



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
C22C 1/058 (2006.01); B22F 2003/153 (2006.01)

(21)(22) Заявка: 2017137013, 20.10.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
20.10.2017

Дата регистрации:  
26.12.2018

Приоритет(ы):  
(22) Дата подачи заявки: 20.10.2017

(45) Опубликовано: 26.12.2018 Бюл. № 36

Адрес для переписки:  
101000, Москва, ул. Маросейка, 6/8, стр. 4,  
МООО ВОИР, Дяченко Е.В.

(72) Автор(ы):  
Логачев Иван Александрович (RU),  
Логачёва Алла Игоревна (RU),  
Гусаков Максим Сергеевич (RU),  
Тимофеев Анатолий Николаевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):  
Акционерное общество "Композит" (АО  
"Композит") (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2353689 С2, 27.04.2009. RU  
2536021 С1, 20.12.2014. SU 1787687 А1,  
15.01.1993. CN 101391301 А, 25.03.2009.

(54) Способ получения прутковых заготовок из интерметаллидных сплавов для центробежного плазменного распыления

(57) Реферат:

Изобретение относится к получению прутковых заготовок для центробежного плазменного распыления из интерметаллидного сплава. В атритор засыпают смесь порошков для получения интерметаллидного сплава, создают защитную среду, проводят механохимический синтез в высокоэнергичном режиме со скоростью вращения вала мешалки 20-600 мин<sup>-1</sup> при одновременном охлаждении атритора с обеспечением получения дисперсной микроструктуры сплава с размером зерен менее 10 мкм. После окончания механохимического синтеза атритор переводят режим работы со скоростью вращения вала мешалки 30-40 мин<sup>-1</sup>

и пересыпают полученный порошок сплава в герметично соединенный с атритором резервуар, из которого под действием вибрации загружают в капсульную оснастку. Капсульную оснастку с порошком помещают в вакуумную камеру и герметично заваривают с применением электронно-лучевой сварки, после этого помещают в газостат и проводят горячее изостатическое прессование, оснастку вынимают из газостата и механическим путем снимают элементы оснастки с получением прутковой заготовки. Обеспечивается повышение пластичности, кратковременная прочность и однородность химического состава. 6 з.п. ф-лы, 1 табл.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*C22C 1/05* (2006.01)  
*B22F 3/15* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC  
*C22C 1/058* (2006.01); *B22F 2003/153* (2006.01)

(21)(22) Application: **2017137013, 20.10.2017**

(24) Effective date for property rights:  
**20.10.2017**

Registration date:  
**26.12.2018**

Priority:

(22) Date of filing: **20.10.2017**

(45) Date of publication: **26.12.2018** Bull. № 36

Mail address:

**101000, Moskva, ul. Marosejka, 6/8, str. 4, MOOO  
VOIR, Dyachenko E.V.**

(72) Inventor(s):

**Logachev Ivan Aleksandrovich (RU),  
Logacheva Alla Igorevna (RU),  
Gusakov Maksim Sergeevich (RU),  
Timofeev Anatolij Nikolaevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Aksionernoe obshchestvo "Kompozit" (AO  
"Kompozit") (RU)**

(54) **METHOD FOR OBTAINING BAR STOCK FROM INTERMETALLIC ALLOYS FOR CENTRIFUGAL PLASMA SPRAYING**

(57) Abstract:

FIELD: technological processes.

SUBSTANCE: invention relates to the production of bar stock of an intermetallic alloy for centrifugal plasma sputtering. In the method, a mixture of powders is poured into the attritor to obtain an intermetallic alloy, a protective environment is created, mechanochemical synthesis is carried out in a high-energy mode with a speed of rotation of the shaft of the stirrer of 20–600 min<sup>-1</sup> with simultaneous cooling of the attritor with the provision of obtaining a dispersed microstructure of the alloy with a grain size less than 10 microns. After the end of mechanochemical synthesis, the attritor is switched into the mode of operation with the speed of

rotation of the shaft of the mixer of 30–40 min<sup>-1</sup> and the resulting alloy powder is poured into a reservoir tightly connected to the attritor, from which it is loaded into the capsular equipment under the action of vibration. Said capsular equipment with the powder is placed in a vacuum chamber and hermetically sealed using electron beam welding, after that, they are placed in a gasostat and hot isostatic pressing is carried out, the capsular equipment is removed from the gasostat and the capsular equipment are mechanically removed to obtain a bar stock.

EFFECT: improved ductility, short-term strength and homogeneity of the chemical composition.

7 cl, 1 tbl

Изобретение относится к области порошковой металлургии и может быть использовано при изготовлении заготовок из интерметаллидных сплавов для последующего центробежного плазменного распыления.

Из уровня техники известен способ изготовления горячедеформированного материала (Einflub der Herstellungsbedingungen auf die Eigenschaften von dispersionsverfestigten Al-Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> - Werkstoffen. J. Schalunov, M. Slesar, M. Bestersi, H. Oppenheim, G. Jangg. Metall, 1986, vol. 40, №6, p. 601-605), включающий в себя механическое легирование алюминиевого порошка со средним размером частиц  $d_{cp}=35$  мкм с добавкой углерода  $M=4$  мас. % в виде сажи в высокоэнергетической мельнице в течение 40 мин; горячую обработку механически легированной шихты в течение 1 ч при  $t=590^{\circ}\text{C}$  в воздушной атмосфере; формование заготовки давлением  $p_{хп}=680$  МПа; ее выдавливание при температурах нагрева матрицы  $400^{\circ}\text{C}$  и заготовки  $590^{\circ}\text{C}$ . Данный способ характеризуется высокой степенью окисления легированного порошка в процессе горячей обработки.

Также из уровня техники известен способ (RU 2541242 C1, опубл. 10.02.2015 121) механического легирования шихты на основе алюминия углеродом, который включает в себя перемешивание состава в высокоэнергетической мельнице в течение 0,5 ч при содержании углерода в шихте  $M_{Гр}=2,8$  мас. %, формование заготовки и ее последующую горячую обработку давлением, причем шихту на основе алюминия получают механохимической активацией алюминиевого порошка ПА-4 совместно с порошком кремния при его содержании  $M_{кр}=18$  мас. % в течение  $\tau_{МХА}=1$  ч в насыщенном водном растворе ортоборной кислоты, горячую обработку давлением проводят с приведенной работой уплотнения  $w=17-70$  МДж/м<sup>3</sup>. В более конкретном варианте исполнения технология изготовления горячедеформированного материала включает в себя механохимическую активацию алюминиевого порошка ПА-4 совместно с порошком кремния при его содержании  $M_{кр}=18$  мас. % в течение  $\tau_{МХА}=1$  ч, при содержании насыщенного водного раствора ортоборной кислоты в шихте  $C_{нр}=20$  мас. % для приготовления активированной шихты, обработку активированной шихты с добавкой углерода  $M_{Гр}=2,8$  мас. % в шаровой планетарной мельнице САНД-1 (диаметр шаров  $d_{ш}=10$  мм, соотношение масс шаров и шихты  $S=10:1$ ) при частоте вращения  $V_{вр}=290$  мин<sup>-1</sup> в течение  $\tau=0,5$  ч, последующее формование заготовки ( $d=12,7$  мм) давлением  $p_{хп}=313$  МПа, нагрев в воздушной атмосфере при  $t_{н}=650^{\circ}\text{C}$  и  $\tau_{н}=2$  мин, горячую обработку давлением с приведенной работой уплотнения  $w=17$  МДж/м<sup>3</sup>. При этом полученный горячедеформированный материал имел плотность  $\rho_{гш}=2,65$  г/см<sup>3</sup>, предел прочности на срез  $\tau_{ср}=164$  МПа и твердость HV 212.

Недостатком вышеуказанного способа 121 является высокое содержание кремния, приводящим к снижению пластичности материала.

Наиболее близким аналогом к заявленному изобретению, по мнению заявителя, является (RU 2353689 C2, опубл. 20.05.2008, /3/) способ приготовления расплава, содержащего алюминий, кремний, никель, бериллий, и его распыления с получением порошка сплава. Затем осуществляют механическое легирование порошка дисперсными углеродом и кремнием с доведением содержания кремния в материале до 35-46 мас. % в азотно-кислородной смеси с содержанием кислорода 2-8 об. %. Полученный материал имеет однородную дисперсную структуру, что обеспечивает высокую стабильность прецизионных характеристик упругости. В примере исполнения способ получения

порошкового материала включает плавление алюминия А7, введение бериллия в количестве 0,002% от массы А7 в виде лигатуры Al - 2% Be, легирование расплава на содержание в расплаве Si 15,3% и Ni 4,67% (из расчета 3% Ni в композиционном материале), распыление расплава, рассев полученного порошка с выделением фракции <80 мкм, механическое легирование порошка фракции <80 мкм в аттриторе, в смеси N<sub>2</sub> - 5% O<sub>2</sub>, дисперсными углеродом на содержание 1% и кремнием фракции ≤2 мкм - 32,36% (до 42,5% в порошковой композиции), рассев полученной композиции с выделением фракции <160 мкм; дегазация, компактирование полученной композиции и опрессовка заготовок.

Недостатком вышеуказанного способа /3/ является низкая однородность материала.

Задачей заявляемого способа является получение шаровидных гранул интерметаллидных сплавов. Необходимость идеальной шаровидности обусловлена требованиями современных технологий 3D-печати. Такие гранулы можно получать процессом центробежного плазменного распыления. Проблемой является получения исходных прутковых заготовок из интерметаллидных сплавов для процесса центробежного плазменного распыления. Классические методы (литейные) не всегда обеспечивают необходимый уровень свойств пластичности и прочности.

Технический результат заключается в повышении пластичности и кратковременной прочности и обеспечении однородности химического состава.

Технический результат достигается следующим образом.

Способ получения прутковых заготовок для центробежного распыления характеризуется тем, что в аттритор засыпают смесь порошков, создают защитную среду, проводят механохимический синтез целевых фаз в высокоэнергетическом режиме работы аттритора с параметрами, выбранными в соответствии с характеристиками смеси порошков, при одновременном охлаждении аттритора, после окончания механохимического синтеза аттритор переводят в более медленный режим работы, синтезированную порошковую смесь целевого фазового состава пересыпают в герметично соединенный с аттритором резервуар, из которого под действием вибрации эту смесь загружают в капсульную оснастку, затем капсульную оснастку со смесью порошков помещают в вакуумную камеру и герметично заваривают с применением электроннолучевой сварки, после чего герметично заваренную капсульную оснастку с содержащейся в ней смесью порошков помещают в газостат и проводят горячее изостатическое прессование, затем капсульную оснастку вынимают из газостата и механическим путем снимают элементы капсульной оснастки, оставляя готовый электрод.

В возможном варианте исполнения изобретения используют смесь порошков с размером частиц менее 40 мкм.

В возможном варианте исполнения изобретения защитную среду создают путем подачи инертного газа.

В возможном варианте исполнения изобретения в качестве инертного газа защитной среды может быть использован газ аргон.

В возможном варианте исполнения изобретения защитную среду обеспечивают путем непрерывной подачи инертного газа.

В возможном варианте исполнения изобретения процесс механохимического синтеза целевых фаз в высокоэнергетическом режиме работы аттритора проводят в течении 8-40 часов.

В возможном варианте исполнения изобретения охлаждение аттритора проводят посредством водяной рубашки.

В возможном варианте исполнения изобретения один из параметров режима работы аттритора характеризует вращение вала его мешалки.

В возможном варианте исполнения изобретения скорость вращения вала мешалки аттритора в рабочем режиме составляет 200-600 мин<sup>-1</sup>.

В возможном варианте исполнения изобретения скорость аттритора в более медленном режиме работы составляет 30-40 мин<sup>-1</sup>

Применение процесса механохимического синтеза интерметаллидных сплавов обусловлено, тем что в результате формируется дисперсная микроструктура сплава с размером зерен менее 10 мкм, в результате чего в значительной степени повышается пластичность и кратковременная прочность заготовки.

Данный метод является альтернативным классическому литью, при котором получаемые заготовки имеют крупнозернистую структуру и неравномерный химический состав, а также литейные дефекты. Данные негативные факторы не позволяют эффективно проводить процесс центробежного плазменного распыления и получать качественные гранулы.

Процесс механохимического синтеза в аттриторе проводят в защитной среде аргона для снижения вероятности загрязнения порошковой смеси кислородом и другими составляющими воздуха в случае контакта с атмосферой.

В качестве размольной среды используют твердосплавные шары из сплава WC-Co для снижения уровня загрязнения порошковой смеси продуктами износа шаров. При этом используют шары различного диаметра, что позволяет повысить эффективность синтеза более чем на 30%.

Время синтеза обусловлено достижением полного формирования целевых фаз и в значительной степени зависит от состава исходной загружаемой смеси.

Скорость вращения вала мешалки также определяет кинетику синтеза (чем больше скорость, тем быстрее синтез), поэтому используется наибольшее значение, определяемое конструкцией аттритора.

Исходный гранулометрический состав порошковой смеси также влияет на эффективность синтеза, которая в случае использования частиц большего размера снижается вследствие затрат времени и энергии на первоначальное измельчение.

Материал исполнения капсульной оснастки выбирают исходя из анализа возможных реакций порошковой смеси с элементами капсул при высоких температурах, используемых при ГИП, т.е. материал капсулы должен быть инертен по отношению к компонентам порошковой смеси получаемой в аттриторе.

Параметры ГИП в значительной степени зависят от химического и фазового состава компактируемой смеси порошков.

Засыпка порошка в капсульную оснастку под действием вибрации обусловлена необходимостью обеспечения как можно более плотной засыпки порошка. Свободная засыпка порошка может приводить к искажению заданной формы компактной заготовки. Вибрация способствует наибольшей плотности засыпки, которая должна составлять не менее 60% от теоретической плотности компактной заготовки.

Заявляемый способ в примере исполнения можно описать следующим образом.

В аттритор Union Process SD-1 засыпают 5 кг исходной смеси, имеющей следующий состав (табл. 1, %): Ni - 45,5; Al - 45,5; Co - 4,0; Cr - 4,0; Hf - 1,0.

При этом масса шаров аттритора для этого состава составляет 32 кг, а соотношение между шарами - 10 мм/5 мм=50 мас. % / 50 мас. %. В качестве материала шаров используют WC+6 мас. % Co.

Затем создают защитную среду путем непрерывной подачи инертного газа аргона в полость корпуса атритора и на участок контакта вала мешалки с крышкой атритора.

После этого начинают проводить процесс перемешивания со скоростью вращения вала мешалки атритера  $600 \text{ мин}^{-1}$  в течении 18 часов.

По окончании помола атритор подвергают разгрузке путем открывания шиберной задвижки на разгрузочном патрубке внизу корпуса атритора. Порошок под действием медленного вращения вала мешалки ( $30-40 \text{ мин}^{-1}$ ) ссыпается в резервуар, в который также непрерывно подается защитный газ аргон. После завершения разгрузки шибер закрывают и отстыковывают специальный резервуар, порошок в котором находится под защитой атмосферы аргона.

Затем порошок из резервуара под действием вибрации загружают в специальную капсульную оснастку из нержавеющей стали, состоящую из нескольких элементов: полой трубы, удлинителя и крышки. После засыпки капсулу помещают в вакуумную камеру, в которой газ аргон откачивают, и откаченную капсулу заваривают электронным лучом. После заварки герметичную капсулу направляют на процесс ГИП, где подвергают всестороннему сжатию при температуре  $1250-1300^\circ\text{C}$  в течение времени выдержки 3 часа.

После процесса ГИП элементы стальной капсулы снимают токарной обработкой, и в результате получают пруток заданного химического и фазового состава, имеющий повышенную пластичность и кратковременную прочность и однородный химический состав.

Табл. 1 (%)

Ni	Al	Co	Cr	Hf
45,5	45,5	4,0	4,0	1,0

(57) Формула изобретения

1. Способ получения прутковых заготовок для центробежного плазменного распыления из интерметаллидного сплава, отличающийся тем, что в атритор засыпают смесь порошков для получения интерметаллидного сплава, создают защитную среду, проводят механохимический синтез в высокоэнергичном режиме со скоростью вращения вала мешалки  $20-600 \text{ мин}^{-1}$  при одновременном охлаждении атритора с обеспечением получения дисперсной микроструктуры сплава с размером зерен менее  $10 \text{ мкм}$ , после окончания механохимического синтеза атритор переводят режим работы со скоростью вращения вала мешалки  $30-40 \text{ мин}^{-1}$  и пересыпают полученный порошок сплава в герметично соединенный с атритором резервуар, из которого под действием вибрации загружают в капсульную оснастку, затем капсульную оснастку с порошком помещают в вакуумную камеру и герметично заваривают с применением электронно-лучевой сварки, после этого герметично заваренную капсульную оснастку с порошком помещают в газостат и проводят горячее изостатическое прессование, затем капсульную оснастку вынимают из газостата и механическим путем снимают элементы капсульной оснастки с получением прутковой заготовки.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что используют смесь порошков с размером частиц менее  $40 \text{ мкм}$ .

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что защитную среду создают путем подачи инертного газа.

4. Способ по п. 3, отличающийся тем, что в качестве инертного газа защитной среды

используют аргон.

5. Способ по п. 3, отличающийся тем, что осуществляют непрерывную подачу инертного газа.

6. Способ по п. 1, отличающийся тем, что механохимический синтез в  
5 высокэнергичном режиме проводят в течение 8-40 часов.

7. Способ по п. 1, отличающийся тем, что охлаждение атритора проводят посредством водяной рубашки.

10

15

20

25

30

35

40

45