0.5	0.03	0.01	0.01	0.12	0.15	0.02
Полученный	Осн.	28.8	29.1	0.05	0.2	0.03	0.01	0.01	0.12	0.15	0.02

**В четвертой главе** приведены результаты исследования размола и усреднения лигатуры, поведения газов во время выплавки, а также изготовления слитков и исследования их свойств.

Первая операция при производстве слитка – это изготовление расходного электрода. При его производстве применяется лигатура заданного состава фракцией (5-15 мм).

Для получения этой фракции было проведено дробление лигатуры. При этом экспериментально отработаны параметры работы щековой дробилки, при которых основная получаемая фракция находится между 5 и 15 мм. Для достижения этого нижний зазор щек должен быть 12 мм, а производительность 0,05 кг/мин.

При дроблении происходят два процесса: увеличение удельной поверхности материала, который может взаимодействовать с кислородом, и его локальный нагрев с искрообразованием из-за высоких контактных напряжений.

Оценочный расчет парциального давления кислорода, при котором начинается окисление титана, показал, что окисление начинается уже при крайне низком значении. То есть, фактически при любом содержании кислорода в атмосфере происходит окисление титана и образование оксида на поверхности.

Следовательно, можно сделать вывод, что наиболее опасным является не столько само взаимодействие титана с атмосферой, сколько его нагрев в окислительной среде.

Эмпирическая формула прироста содержания кислорода от температуры подтверждает это.

В интервале температур 60-140°C увеличение содержания кислорода подчиняется уравнению:

$$\Delta A = 2,9 \cdot 10^{-4} \cdot (T - 50), \% \quad (2)$$

В интервале температур 140-300°C увеличение содержания кислорода подчиняется уравнению:

$$\Delta A = 2,9 \cdot 10^{-4} \cdot (T - 50) \cdot \frac{T}{140}, \% \quad (3)$$

Прирост содержания кислорода при нагреве на температуру  $T=200^\circ\text{C}$ :

$$\Delta A = 2,9 \cdot 10^{-4} \cdot (200 - 50) \cdot \frac{200}{140} = 0,062 \% \quad (3.1)$$

Таким образом, нагрев титана всего на 200°C приводит к приросту кислорода на 0,06%.

Поэтому во время размола лигатуры необходимо обеспечить инертную атмосферу, а также, что более значимо, избежать существенного нагрева при размоле лигатуры.

Была проведена оценка необходимого количества аргона (25 л/мин), обеспечивающего охлаждение дробящейся массы лигатуры. В реальных условиях охлаждение (отток тепла) идет и через детали установки. При этом материал нагревается не весь и не равномерно, поэтому реальный расход газа меньше.

Точное количество аргона необходимого для безокислительного дробления лигатуры определялось с помощью эксперимента. Для этого в рабочий объем подавался газ с шагом 1л/мин и контролировался прирост кислорода. Результаты эксперимента представлены на рисунке 4.

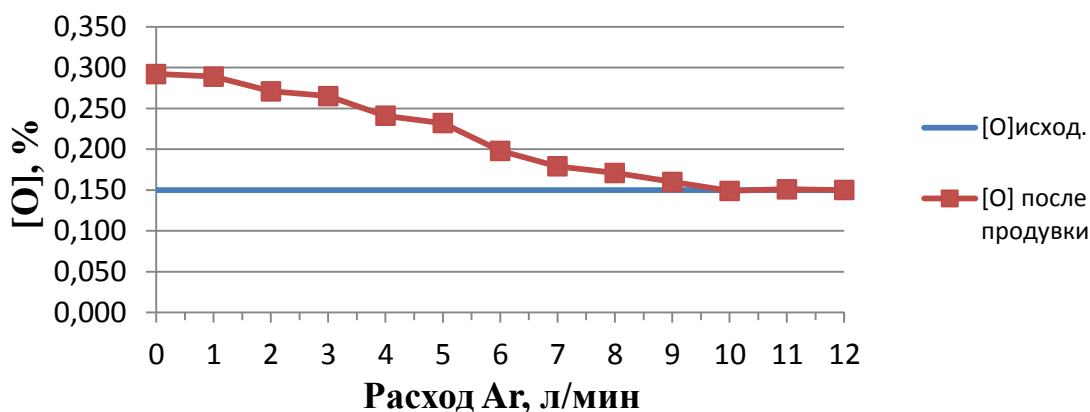


Рисунок 4 – Изменение содержания кислорода от продувки аргоном

Эксперимент показал, что при подаче 10 л/мин аргона в рабочее пространство не наблюдается прироста кислорода в лигатуре. Таким образом, расчетным и практическим путем установлены оптимальные параметры процесса дробления лигатуры, при котором получается необходимая фракция без окисления и без внесения примесей.

Полученная фракция усреднялась и использовалась для производства слитка в вакуумно-дуговой печи.

Проведены расчеты поведения газа в жидком титане во время выплавки в ВДП при остаточном давлении 40 Па (характерная величина для процессов в ВДП). Температура плавления титана 1668°C. С учетом небольшого перегрева жидкого титана, для удобства температура расчета была 1727°C.

Для кислорода расчеты показали, что предел растворимости кислорода достигается уже при крайне низком парциальном давлении кислорода. Следовательно, в реальных условиях концентрация кислорода в жидком титане предельная.

$$p_{O_2} = \left( \frac{f_{[O]} \cdot [O]}{K_p} \right)^2 = 2,553 \cdot 10^{-18} (\text{ат}) = 0,26 \cdot 10^{-12} \text{Па} \quad (4)$$

Значения термодинамических функций  $\Delta G^\circ = f(T)$  показаны на рисунке 5. В реальных условиях вакуумной плавки самостоятельное удаление кислорода из жидкого титана невозможно, как и удаление в виде летучих монооксидов.



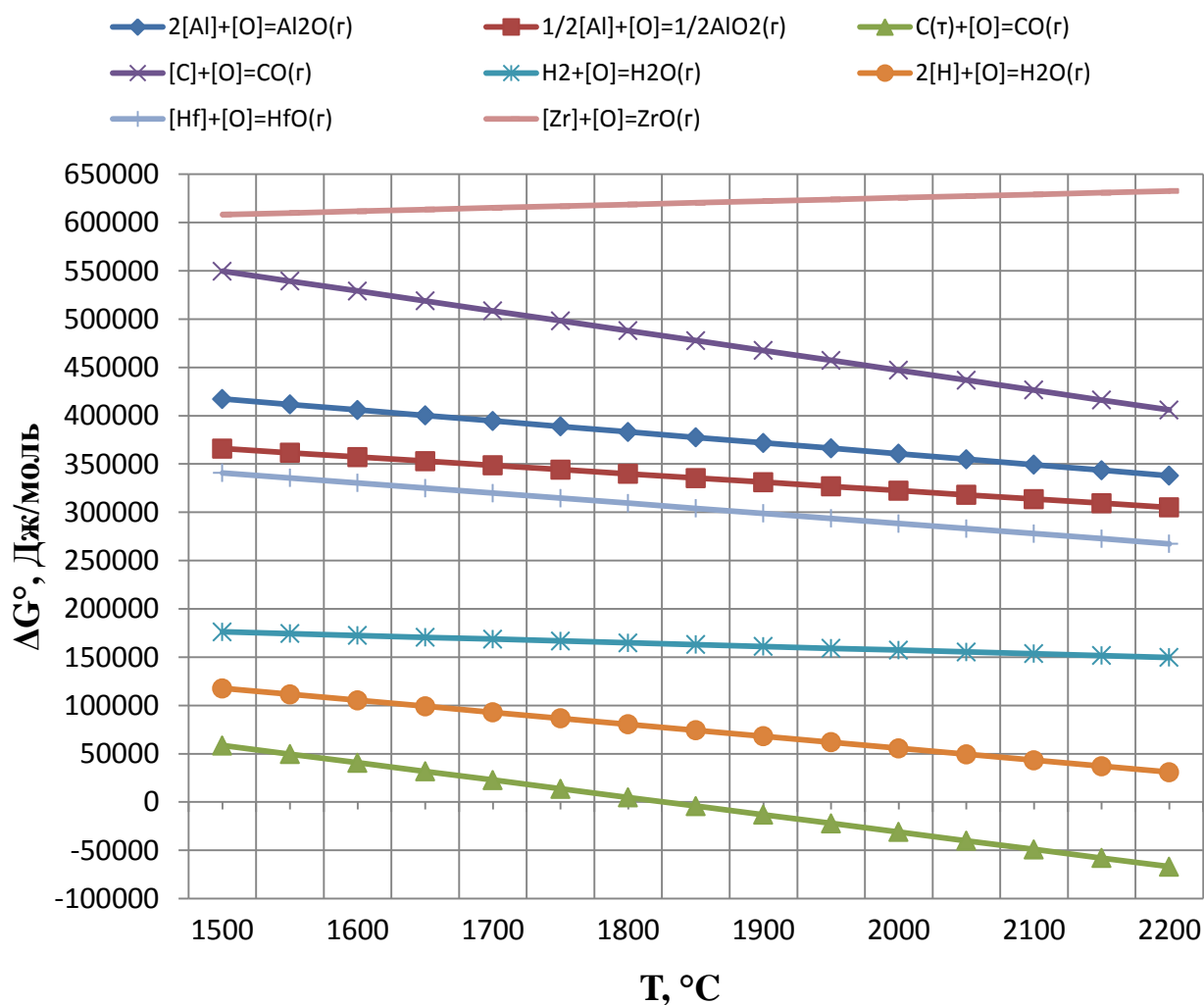


Рисунок 5 – Термодинамика оксидообразования в титане

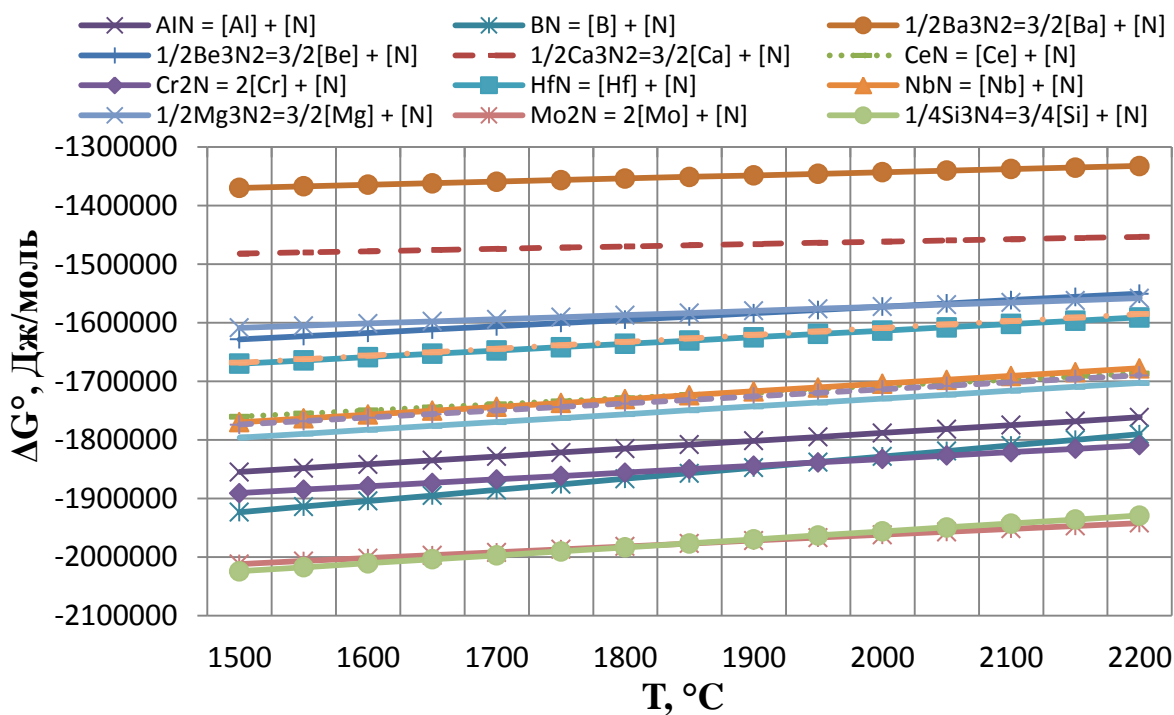
Значение равновесного парциального давления азота над нитридом титана при  $T=2000\text{K}$ :

$$\lg p_{N_2} (\text{ат.}) = -\frac{27859}{T} + 4 \cdot 10^{-5} \cdot T + 7,963 \quad (5)$$

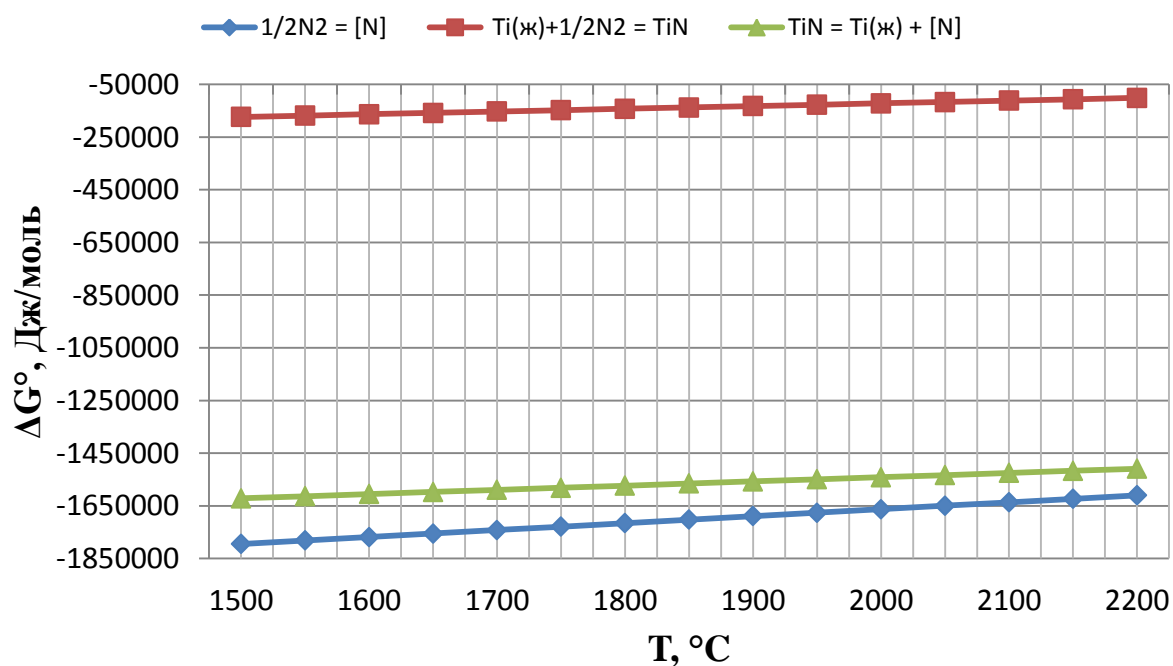
$$p_{N_2} = 1,29 \cdot 10^{-6} (\text{ат.}) = 0,132 (\text{Па}) \quad (5.1)$$

Таким образом, уже при крайне низком давлении азота идет его взаимодействие с жидким титаном.

Из проведенных расчетов для азота видно, что деазотация сплавов титана ни при вакуумной дегазации, ни при связывании азота в стойкие нитриды (рисунок 6) ни теоретически, ни практически не возможна.



а)



б)

Рисунок 6 – Термодинамика поведения нитридов в титане (а – разложение нитридов, б – взаимодействие азота с титаном)

По водороду было показано, что давления в камере достаточно для избежания загрязнения титана водородом во время выплавки.

$$\lg[H]_{Ti_{(ж)}} (\text{см}^3/100\text{г}) = \frac{2460}{T} + 0,8 + 0,5 \cdot \lg p_{H_2} (\text{кПа}) \quad (6)$$

При  $T=2000\text{K}$  и  $p_{H_2} = 40 \text{ Па} = 0,04 \text{ кПа}$  значение уравнения 6:

$$\lg[H]_{Ti_{(ж)}} = \frac{2460}{2000} + 0,8 + 0,5 \cdot \lg(0,04) = 1,331 \quad (6.1)$$

$$\rho_{H_2} = 0,0899 \cdot 10^{-3}, \text{ г/см}^3$$

$$[H]_{Ti_{(ж)}} = 21,43 \text{ см}^3/100\text{г} \sim 0,002\% \text{масс}$$

В целом, проведенные расчеты показали, что выполнение требований по газам ( $[O]<0,2\%$ ;  $[N]<0,03\%$ ;  $[H]<0,005\%$ ) возможно только за счет использования чистых шихтовых материалов и пристального контроля содержания газов на передельных стадиях во избежание загрязнения.

Дальше методом тройного ВДП изготавливается слиток титанового сплава СТ6У, и проводится его механическая обработка. Обточенный слиток поступает на участок контроля, где производится анализ на соответствие химическому составу, ультразвуковой контроль на отсутствие внутренних дефектов и контроль геометрических размеров.

В работе проведен полный комплекс исследований химического и фазового состава, а также механических свойств слитков из сплава СТ6У. Исследования механических свойств, полученных при испытании образцов на растяжение при комнатной температуре, показали приемлемый уровень прочностных характеристик (1030-1050 МПа) при удовлетворительных пластических (8-12%). Показано, что применение новой лигатуры позволило снизить разброс вольфрама по сечению слитка с 10% до 5% отн., что позволило получать слиток более равномерного состава (таблица 2, рисунок 7).

Таблица 2 – Содержание элементов в слитке

Наименование образца	Содержание легирующих элементов, %		
	Алюминий	Цирконий	Вольфрам
Периферия, головная часть	6,65	2,92	5,62
Периферия, центральная часть	6,75	2,89	5,86
Периферия, донная часть	6,55	2,87	5,87
Центр, головная часть	6,79	3,18	5,59
Центр, донная часть	6,69	3,20	5,81
Расчетное сод. по шихтовке	7,0	3,0	6,0
Требования по техн. условиям	6,0-7,5	2,5-3,5	5,0-6,5

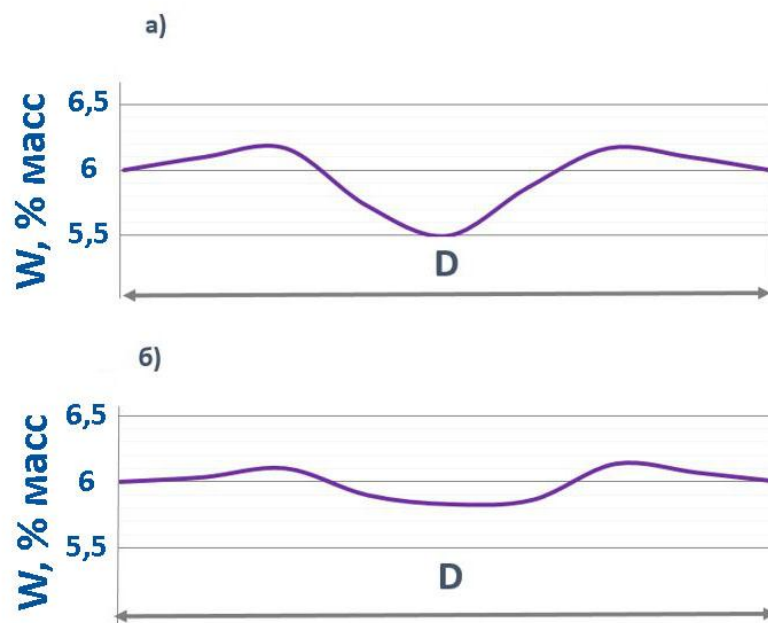


Рисунок 7 – Ликвация вольфрама в поперечном сечении слитка при использовании лигатуры (18-22)W-Ti(a) и (28-32)W-(28-32)Al-Ti (б)

Проведенные исследования показали, что разработанная технология позволила получить качественный плотный слиток ( $\alpha - 10\%\beta$ ) - фазного жаропрочного титанового сплава СТ6У с равномерным распределением легирующих элементов по слитку. Получены плотные прутки диаметром 60 мм методом винтовой прокатки (рисунок 8).



Рисунок 8 – Внешний вид прутков СТ6У

**В пятой главе** приведены результаты проведения процессов распыления и исследования свойств жаропрочного титанового сплава СТ6У после компактирования в сравнении с BT18У и BT25У.

Изучена зависимость фракционного состава от скорости вращения с целью получения оптимального гранулометрического состава (с преобладанием

более мелких фракций) при центробежном распылении для титановых сплавов BT18Y, BT25Y и CT6Y. Получены гранулы титановых сплавов BT18Y, BT25Y и CT6Y фракции менее 250 мкм.

Проведен анализ газонасыщения исследуемой группы сплавов. Показано, что с увеличением температуры отжига масса заготовок увеличивается по экспоненциальной зависимости, при этом наибольшее увеличение массы заготовки наблюдалось у сплава BT25Y, наименьшее у сплава BT18Y, сплав CT6Y занимает промежуточное положение (рисунок 9).

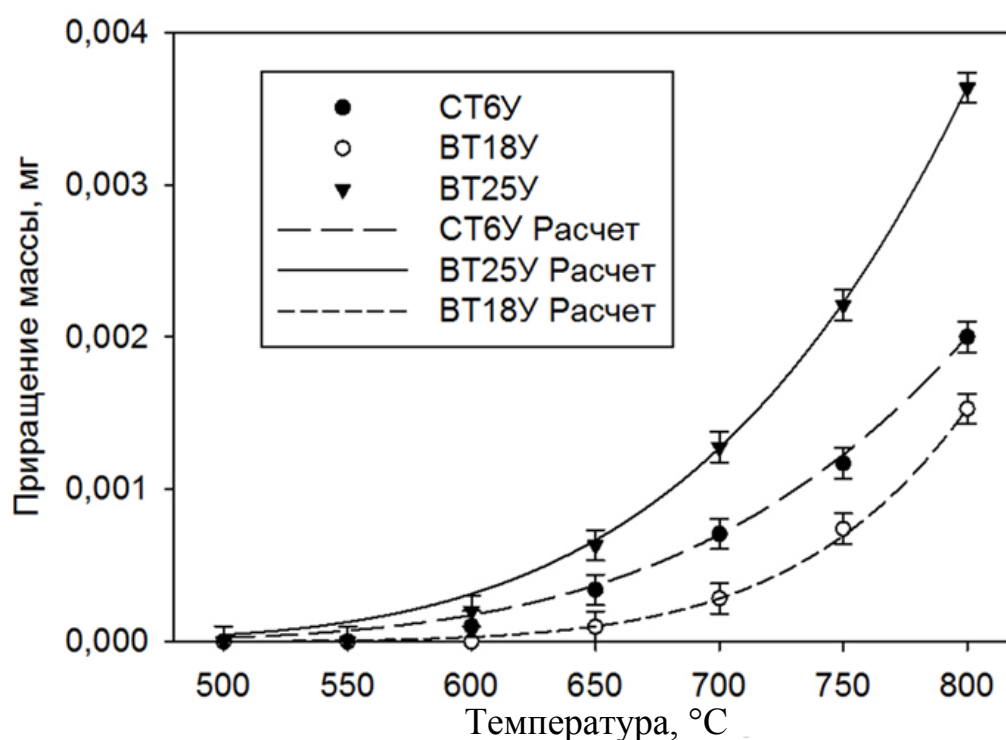


Рисунок 9 – График изменения веса заготовок в процессе отжига

Проведена отработка режимов горячего изостатического прессования (ГИП). По результатам исследований структуры и свойств компактных заготовок выбраны режимы термообработки титановых сплавов CT6Y, BT18Y и BT25Y.

Проведены исследования механических свойств тонкостенных компактных заготовок типа «корпус» после механической обработки. Результаты механических испытаний на кратковременную прочность приведены на рисунке 10.

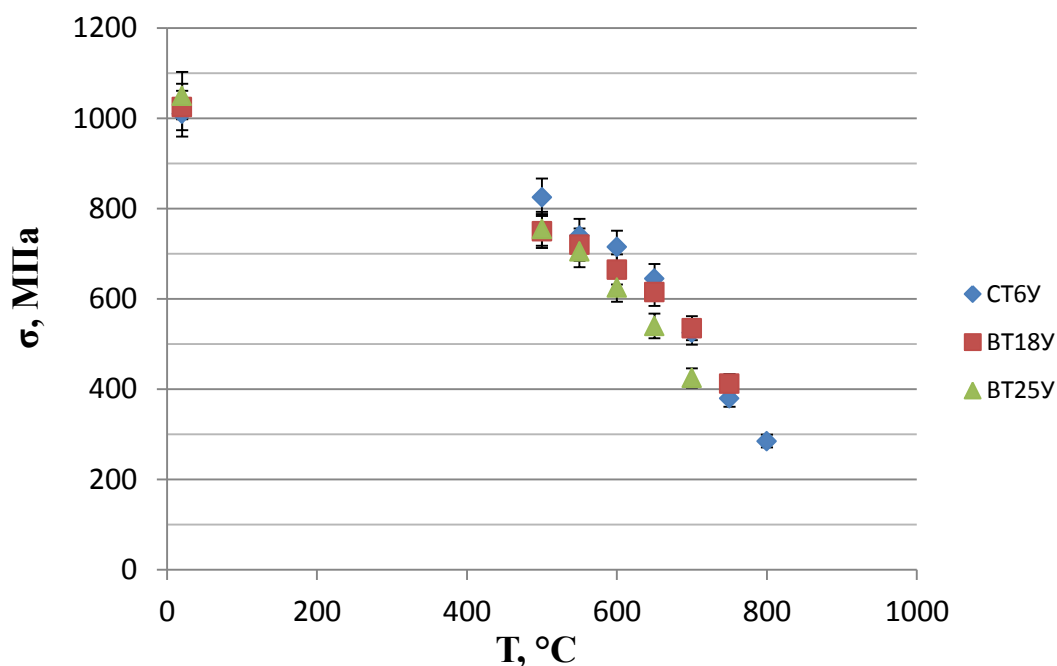


Рисунок 10 – Предел прочности титановых сплавов СТ6У, ВТ18У и ВТ25У при температурах 20-800°С при кратковременных испытаниях

Результаты показывают, что по кратковременной прочности при 20-800°С опытный сплав СТ6У не уступает лучшим отечественным жаропрочным титановым сплавам.

Результаты испытаний жаропрочных титановых сплавов на длительную прочность представлены на диаграмме Ларсона-Миллера, рисунок 11.

Полученные данные показывают, что при больших нагрузках, невысоких температурах и ресурсах сплав СТ6У по характеристикам длительной прочности занимает промежуточное положение между известными сплавами ВТ18У и ВТ25У, при меньших нагрузках и больших ресурсах и температурах сплав СТ6У сравнивается по длительной прочности со сплавом ВТ18У (по-прежнему превосходя ВТ25У) – например, при температуре 800°С под нагрузкой 118МПа. Судя по характеру изменения характеристик  $\lg \sigma - P$ , сплав СТ6У обладает большей стабильностью структуры.

Микроструктура компактных заготовок сплава СТ6У мелкозернистая и равномерная, отсутствуют межзеренная пористость и наследственные границы гранул. Исследования герметичности компактных заготовок типа «корпус»

показали, что компактные заготовки герметичны, отсутствуют трещины, свищи и несплошности.

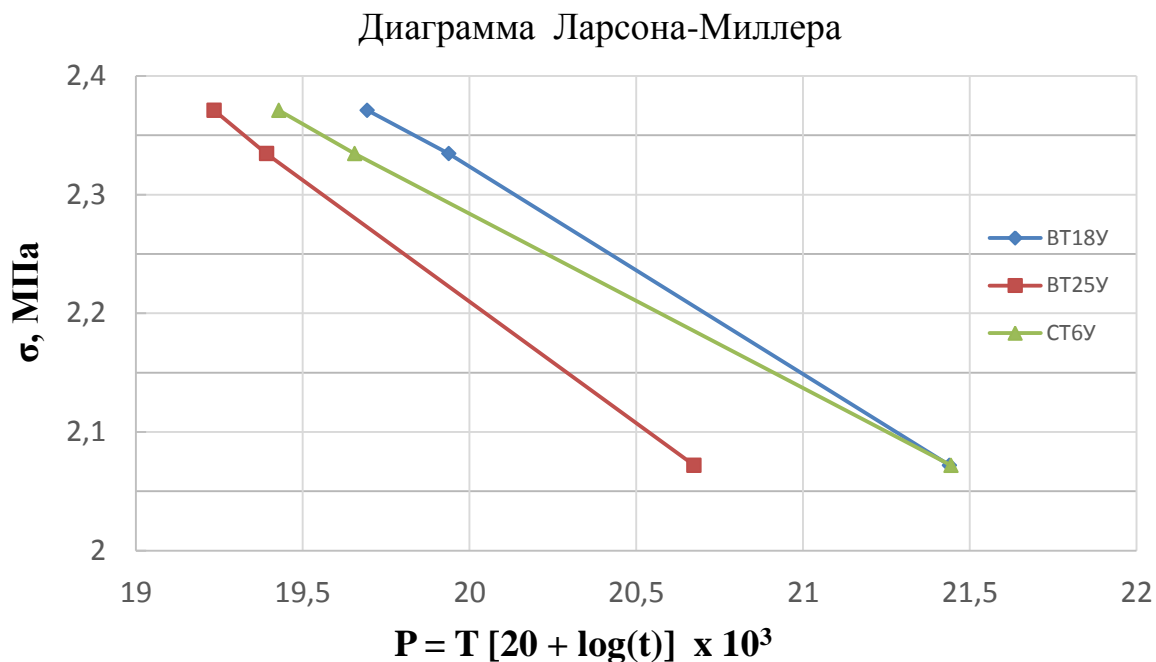


Рисунок 11 – Длительная прочность сплавов CT6Y, BT18Y и BT25Y на диаграмме Ларсон-Миллера

Были разработаны технические условия на компактную заготовку типа «корпус» (рисунок 12) из жаропрочного титанового сплава CT6Y (№ 1715-585-56897835-2013), которые внедрены на предприятии ОАО «Композит».



Рисунок 12 – Внешний вид корпуса из сплава CT6Y

## ВЫВОДЫ

1. Проведена теоретическая оценка влияния легирующих элементов на энергию когезии  $\alpha$  - и  $\beta$  - фаз в титановых сплавах. Установлено, что ряд эффективных упрочнителей обеих фаз практически начинается с W, Ru и Re.

2. Определены критерии, выраженные в виде соотношения элементов состава лигатуры для производства сплава СТ6У, позволяющее снизить угар элементов при вакуумно-дуговой плавке и обеспечить равномерное распределение вольфрама по телу слитка для W к Al и Ti к Al, которые (соотношения элементов) находятся в следующих пределах 0,9...1,1 и 1,2...2 соответственно, что позволяет регулировать температуру плавления лигатуры и режим образования интерметаллидов.

3. Проведена оценка применимости металлотермии для производства лигатуры с помощью программы, разработанной Институтом структурной макрокинетики и проблем материаловедения Российской академии наук. Расчеты показали, что для такого состава ((28-32)W-(28-32)Al-Ti) металлотермия возможна, но необходимо поднять начальную температуру, например, с использованием термической печи. Кроме этого, высокое содержание титана (40%) потребует разработки специального оборудования и процесса контроля. На этом основании для производства лигатуры решено использовать вакуумно-дуговую печь. Разработана технология получения качественной лигатуры заданного химического состава в вакуумно-дуговой печи с медным охлаждаемым тиглем и с не расходующимся вольфрамовым электродом.

4. Расчетным путем показано, что образование монооксида титана во время дробления лигатуры происходит уже при комнатной температуре при очень низком парциальном давлении кислорода, а при нагреве интенсифицируется. Поэтому во время размол лигатуры необходимо обеспечить инертную атмосферу, а также, что более значимо, избежать существенного нагрева при размол лигатуры. Эксперимент показал, что при подаче 10л/мин аргона в рабочее пространство не наблюдается прироста кислорода в лигатуре.

5. Проведены расчеты поведения газа в жидком титане во время выплавки в ВДП. Для кислорода расчеты показали, что в жидком титане в реальных условиях концентрация кислорода предельная и его удаление в газовую фазу



невозможно. Из проведенных расчетов для азота видно, что деазотация сплавов титана ни при вакуумной дегазации, ни при связывании азота в стойкие нитриды не возможна. По водороду расчеты показали, что давления в камере печи достаточно для избежания загрязнения титана водородом. Выполнение требований по газам возможно только за счет использования чистых шихтовых материалов и пристального контроля содержания газов на передельных стадиях во избежание загрязнения.

6. Изготовлены слитки сплава СТ6У методом тройного ВДП. Проведен полный комплекс исследований свойств слитка. Испытания образцов на растяжение при комнатных температурах показали значительный уровень прочностных характеристик (1030-1050 МПа) при удовлетворительных пластических (8-12%). Установлено, что применение новой лигатуры позволило снизить разброс вольфрама по сечению слитка с 10% до 5% отн., что позволило получить качественный плотный слиток с равномерным распределением легирующих элементов по слитку. Изготовлены прутки диаметром 60 мм методом винтовой прокатки.

7. Изучена зависимость фракционного состава от скорости вращения при центробежном распылении для титанового сплава СТ6У. Разработан технологический процесс получения гранул жаропрочных титановых сплавов с фракционным составом менее 250 мкм. Разработаны технические условия на гранулированный жаропрочный титановый сплав СТ6У и на гранулы титановых сплавов СТ6У.

8. Проведены испытания механических свойств образцов компактных заготовок титановых сплавов СТ6У, ВТ18У и ВТ25У. Установлено, что кратковременная прочность при температурах 20-800°C опытного сплава СТ6У не уступает сплавам ВТ18У и ВТ25У. Анализ поведения длительной прочности сплавов на диаграмме Ларсона-Миллера показывает, что опытный сплав СТ6У характеризуется наибольшей стабильностью механических свойств при длительных испытаниях.

9. Исследована герметичность компактных заготовок типа «корпус» из сплава СТ6У. Показано, что заготовки герметичны, в них отсутствуют трещины, свищи и несплошности. Микроструктура сплава мелкозернистая и равномерная, спеченных и окисленных гранул не выявлено. Разработаны технические условия на компактные заготовки типа «корпус» из жаропрочного титанового сплава СТ6У.

#### **Список опубликованных работ по теме диссертации:**

- 1 И.А. Логачев, В.И. Разумовский, И.М. Разумовский, К.Л. Косырев, А.И. Логачёва/ Разработка теоретической процедуры оценки сбалансированности химического состава жаропрочного титанового сплава нового поколения и создание на этой основе методики оптимизации составов титановых сплавов // Журнал Титан №4 2012 стр. 27-31.
- 2 И.А. Логачев, С.А. Мельников, Н.А. Лукьянова / Разработка и получение лигатур для сложнолегированных титановых сплавов с повышенным содержанием тугоплавких элементов // Журнал Титан №1 2014 стр. 21-24.
- 3 И.А. Логачев, К.Л. Косырев, А.И. Логачёва / Исследование режима легирования жаропрочных титановых сплавов // Журнал Перспективные материалы №10 2014 стр. 53-59.
- 4 А.И. Логачёва, Д.А. Касьянова, И.А. Логачев, Э.М. Сульман, В.Г. Матвеева / Модификация поверхности гранул титановых сплавов под воздействием ультразвука // Журнал Титан №3 2013 стр. 45-48.
- 5 И.А. Логачев, Е.Ю. Гаврючин, С.А. Мельников, Н.А. Лукьянова / Проблема получения лигатуры с повышенным содержанием тугоплавких элементов для сложнолегированных титановых сплавов. // Конференции «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» 1-5 октября 2012 Суздаль, сборник тезисов докладов, стр. 416-417.

## ОТЗЫВ НАУЧНОГО РУКОВОДИТЕЛЯ

на работу Логачева Ивана Александровича над диссертацией на тему  
“Исследование режима легирования и процесса плавки жаропрочного  
титанового сплава СТ6У с целью совершенствования технологии и повышения  
служебных характеристик готового изделия”, представленную на соискание  
ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 —  
«Металлургия черных, цветных и редких металлов»

Иван Александрович начал свою научно-исследовательскую работу на третьем курсе обучения в НИТУ «МИСиС». Неоднократно выступал на студенческих конференциях в России и за рубежом, являлся их призером, закончил институт с красным дипломом. В 2009-2010 г.г. в рамках программы двойного дипломирования обучался в техническом университете Фрайбергская горная академия (Германия), где успешно защитил диплом. По возвращении в Россию поступил в аспирантуру по кафедре Metallургия стали и ферросплавов (НИТУ «МИСиС»).

За время работы над диссертацией проявил себя грамотным исследователем и научным сотрудником, способным самостоятельно формулировать задачи и решать их. Во время работы над диссертацией И.А. Логачев показал хорошее умение планировать и организовывать экспериментальную работу, причем в самых различных организациях. Исходя из запланированной экспериментальной части исследования, им проведены опытные плавки в НИТУ «МИСиС», ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина», ИМЕТ РАН им. А.А.Байкова и в др. научных и производственных организациях и предприятиях. В ходе работы над диссертацией он освоил и научился применять новые теоретические подходы к оценке свойств сплавов. Показал навыки использования особенностей металлургических процессов для решения технологических задач, умение анализировать полученные результаты и логично обосновывать сделанные выводы. Проявил высокую ответственность и умение принимать решения.

Приобретенные глубокие теоретические и практические знания металлургических процессов позволили И.А. Логачеву успешно решить поставленные перед ним задачи.

Как научный руководитель считаю, что Иван Александрович Логачев заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности - 05.16.02 «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Научный руководитель  
профессор, доктор технических наук

К.Л. Косырев

ПОДПИСЬ  
Проректор  
по общим вопросам  
НИТУ «МИСиС»



## **Объявление о защите диссертации на соискание ученой степени кандидата наук**

Диссертационный совет Д 212.132.02 при Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС», 119049, Москва, Ленинский проспект, 6, объявляет, что **Логачев Иван Александрович** представил диссертацию на соискание ученой степени кандидата технических наук «Исследование режима легирования и процесса плавки жаропрочного титанового сплава СТ6У с целью совершенствования технологии и повышения служебных характеристик готового изделия» по специальности 05.16.02 «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Защита диссертации состоится 25 декабря 2014 г.

Текст объявления о защите диссертации и полный текст диссертации размещены на сайте НИТУ «МИСиС» 24 октября 2014 г. по адресу:  
<http://www.misis.ru/tabid/176/ArticleID/2125/>