



## Аннотация

Исследованы условия формирования покрытий на основе никелида титана при аргоновой двухдуговой наплавке титановой и никелевой электродных проволок на титановые образцы.

Представлены результаты оценки качества формирования и геометрических параметров шва при двухдуговой наплавке. Установлена зависимость между соотношением скоростей подачи никелевой и титановой проволок и химическим составом наплавленных покрытий. Проведены исследования структуры наплавленного металла в заданном диапазоне режимов наплавки. Показано, что при аргоновой двухдуговой наплавке при установленном соотношении скоростей подачи титановой и никелевой проволок формируются покрытия на основе интерметаллидных фаз  $Ti_2Ni$  и  $TiNi$ .

Установлены механические и эксплуатационные свойства наплавленных покрытий: твердость, стойкость к абразивному изнашиванию и жаростойкость при  $800^{\circ}C$ . Установлено, что показатели относительной износостойкости наплавленных покрытий выше, чем у образцов из титана. Показана зависимость относительной износостойкости покрытий от химического и фазового состава. Установлена зависимость показателей жаростойкости наплавленных покрытий от режимов наплавки и химического состава металла шва.

## **Abstract**

The conditions for the formation of coatings based on titanium nickelide during argon double-arc surfacing of titanium and nickel electrode wires on titanium samples are studied.

The results of evaluation of the quality of formation and geometrical parameters of the weld in double-arc surfacing are presented. The relationship between the ratio of the feed rates of nickel and titanium wires and the chemical composition of the deposited coatings has been established. Investigations of the deposited metal structure were carried out in a given range of surfacing modes. It is shown that in argon double-arc surfacing at a fixed ratio of the feed rates of titanium and nickel wires, coatings are formed based on intermetallic phases  $Ti_2Ni$  and  $TiNi$ .

The mechanical and operational properties of the deposited coatings are established: hardness, resistance to abrasive wear and heat resistance at  $800^{\circ}C$ . It is established that the indicators of relative wear resistance of deposited coatings are higher than those of titanium specimens. The dependence of the relative wear resistance of coatings on the chemical and phase composition is shown. The dependence of the indices of heat resistance of the deposited coatings on the modes of surfacing and the chemical composition of the weld metal is established.

## Содержание

Введение.....	6
1 Способы получения и перспективы применения сплавов и покрытий на основе системы Ti–Ni .....	8
1.1 Диаграмма состояния системы титан – никель .....	8
1.2 Свойства титановых сплавов и область их применения.....	9
1.3 Способы получения и свойства интерметаллидных покрытий на основе системы Ti –Ni.....	10
1.3.1 Метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза	11
1.3.2 Метод горячего прессования .....	12
1.3.3 Технология искрового плазменного спекания.....	13
1.3.4 Электролитическое осаждение металлов .....	15
1.3.5 Аддитивные технологии .....	15
2 Материалы, оборудование, технологический процесс и методика исследований и испытаний .....	18
2.1 Методика исследования процессов двухдуговой наплавки .....	18
2.1.1 Технологический процесс исследования двухдуговой наплавки.....	20
2.1.2 Методика исследования химического состава, микроструктуры и рентгенографического анализа.....	21
2.1.3 Методика испытаний твердости и микротвердости.....	24
2.1.4 Методика испытания на износостойкость .....	25
2.1.5 Методика испытания на жаростойкость.....	26
2.2 Методика исследования двухдуговой плавки.....	27
3 Результаты исследований процессов двухдуговой наплавки, структуры и свойств наплавленного металла.....	30
3.1 Влияние режимов наплавки на геометрию наплавленного валика .....	30
3.2 Исследование химического состава и рентгенографического анализа..	31
3.3 Испытание на твердость.....	40
3.4 Испытание на износостойкость .....	41
3.5 Испытание на жаростойкость .....	42
4 Результаты исследования процессов двухдуговой плавки никелидов титана и их свойств .....	45
4.1 Исследование химического состава, рентгенофазового анализа и микроструктуры .....	45
4.2 Испытание слитков на твердость .....	50

5	Безопасность и экологичность .....	52
5.1	Технологическая характеристика объекта .....	52
5.2	Персональные риски, возникающие при реализации технологического процесса .....	53
5.3	Технические и организационные предложения по уменьшению выявленных при анализе проектной технологии профессиональных рисков .....	55
5.4	Технические и организационные предложения по обеспечению пожарной безопасности.....	57
5.5	Оценка безопасности для природной среды предлагаемых технических решений.....	58
6	Оценка экономической эффективности.....	60
6.1	Состав затрат на проведение ВКР .....	60
6.2	Материальные затраты .....	60
	Заключение .....	62
	Список используемой литературы .....	64

## Введение

Сплавы на основе интерметаллидного соединения Ti-Ni обладают уникальным комплексом специальных свойств, что делает перспективным их применение как в машиностроении, так и в современной медицине.

Благодаря биосовместимости и механическому поведению близкому к поведению биологических тканей, никелид титана может применяться для изготовления имплантатов.

Эффект памяти формы, которым характеризуется никелид титана, позволяет использовать его для изготовления «деталей устройств и механизмов, функционирующих в температурно-силовых и деформационных режимах» [9], а жаростойкость - в высокотемпературных режимах.

«Потребность в изделиях из никелида титана, особенно для медицинских нужд, в последние годы все возрастает, необходимы более совершенные технологии получения и обработки таких сплавов» [9].

«Наряду с коррозионной стойкостью сплавы на основе титана и никеля характеризуются высокими показателями жаростойкости, что делает перспективным их применение для изделий, работающих в условиях высоких температур» [9].

Особые триботехнические свойства никелидов титана в сочетании с высокой демпфирующей способностью и сопротивлением коррозионно-эрозионным воздействиям определили его "триботехнический феномен" и определили его перспективность применения в качестве "трибоматериала".

«Существует и реализуется множество технологий получения интерметаллидных сплавов, в т.ч. и никелида титана, например, выплавка в дуговых и индукционных печах, электролиз расплавленных сред, спекание, самораспространяющийся высокотемпературный синтез.

Однако перечисленные технологии отличаются высокой энергоемкостью процессов и значительной стоимостью как оборудования, так и металлических порошков.

Для получения сплавов на основе никелида титана была предложена технология двухдуговой наплавки в аргоне с применением электродных проволок из титана и никеля, а также плавка в графитовую форму. Такими способами можно формировать как изделия необходимой формы, так и наносить покрытия на поверхность уже готовых изделий» [9].

«Преимуществами предлагаемых способов являются возможность получения сплавов с заданным составом и удешевление производства» [9] сплавов за счет применения более простой технологии.

Целью работы является расширение области применения сплавов на основе системы титан - никель за счет проведения исследований процессов формирования, состава, структуры и свойств никелидов титана, полученных двухдуговой наплавкой и плавкой плавящимися электродами на основе титана и никеля в среде аргона.

# 1 Способы получения и перспективы применения сплавов и покрытий на основе системы Ti–Ni

## 1.1 Диаграмма состояния системы титан – никель

«Обобщенная диаграмма состояния Ni-Ti представлена на рисунке 1. В системе образуются три соединения:  $Ti_2Ni$ ,  $TiNi$  и  $TiNi_3$ . Соединение  $Ti_2Ni$  образуется по перитектической реакции и имеет область гомогенности. При температуре  $700\text{ }^{\circ}C$  область гомогенности составляет  $\sim 2\%$  (ат.) и несколько сужается с понижением температуры.

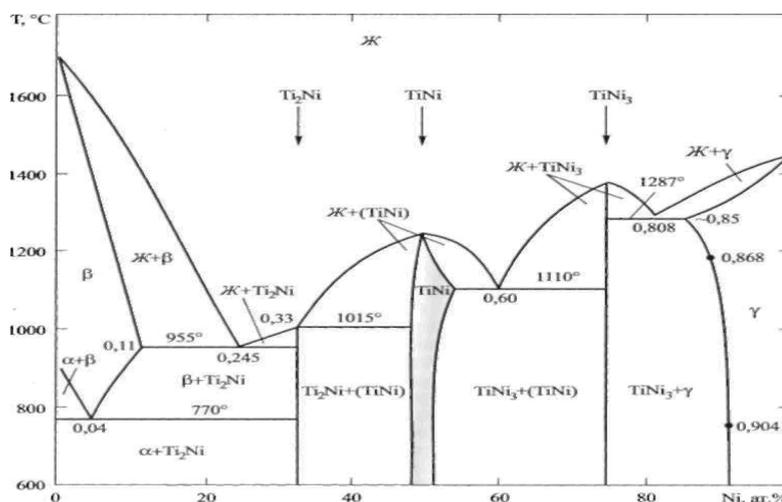


Рисунок 1 – Диаграмма состояния системы титан – никель

Соединение  $TiNi$  кристаллизуется из расплава при  $1310\text{ }^{\circ}C$ . С понижением температуры растворяет в себе некоторое количество Ni в Ti, что приводит к образованию области его гомогенности. Максимальная область гомогенности  $TiNi$  при  $1118\text{ }^{\circ}C$  простирается от 49,5 до 57 % (ат.) Ni. Предполагается, что при температуре ниже  $630\text{ }^{\circ}C$   $TiNi$  эвтектоидно распадается на смесь двух фаз  $Ti_2Ni + TiNi_3$ .

Соединение  $TiNi_3$  плавится конгруэнтно при  $1380\text{ }^{\circ}\text{C}$ . В системе  $Ni—Ti$  имеют место три эвтектических, одно перитектическое и одно эвтектоидное превращение (другое при  $630\text{ }^{\circ}\text{C}$  точно не установлено)» [4].

## 1.2 Свойства титановых сплавов и область их применения

«Сплавы на основе никелида титана способны развивать напряжения возврата  $400 \div 500$  МПа при заданной деформации растяжением  $8 - 9\%$  и термически восстанавливать эту деформацию полностью. Эти обстоятельства, несмотря на сравнительно высокую стоимость сплавов никелида титана, делают их незаменимыми и обуславливают в настоящее время и в будущем их широкое, а в ряде случаев исключительное практическое применение в качестве функционального материала нового поколения. Материалы с ЭПФ эффективно применяются в различных отраслях промышленности при производстве:

- исполнительных и силовых приводов (аварийный выпуск шасси самолета);
- микророботов, манипуляторов;
- разворачивающихся антенн и мачт, технологической оснастки;
- тепловых двигателей для преобразования тепловой энергии в механическую;
- автоматических датчиков, клапанов, переключателей, предохранителей;
- соединительных элементов различных конструкций и назначения;
- разъемных и неразъемных соединений трубопроводов различного назначения» [1].

«Наряду с используемыми в газовых турбинах авиадвигателей жаропрочных сложнолегированных сплавов на основе никеля, в структуре которых содержится до  $60\%$  интерметаллида  $NiAl$  (в виде  $\gamma'$ -фазы), что дает основание считать их интерметаллидными, в 70 г.г. был создан новый класс

интерметаллидных материалов на основе никелида титана, способных заменять в компрессорах (рабочие и спрямляющие лопатки, колеса отдельных ступеней) не только конструкционные и жаропрочные стали (30ХГС, 13Х14НЗВ2ФР, 14Х17Н2 и др.), но и используемые в настоящее время титановые сплавы (ВТЗ-1, ВТ8, ВТ8-1, ВТ 10 и др.). Никелид титана в отличие от последних имеет более высокую твердость, износостойкость, усталостную прочность, демпфирующие свойства и при контакте и трении между подвижными поверхностями не сваривается и не возгорается. При плотности на 40% выше титановых сплавов термически упрочненный никелид титана не уступает им по удельной прочности. Кроме этого, никелид титана является перспективным материалом и для изделий медицинского назначения. Так, возможность изготовления имплантов на основе такого сплава широко исследуются более 30 лет. На основе никелида титана были разработаны материалы с физико-механическими свойствами, близкими к тканям организма. Это стало возможно, благодаря открытию явления гистерезисного запаздывания биологических тканей» [18]. Понимание биомеханического гистерезисного поведения тканей привело к формированию более жестких и конкретных требований к имплантам и обусловило создание нового класса материалов.

### **1.3 Способы получения и свойства интерметаллидных покрытий на основе системы Ti –Ni**

«Основными способами производства сплавов на основе никелида титана являются методы литья и порошковой металлургии. Литейные технологии включают методы вакуумно-электродугового и вакуумно-индукционного переплавов. Применение литейных технологий для изготовления нитиноловых имплантов осуществляется уже на протяжении многих лет. Однако такие способы весьма трудоемки из-за необходимости получения заданного химического состава» [23,24]. «К тому же литые

импланты требуют затем дальнейшей обработки с учетом индивидуальных особенностей пациента» [16]. «Технологии порошковой металлургии позволяют получать пористые и плотные материалы на основе никелида титана с мелкозернистой структурой и минимальной сегрегацией примесей. Распространение получили методы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза и методы спекания высокочистых порошковых компонентов сплава» [2].

### **1.3.1 Метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза**

«Один из эффективных процессов получения интерметаллидов основан на использовании метода самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), сущность которого заключается в реализации автоволновой экзотермической реакции в конденсированных фазах. Метод был разработан в 1967 году А.Г. Мержановым с сотрудниками. Для него характерны низкие энергетические затраты, простота оборудования и высокая производительность. СВС процесс включает три основные стадии: смешение компонентов при низких температурах, когда химическая реакция не развивается; инициирование экзотермической реакции между компонентами порошковой смеси (воспламенение, зажигание); самоподдерживающееся протекание химической реакции без участия внешних источников тепла. В результате реакции материалов получают продукты сгорания в виде химических соединений» [15].

«При использовании технологии СВС для синтеза интерметаллидов сложно избежать образования пор. На процесс формирования пор при спекании влияют как внешние технологические факторы, связанные со скоростью прессования компактов и с наличием адсорбированного газа на поверхности порошка, так и изменение молярного объема при переходе исходных реагентов в продукты реакции» [25].

«Практика применения метода СВС насчитывает более 40 лет. Несмотря на такой длительный срок анализируемый метод не нашел применения в крупнотоннажных производствах. Существует несколько причин, объясняющих ограничения в применении данного метода. Основными из них являются высокая стоимость исходного сырья по сравнению с традиционными печными продуктами, сложность подбора оптимальных режимов спекания, высокие требования к химическому составу исходных материалов и необходимость точного воспроизведения технологических условий» [15].

### **1.3.2 Метод горячего прессования**

«Для получения плотных материалов из интерметаллидов с улучшенными механическими свойствами хорошо зарекомендовал себя метод горячего прессования (ГП). Особенности реализации данного метода порошковой металлургии позволяют сократить рост зерен материала в процессе спекания, что благоприятно сказывается на его механических свойствах» [15].

«При проведении горячего изостатического прессования (ГИП) порошок, помещенный в контейнер, нагревается до повышенной температуры (выше или ниже температуры растворения  $\gamma'$ -фазы в зависимости от требуемого размера зерна в спечённом образце) и выдерживается в этих условиях под повышенным давлением ( $\sim 100$  МПа). Комбинированное воздействие температуры и давления на порошковую массу вызывает её уплотнение» [15].

«В промышленном производстве применяется также процесс консолидации порошковой смеси, основанный на горячем компактировании материала при нагреве ниже температуры растворения  $\gamma'$ -фазы с последующей экструзией компакта. Предварительное горячее прессование обычно осуществляют в закрытой матрице (возможно также применение и метода ГИП). Порошок, консолидированный до значений относительной

плотности составляющей более 95 % от теоретической, подвергается экструзии до получения высокоплотного материала. Полученная таким образом заготовка обладает мелкозернистой рекристаллизованной структурой» [11].

«Основным недостатком метода горячего прессования, ограничивающим его применение, является существенный рост зерна компактированных материалов при спекании наноразмерных порошков. Это в свою очередь сказывается на прочности готовых материалов» [15].

### **1.3.3 Технология искрового плазменного спекания**

«Одним из наиболее эффективных методов консолидации порошков и формирования качественных материалов на основе интерметаллидов в последние десятилетия является спекание за счёт пропуска электрического тока через образец при одновременном механическом нагружении. Методы спекания с использованием электрического тока условно можно разделить на три вида: спекание за счёт выделения джоулев тепла в спекаемом образце (в технической литературе используется термин – спекание «сопротивлением»), импульсное спекание и электроразрядное (искровое) спекание. Работа, в которой впервые была продемонстрирована возможность консолидации порошков электрическим током с применением метода спекания сопротивлением, была опубликована в 1933 году. Позднее процесс спекания сопротивлением был модифицирован и к воздействию тока на образец было добавлено приложение давления. Основное отличие процессов спекания сопротивлением и электроимпульсного спекания заключается в использовании в последнем случае постоянного тока в импульсном режиме, создающем в образце электрические разряды. Для получения высокоплотного компакта приложения тока к образцу не достаточно. Поэтому в качестве дополнительных факторов, способствующих процессу консолидации частиц в порошковой смеси, используют механическое давление и нагрев. Существуют различные разновидности

данного метода. К ним относят электроразрядное спекание (ЭРС) электроимпульсное спекание под давлением (ЭИСД), электроимпульсное спекание, электроимпульсное плазменное спекание, искровое плазменное спекание (ИПС) и другие» [15].

«Процесс искрового плазменного спекания осуществляется в вакууме либо в среде инертного газа – аргоне или гелии. В тех случаях, когда требуются высокие температуры нагрева (до 1300 К) обычно используют графитовые пресс-формы, тогда как пресс-формы из карбида вольфрама или нержавеющей стали имеют преимущества при более низких температурах, поскольку выдерживают более высокие давления» [15].

«Основным преимуществом использования технологии искрового плазменного спекания является уплотнение порошков при более низких температурах и за гораздо меньшее время по сравнению со стандартным твердотельным синтезом. Благодаря этому можно получать материалы более высокого качества» [15].

«Метод позволяет эффективно контролировать пористость спекаемых материалов и получать компактные образцы соединений, обычное прессование которых практически неосуществимо. Искровое плазменное спекание является одним из возможных способов снижения энергозатрат при производстве материалов. При проведении процесса ИПС не требуется проводить предварительную обработку материала давлением и нет необходимости в использовании специальных связующих компонентов. Изготовление деталей происходит сразу в окончательной форме. Исходная микроструктура порошков при этом сохраняется» [14].

«Главное преимущество технологии искрового плазменного спекания перед традиционным горячим прессованием заключается в высоких значениях локальной температуры в зонах контакта частиц. Большие скорости спекания материала могут явиться причиной формирования в нём структуры метастабильного типа. Электрический разряд, возникающий между частицами порошка, приводит к удалению с их поверхности плёнок

оксидов и адсорбированных примесей и тем самым активирует их для последующего спекания» [23].

### **1.3.4 Электролитическое осаждение металлов**

«Электролитическое осаждение металлов основано на законах электролиза. В электролите образуются молекулы, расщепленные (диссоциированные) на электрически заряженные частицы - ионы, которые могут быть представлены атомами или группами атомов. Под действием электрического тока, пропускаемого через электролит, положительные ионы (катионы) движутся к катоду, а отрицательные ионы - к аноду. Положительные ионы представлены металлом, входящим в электролит (хромом, никелем и др.), и водородом  $H_2$ , а отрицательные - кислотными остатками, например,  $SO_4$ , и водными остатками  $OH$ » [10].

«Для электролитического осаждения металлов необходим достаточно мощный источник постоянного тока. Широко применяются полупроводниковые выпрямители с трансформатором и электромашинные агрегаты. Для мелких деталей в лабораторных условиях часто достаточно батареи аккумуляторов» [17].

«Успех электролитического осаждения металлов на титан и его сплавы зависит от предварительной подготовки поверхности титана и прежде всего от удаления с нее оксидной пленки и альфирванного слоя, а также от природы электролита и режима электролиза. Толстые оксидные пленки и альфирванный слой удаляют с поверхности титана преимущественно механически; тонкие - химическим или электрохимическим способом» [12].

### **1.3.5 Аддитивные технологии**

В качестве альтернативы, как российскими, так и зарубежными учеными, последнее десятилетие активно исследуется возможность применения аддитивных технологий для получения металлических сплавов, в том числе и на основе никелида титана. Аддитивные технологии являются

перспективными для мелкосерийного и единичного производства, в т.ч. и для производства медицинских изделий. Такие технологии являются принципиально новыми методами в производстве металлических изделий. Их использование допускает как непосредственно создание изделий «с нуля», так и обработку уже имеющихся, причем изготовленный материал имеет механические и физические характеристики, идентичные свойствам материала, полученного традиционными способами. В исследованиях современных авторов в основном отражены способы получения металлопорошковых материалов.

«Исследование применимости аддитивных технологий для получения металлических изделий активно ведется в исследовательских центрах США. Наиболее известны разработки специалистов Мэрилендского университета. Так, например, международная команда исследователей, возглавляемая профессором Мэрилендского университета Ичиро Такеучи, разработала улучшенный эластокалорический охлаждающий материал на основе Ni-Ti сплава по аддитивной технологии. Получившийся продукт превзошел по эффективности аналоги и был полностью экологичным [опубликовано в журнале Science от 29 ноября 2019]. Рассматриваются возможности применения послойного синтеза медицинских изделий из никелида титана с применением лазерных технологий» [16,19-22,26,]. «Основные современные направления аддитивного производства изделий из никелидов титана включают методы селективного лазерного спекания/плавления (СЛС/П), которые позволяют осуществлять послойное плавление и синтез объемных 3D-изделий для широкого диапазона металлических порошковых материалов и их смесей со значительно различающимися свойствами, включая их температуры плавления» [8,25].

## Выводы по главе 1 и постановка задач

1. Сплавы на основе никелида титана, обладающие эффектом памяти формы, используются в качестве деталей устройств и механизмов, функционирующих в температурно-силовых и деформационных режимах. Наряду с коррозионной стойкостью сплавы на основе титана и никеля характеризуются высокими показателями жаростойкости, что делает перспективным их применение для изделий, работающих в условиях высоких температур.

2. Проанализированные способы получения никелидов титана и покрытия на их основе, такие как самораспространяющийся высокотемпературный синтез, горячего прессования, искрового плазменного спекания и электролитическое осаждение металлов имеют следующие недостатки высокая стоимость металлических порошков, сложность технологического оборудования, а также высокую энергоемкость.

Для достижения цели выпускной квалификационной работы поставлены следующие задачи:

1. Разработка методики исследования процессов двухдуговой наплавки и двухдуговой плавки сплавов системы титан-никель с применением титановой и никелевой электродных проволок.

2. Исследование процессов формирования, структуры, химического и фазового состава наплавленных сплавов и слитков системы титан-никель с применением титановой и никелевой электродных проволок.

3. Исследование механических и эксплуатационных свойств наплавленных сплавов и слитков системы титан-никель с применением титановой и никелевой электродных проволок.

## 2 Материалы, оборудование, технологический процесс и методика исследований и испытаний

### 2.1 Методика исследования процессов двухдуговой наплавки

Исследования двухдуговой наплавки проводились с использованием никелевой и титановой проволоками на листы из титана марки ВТ1-0 толщиной 10 мм.

«Наплавку выполняли двумя дугами от независимых источников тока, возбуждаемыми между электродными проволоками и образцом. Наплавка выполнялась в автоматическом режиме на специально разработанной и сконструированной установке (рисунок 2). В качестве источников сварочного тока применяли аппараты Kemract 323R (рисунок 3) фирмы КЕМРРИ, Финляндия» [2].



Рисунок 2 – Установка для двухдуговой наплавки

В качестве наплавочных материалов применяли: электродные проволоки марок НП-2 и ВТ1-0, диаметром 1,2 мм. Для защиты расплавленного металла применяли аргон высшего сорта по ГОСТ 10157-2016.



Рисунок 3 – Полуавтомат Kemppi Kemract 323 R

Режимы наплавки на титановые пластины устанавливали в следующих диапазонах: напряжение  $U = 17- 18,5$  В, скорость сварки  $V_{св} = 0,15$  м/мин, расход аргона - 10-12 л/мин, скорость подачи титановой проволоки  $V_{п.п. Ti}$  скорость подачи никелевой проволоки 3,5 м/мин,  $V_{п.п. Ni}$  изменяли в пределах = 4,5-6 м/мин. Данные по режимам наплавки представлены в таблице 1.

Таблица 1 - Режимы двухдуговой наплавки сплавов системы титан-никель

Образец	Напряжение на титановой проволоке, В	Напряжение на никелевой проволоке, В	Скорость подачи никелевой проволоки, м/мин	Скорость подачи титановой проволоки, м/мин
1	16	16	2,5	3,5
2	17,5	17,5	2	4
3	16	16	1,5	4
4	16	16	2	4,5
5	16	16	3	3,5
6	16	16	3,5	3,5
7	16	16	4	3,5
8	16	16	4,5	3,5
9	16	16	5	3,5
10	16	16	4	3

Качество формирования наплавленных валиков, наличие трещин на них и других поверхностных дефектов оценивалось методом визуально-измерительного контроля с применением лупы, измерительных инструментов и шаблонов.

### 2.1.1 Технологический процесс исследования двухдуговой наплавки

Производим разметку пластин 150x150 мм на титановом листе марки ВТ1-0 с размерами 1000×1250×10 мм.

Используя плазменную установку TECHNOCUT (рисунок 4) отрезаем пластины, по ранее произведенной разметке.



Рисунок 4 – Плазмарез TECHNOCUT

Для удаления продуктов горения, грязи, брызг и оксидной пленки производим поверхностную зачистку пластин, используя УШМ с лепестковым кругом, пластины зачищаем до металлического блеска.

После поверхностной подготовки пластин укладываем их на наплавочный терминал (рисунок 2).

Далее производим наплавку на вырезанных и подготовленных пластинах, используя режимы, указанные в таблице 1, по 4 валика на пластину. Используя 2 полуавтомата Kemppi Kemract 323 R (рисунок 3).

Затем для удобства проведения исследований наплавленных валиков на твердость, износостойкость, жаростойкость, химический и рентгенофазовый состав вырезаем валики из пластины для последующей подготовки.

На вырезанных валика размечаем участок длиной 20 мм для исследования на химический и рентгенофазовый состав, участок длиной 15 мм для исследования на износостойкость, участок длиной 10 мм для исследования на жаростойкость, затем производим резку по размеченным участкам.

На всей верхней части остального валика делается ровная гладкая площадка лепестковым кругом для исследования на твердость.

Из участка длиной 15 мм вырезаем параллелепипед с размерами поверхности валика 10×5 мм, далее образец подвергают абразивному изнашиванию.

Из участка длиной 10 мм вырезаем металл валика с размерами 5x5x5 мм, далее образец подвергаю испытанию на жаростойкость.

У участка длиной 20 мм шлифуем торцевые поверхность для исследования химического и рентгенофазового состава.

### **2.1.2 Методика исследования химического состава, микроструктуры и рентгенографического анализа**

«Исследование химического состава и микроструктуры образцов металла проводились методами растровой электронной микроскопии (РЭМ)

на комплексе сканирующего электронного микроскопа LEO 1455 VP (ZEISS, Германия) (рисунок 5) с блоками рентгеновского энергетического спектрометра INCA Energy-300 и рентгеновского волнового спектрометра INCA Wave-500» [7]. «Исследования химического состава металла шва методом РЭМ проводилось в отдельных дискретных областях по сечению в продольном и поперечном направлениях. В каждой области определялось массовое содержание элементов. Волновой и энергетический спектрометры могут работать отдельно и совместно, дополняя друг друга. Идеальным вариантом является совместное использование обоих спектрометров. Программа Energy+ позволяет работать волновому и энергетическому спектрометрам как единой системе, что расширяет возможности каждого и спектрометров и увеличивает производительность и точность анализов. Погрешность определения содержания компонентов составляла не более 0,01%.

Увеличение микроскопа определяется исходя из соотношения линейного размера полученного оптической системой изображения объекта и фактического линейного размера объекта» [13].



Рисунок 5 – Микроскоп LEO 1455 VP

«Рентгенофазовый анализ (РФА) проводили на рентгеновском дифрактометре Bruker D8 AdvanceEco (Bruker AXS GmbH) (рисунок 6) с

вертикальным  $\theta$ - $\theta$  гониометром. Для образцов сплавов системы Ni-Ti использовали схему съемки по Брэггу-Брентано. Съемку исследуемых образцов осуществляли в излучении медного анода ( $\lambda=1,54060\text{\AA}$ ). Напряжение на трубке - 40 кВ, ток накала - 25мА. Время экспозиции 1 с, шаг сканирования  $0,02^\circ$ . Фокусировка на исследуемом участке и вывод поверхности образца в центр фокусирующей окружности осуществлялись с помощью системы лазерного наведения. При съемке в геометрии Брегга-Брентано использовали никелевый  $K\beta$  – фильтр. Образцы исследовали на отражение, интенсивность дифракционной картины регистрировали с помощью позиционно-чувствительного детектора SSD160 линейного типа с числом каналов 160.

Идентификацию фаз осуществляли в программном обеспечении к дифрактометру Diffrac.EVA (version 4.2.1) с использованием лицензионной базы данных PowderDiffraction File-2 (TheInternationalCenterforDiffractionData)» [5].



Рисунок 6 – Дифрактометр Bruker D8 AdvanceEco

«Для полуколичественного рентгеновского анализа сплавов системы Ni-Ti применяется метод корундовых чисел, в котором в качестве внутреннего стандарта сравнения используется синтетический корунд ( $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Вычисленные отношения интенсивности пика определяемой фазы  $I$  к

интенсивности пика стандарта  $I_c$  (корундовые числа  $k$ ) приводятся в соответствующих карточках базы данных PDF-2» [9].

### **2.1.3 Методика испытаний твердости и микротвердости**

Твердость измеряли с помощью стационарного универсального твердомера HBRV-187.5 (рисунок 7) по шкале HRC. Микротвердость фаз определялась с помощью микротвердомера ПМТ-3М.

Универсальный твердомер HBRV-187.5 подходит для определения твердости черных металлов (сталь, чугунное литье, малоуглеродистая сталь и закаленная сталь) и цветных металлов (сплавы алюминия и меди). Он так же подходит для определения твердости твердых сплавов, науглероженных и химически обработанных слоев. HBRV-187.5 может применяться на производстве, в научно-исследовательских институтах, в лабораториях при университетах и колледжах.



Рисунок 7 – Твердомер HBRV-187.5

Микротвердомер ПМТ-3М (рисунок 8) предназначен для измерения микротвердости материалов, сплавов, стекла, керамики и минералов методом вдавливания в испытуемый материал алмазного наконечника Виккерса с квадратным основанием четырехгранной пирамиды, обеспечивающей

геометрическое и механическое подобие отпечатков по мере углубления индентора под действием нагрузки.



Рисунок 8 – Микротвердомер ПМТ-3М

Измерение диагоналей отпечатков производят с помощью фотоэлектрического окулярного микрометра ФОМ-1-16 с автоматической обработкой результатов измерения или с помощью винтового окулярного микрометра МОВ-1-16х.

#### **2.1.4 Методика испытания на износостойкость**

«Износостойкость наплавленного покрытия определялась способностью его поверхностных слоев противостоять внедрению абразивных частиц при абразивном изнашивании о закрепленные частицы и оценивалась относительной износостойкостью» [8], «установка для определения износостойкости показана на (рисунке 9) и состоит из станины 1 с закрепленным приводом 2, соединенным с металлическим диском 3. Металлический диск снабжен зажимами, с помощью которых на нем крепится абразивная шкурка. На станине под диском расположены тиски 4 для установки испытуемых образцов 5.

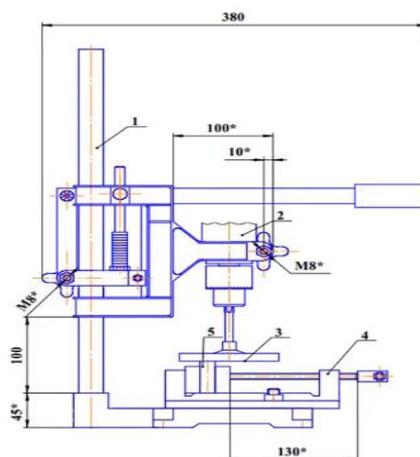


Рисунок 9 – Установка для испытания наплавленных образцов на износостойкость

Установка снабжена таймером, позволяющим задавать, необходимое время испытаний. Давление на образец при испытании регулируется установкой грузов на рычаг.

### 2.1.5 Методика испытания на жаростойкость

«Жаростойкость наплавленного металла оценивалась путем выдержки образцов с одинаковой площадью поверхности при 800°C в муфельной печи SNOL 30/1100 (рисунок 10).



Рисунок 10 – Муфельная печь SNOL 30/1100

Образцы с одинаковой площадью поверхности вырезали из наплавленных валиков. Жаростойкость оценивалась по относительному изменению массы образцов» [8]. Испытания проводились в течение 300, 400, 500 и 800 часов.

## 2.2 Методика исследования двухдуговой плавки

В исследовании электродуговой плавки в среде аргона с применением никелевой и титановой электродных проволок проводили в графитовой форме и получали слитки диаметром и высотой 30 мм. Для плавки использовали никелевую и титановую проволоки марок НП-2 и ВТ1-0, диаметром 1,2 мм.

«Плавку выполняли двумя электрическими дугами от независимых источников тока, возбуждаемыми между электродными проволоками и графитовым тиглем» [9]. Для плавки использовали автоматическую установку с двумя сварочными источниками тока Керракт 323R фирмы КЕМРПИ с подающими механизмами и двумя сварочными горелками ММТ 42С (рисунок 11). «При формировании слитков напряжение на дугах составляло  $U = 16 - 17$  В, расход аргона на каждой горелке – 10 - 12 л/мин, скорость подачи титановой проволоки  $V_{Ti}$  изменяли в пределах 3,5 - 4,5 м/мин, скорость подачи никелевой проволоки  $V_{Ni} = 1,5 - 4$  м/мин» [9], режимы плавки указаны в таблице 2.

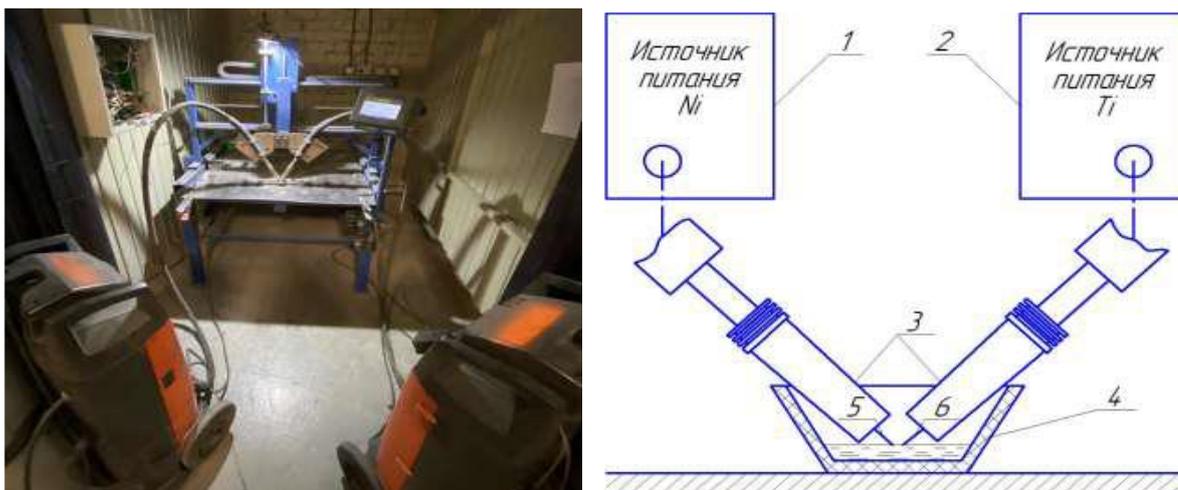


Рисунок 11 – Внешний вид и схема экспериментальной установки для двухдуговой плавки: 1,2 - источники питания с подающими механизмами Керракт 323R; 3 - сварочные горелки ММТ 42С; 4 - графитовый тигель; 5 - никелевая электродная проволока; 6 – титановая электродная проволока

«Выбор скорости подачи электродных проволок проводили исходя из расчетного содержания никеля в сплавах на уровне 40-70%, что соответствует области существования интерметаллидной фазы NiTi. Регулирование скорости подачи электродных проволок позволяло получать слитки различного химического состава в указанных пределах» [9].

Таблица 2 – Режимы двухдуговой плавки и химический состав сплавов системы титан – никель

Образец	Напряжение на титановой проволоке, В	Напряжение на никелевой проволоке, В	Скорость подачи никелевой проволоки м/мин	Скорость подачи титановой проволоки м/мин	Отношение скорости подачи никелевой проволоки к титановой
1	16,0	16,0	2,5	3,5	0,71
2	17,5	17,5	2,0	4,0	0,50
3	16,0	16,0	1,5	4,0	0,38
4	16,0	16,0	2,0	4,5	0,44
5	16,0	16,0	3	3,5	0,86
6	16,0	16,0	3,5	3,5	1,00
7	16,0	16,0	4	3,5	1,14

Технологический процесс исследования двухдуговой плавки.

Для получения образцов для механических испытаний двухдуговой плавкой в графитовой форме (рисунок 12) с размерами 2500x250x35 мм при помощи фрезерного станка выпиливаем пазы глубиной 8 мм и шириной 10 мм для последующей плавки.

Далее производим двухдуговую плавку в подготовленные пазы на режимах указанных в таблице 2.

После из выплавленного слитка вырезается часть длиной 20 мм для исследования химического состава и микроструктуры остальная верхняя и нижняя части слитка зачищались лепестковым кругом для испытания на твердость.

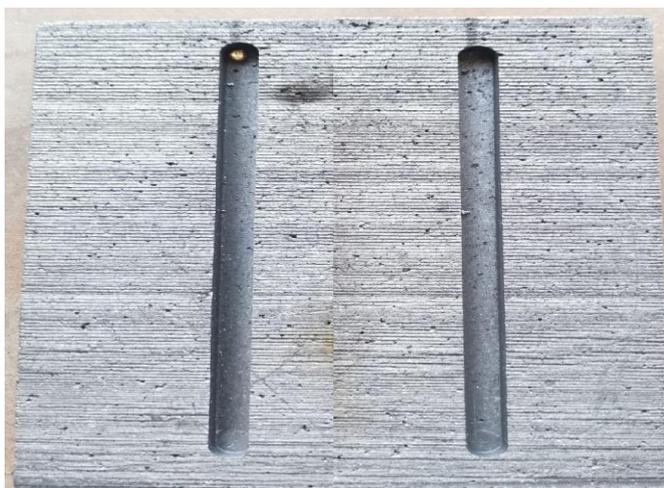


Рисунок 12 – Графитовая форма с вырезанными пазами под плавку

Исследование химического состава, микроструктуры и твердости выплавленных слитков, методом двухдуговой плавки никелевой и титановой электродных проволок в среде аргона проводили аналогичными способами, как и исследования образцов полученных двухдуговой наплавкой.

#### Выводы по главе 2

Определен технологический процесс двухдуговой наплавки и плавки сплавов системы титан – никель в среде аргона, а также методика проведения исследования химического состава, микроструктуры, рентгенографического анализа и испытаний на твердость, износостойкость и жаростойкость.

### 3 Результаты исследований процессов двухдуговой наплавки, структуры и свойств наплавленного металла

#### 3.1 Влияние режимов наплавки на геометрию наплавленного валика

При наплавке сплава системы Ti-Ni на поверхность титана в указанном диапазоне режимов формируются гладкие валики без видимых дефектов (рисунок 13), шириной 12-14 мм, с высотой выпуклости 2,5-4,6 мм и глубиной проплавления 1,5-3,1 мм. Коэффициент формы шва составляет 2-3 геометрические параметры всех образцов указаны в таблице 3.



Рисунок 13 – Внешний вид наплавленных образцов

Таблица 3 – Геометрические параметры наплавленных образцов

Образец	Ширина валика g, мм	Проплавление валика e, мм	Усиление валика h, мм
1	12,5	2,5	3
2	13	3,2	1,5
3	12	2,9	1,9
4	14,1	2,9	1,8
5	13,1	2,9	3,1
6	14	3,8	3,1
7	13,5	4,6	3,1
8	14,6	3,3	2,6
9	16,3	4,3	4
10	14,8	3,15	2,2

Исследование геометрических параметров показало, что при увеличении соотношения скорости подачи титановой проволоки к скорости подачи никелевой проволоки ширина валика, усиление валика и глубина проплавления уменьшаются (рисунок 14).

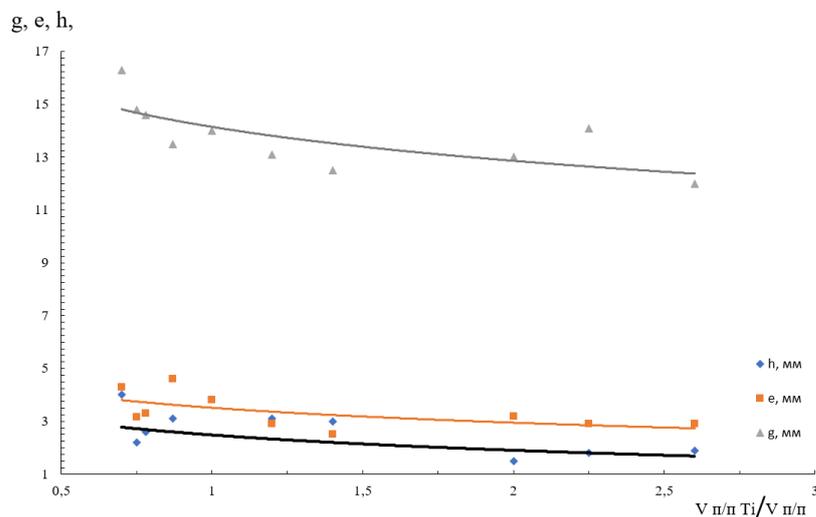


Рисунок 14 – Зависимость геометрических параметров от соотношения скоростей подач титановой проволоки к никелевой проволоке, высота валика (h), глубина проплавления (e), ширина валика (g)

На образце, наплавленном со скоростями подачи  $V_{п.п. Ti} = 3,5$  м/мин,  $V_{п.п. Ni} = 3,5$  м/мин, обнаруживаются микротрещины, что вероятно связано образованием значительного объема хрупких интерметаллидных фаз.

### 3.2 Исследование химического состава и рентгенографического анализа

Микрорентгеноспектральный анализ показал, что металл шва содержит в среднем от 28,6 до 48,6 % никеля, в зависимости от соотношения скоростей подачи титановой и никелевой проволоки (рисунок 15).

При этом наблюдается неравномерное распределение никеля по сечению наплавленного валика. Наибольшая сегрегация никеля зафиксирована при режимах:  $V_{п.п. Ti} = 4$  м/мин,  $V_{п.п. Ni} = 2$  м/мин, и  $V_{п.п. Ti} = 3,5$

м/мин,  $V_{п.п.Ni} = 3$  м/мин. Разница по содержанию составляет до 6-7%, при этом большее количество никеля наблюдается в нижней части шва, что связано с более высокой плотностью никеля относительно титана, химический состав полученных образцов указан в таблице 4.

Таблица 4 – Химический состав наплавленных образцов

Образец	Скорость подачи никелевой проволоки, м/мин	Скорость подачи титановой проволоки, м/мин	Соотношение скоростей подачи титановой проволоки к никелевой	Содержание никеля, %
1	2,5	3,5	1,4	36,5
2	2	4	2	34,8
3	1,5	4	2,6	32,8
4	2	4,5	2,25	34,5
5	3	3,5	1,2	39,8
6	3,5	3,5	1	42,2
7	4	3,5	0,87	44,8
8	4,5	3,5	0,78	47,5
9	5	3,5	0,7	48,6
10	4	3	0,75	46,6

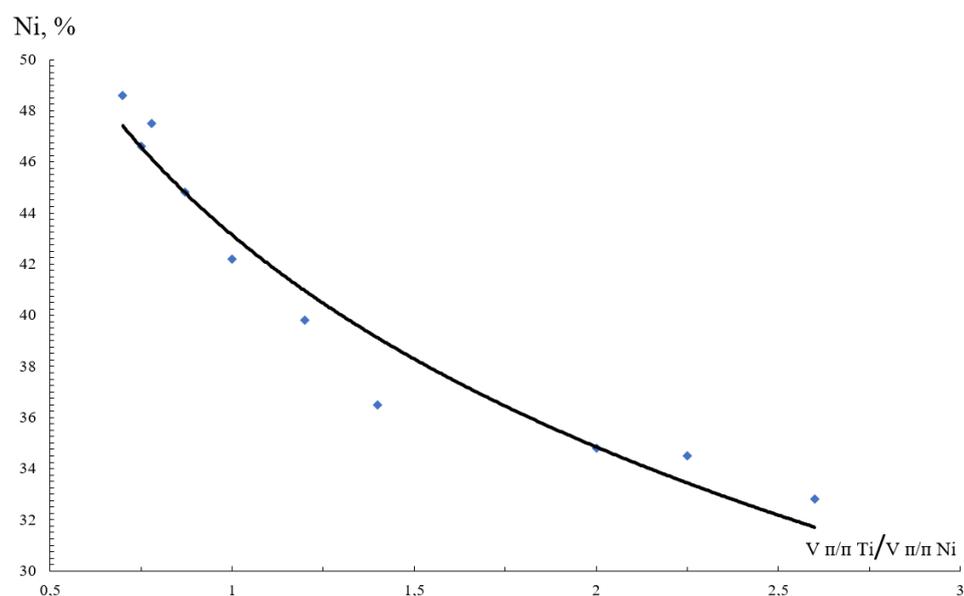


Рисунок 15 - Зависимость среднего содержания никеля в наплавленном металле от соотношения скоростей подачи титановой и никелевой проволок

Микроструктурный анализ первого образца, наплавленный при скоростях проволок  $V_{п.п.Тi} = 3,5$  м/мин,  $V_{п.п.Нi} = 2,5$  м/мин, показал, что в металле шва присутствуют различные включения (рисунок 16), также в нем содержится 35,9 % никеля (рисунок 18).

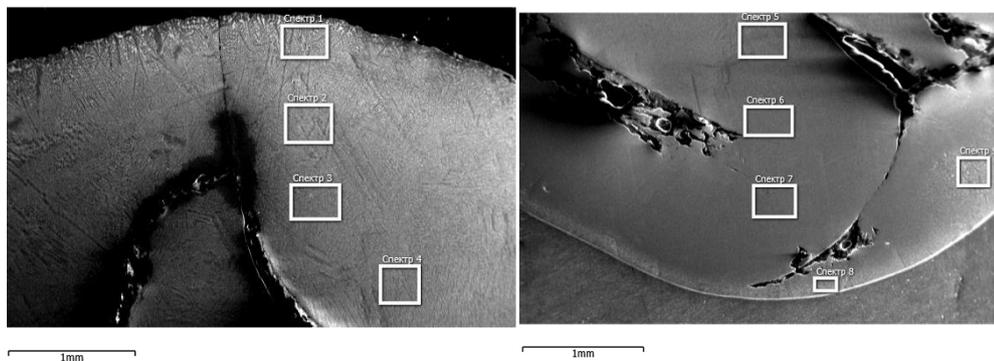


Рисунок 16 – Микрошлиф первого образца верхней части слева и нижнего справа

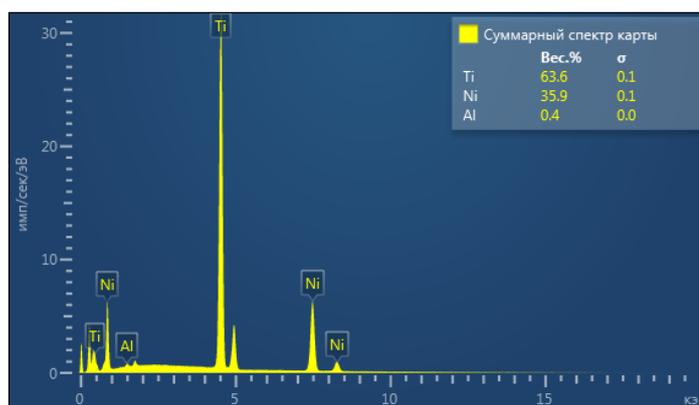


Рисунок 18 – Рентгенографический анализ первого образца

В микроструктуре первого образца, наплавленного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 3,5 и 2,5 м/мин, наблюдаются 2 фазы  $Ti_2Ni$ , и эвтектика  $Ti_2Ni + \alpha-Ti$  с преобладанием первой (рисунок 19).

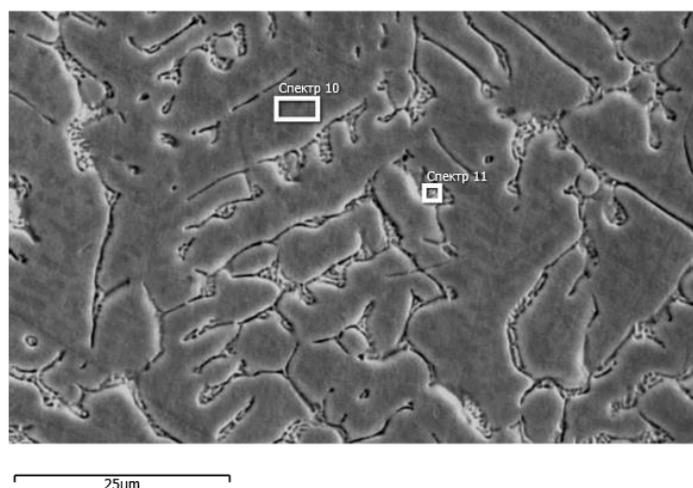


Рисунок 19 – Микроструктура металла шва, наплавленного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 3,5 и 2,5 м/мин

Микроструктурный анализ второго образца, наплавленный при скоростях проволок  $V_{п.п.Тi} = 4$  м/мин,  $V_{п.п.Ni} = 2$  м/мин, показал, что в металле шва содержится 36 % никеля, а также металл шва имеет хорошее сплавление с основным металлом (рисунок 20).

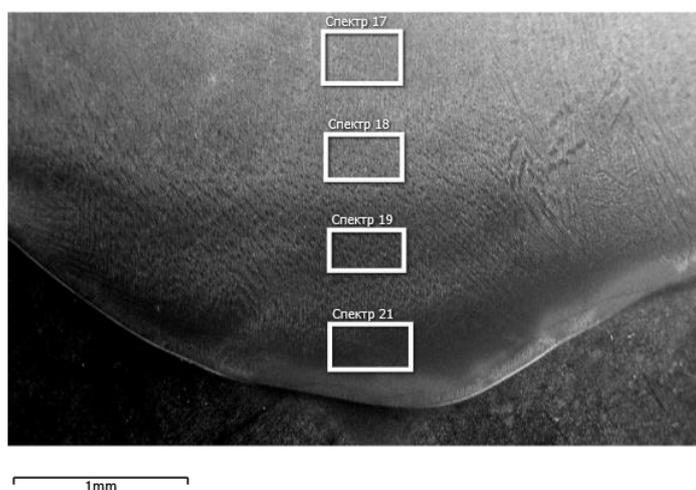


Рисунок 20 – Микрошлиф нижней части второго образца

По результатам микроструктурного анализа было выявлено наличие в структуре наплавленного металла двух фаз  $\alpha$  - Ti и  $Ti_2Ni$ . Содержание никеля в металле шва и в структуре образуются области, содержащие до 36-37%

никеля, что согласно диаграммы состояния соответствует области существования фазы  $Ti_2Ni$  (рисунок 21). Содержание никеля в эвтектике держится на уровне 32-33%.

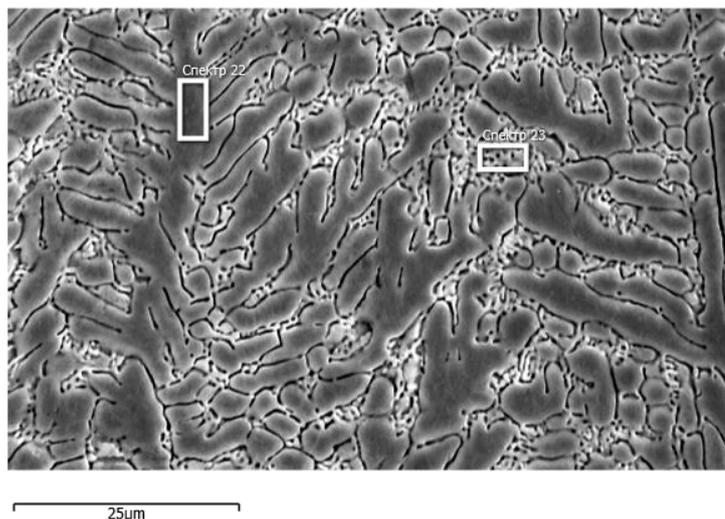


Рисунок 21 – Микроструктура металла шва, наплавленного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 4 и 2 м/мин

Металл шва при скоростях подачи никелевой и титановой проволоки 1,5 и 4,0 м/мин (соотношение  $V_{п.п.Ti}/V_{п.п.Ni} = 2,6$ ) содержит 28,6 % никеля, и имеет структуру, представленную пересыщенным твердым раствором никеля (Ni до 13%) в  $\alpha$ -Ti и эвтектикой ( $\alpha$ -Ti +  $Ti_2Ni$ ) с содержанием никеля около 32% (рисунок 22).

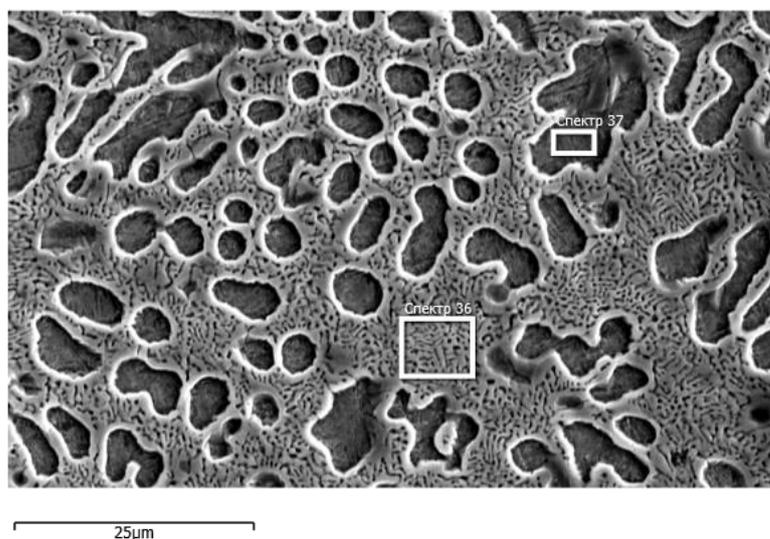


Рисунок 22 - Микроструктура металла шва, наплавленного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 4,0 и 1,5 м/мин

Микроструктура металла шва наплавленного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 4,5 и 2 м/мин имеет древовидную структуру фазы  $Ti_2Ni$  содержащую 36,3 % никеля, а также эвтектику  $Ti_2Ni + \alpha-Ti$  содержащую 32 % никеля (рисунок 23).

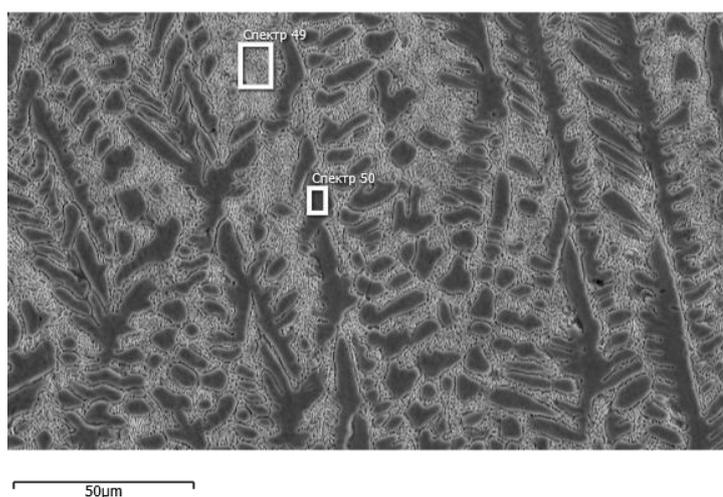


Рисунок 23 - Микроструктура металла шва, наплавленного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 4,5 и 2 м/мин

При повышении подачи никелевой проволоки до 3 м/мин и уменьшения подачи титановой проволоки до 3,5 м/мин в приграничной зоне между металлом шва и основным металлом наблюдается неравновесная область, содержащая 34,1% никеля (рисунок 24), а также в микроструктуре появляются эвтектические включения  $Ti_2Ni + TiNi$  содержащая 46,9 % никеля, также в микроструктуре присутствует фаза  $TiNi$  (рисунок 25).

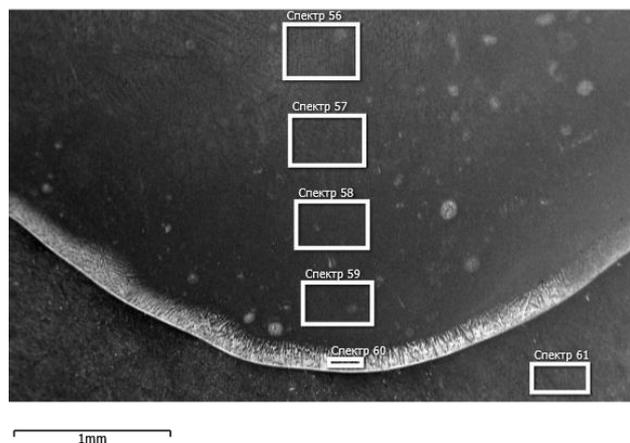


Рисунок 24 – Микрошлиф нижней части пятого образца

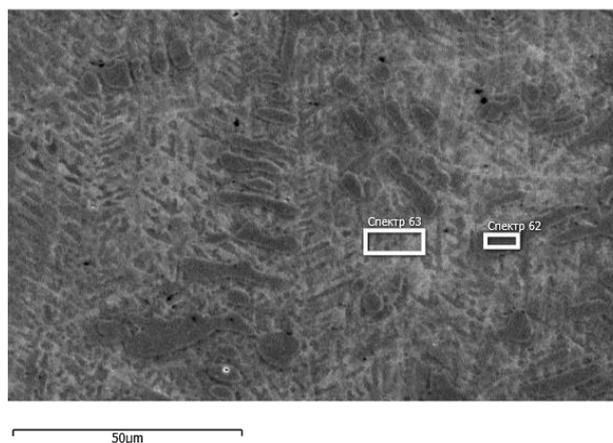


Рисунок 25 - Микроструктура металла шва, наплавленного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 3,5 и 3 м/мин.

При увеличении скоростей подачи никелевой проволоки до 3,5-4 м/мин при скорости подачи титановой проволоки 3,5 м/мин (соотношение

$V_{п.п. Ti} / V_{п.п. Ni} = 1$  и 0,9 соответственно) среднее содержание никеля возрастает до 42-44%. На границе наплавленного и основного металла наблюдается трещина, а также не сплавление валика с основным металлом. В наплавленном металле наблюдаются поры (рисунок 26).

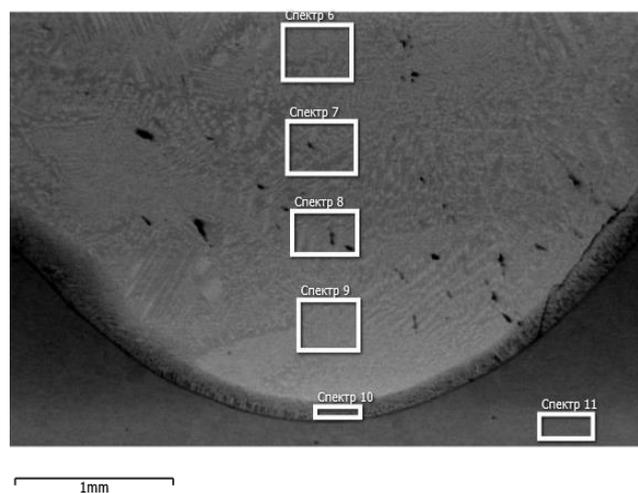


Рисунок 26 – Микрошлиф нижней части шестого образца

В структуре металла шва также отмечается присутствие фаз с содержанием никеля до 53-54 %, являющихся интерметаллическим соединением  $TiNi$ , также присутствует и эвтектика  $Ti_2Ni + TiNi$  (рисунок 27).

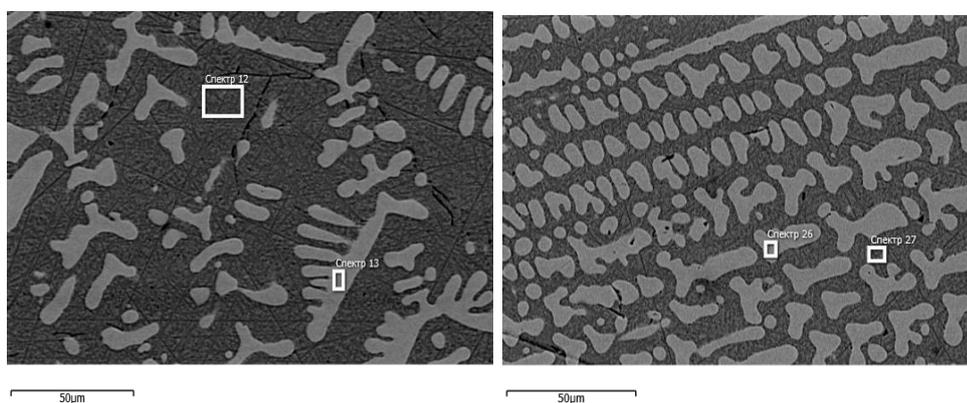


Рисунок 27 - Микроструктура металла шва, наплавленного при скоростях подачи никелевой проволоки 3,5 слева и 4,0 справа м/мин. Скорость подачи титановой проволоки 3,5 м/мин

При дальнейшем увеличении скоростей подачи никелевой проволоки до 4,5-5 м/мин при скорости подачи титановой проволоки 3,5 м/мин среднее содержание никеля возрастает до 48-49,6%. Также, как и на границе 6 и 7 образцов, на границе наплавленного металла образцов 8 и 9 наблюдается плохое сплавление с основным металлом (рисунок 28).

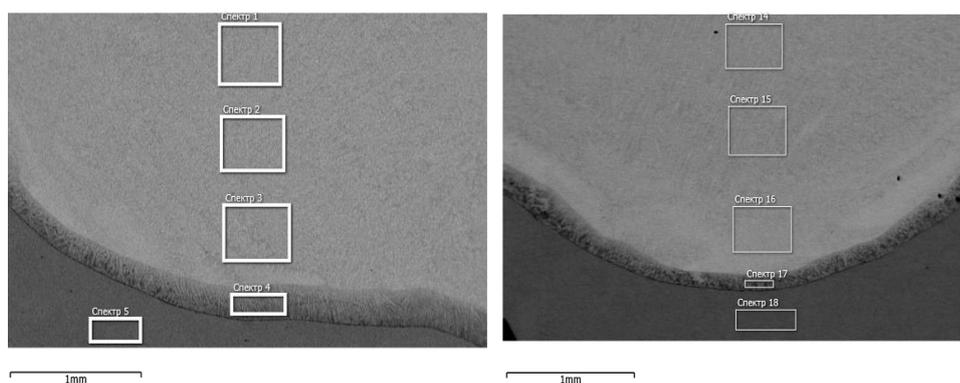


Рисунок 28 – Микрошлиф нижних частей восьмого слева и девятого справа образцов

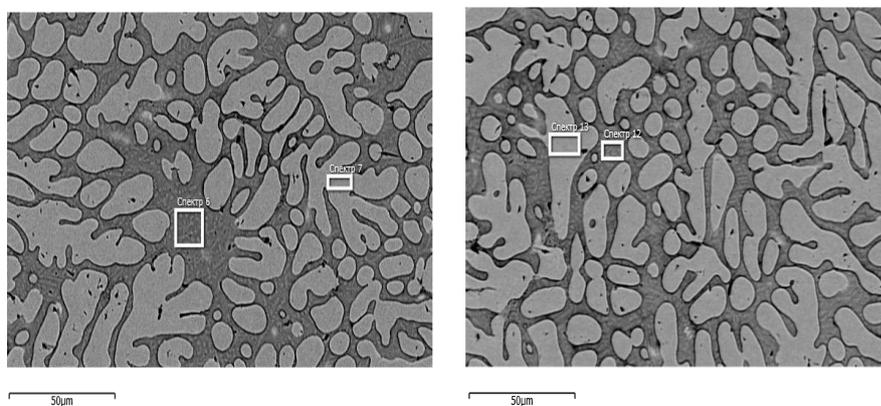


Рисунок 29 - Микроструктура металла шва, наплавленного при скоростях подачи никелевой проволоки 4,5 слева и 5 справа м/мин. Скорость подачи титановой проволоки 3,5 м/мин

В микроструктуре структуре металла шва отмечается увеличение размера фазовых включений TiNi с содержанием никеля до 53-54 %, и уменьшения эвтектики Ti<sub>2</sub>Ni + TiNi (рисунок 29).

### 3.3 Испытание на твердость

Твердость наплавленных образцов находится в пределах 35-55 HRC (рисунок 30). Максимальная твердость наблюдается у образцов с содержанием 36-38% никеля, в структуре которых отмечается преобладание интерметаллических соединений, результаты указаны в таблице 5.

Таблица 5 – Результаты испытаний на твердость

Образец	Скорость подачи никелевой проволоки, м/мин	Скорость подачи титановой проволоки, м/мин	Твердость, HRC	Содержание никеля, %
1	2,5	3,5	51	36,5
2	2	4	35	34,8
3	1,5	4	41	32,8
4	2	4,5	44	34,5
5	3	3,5	55	39,8
6	3,5	3,5	47	42,2
7	4	3,5	48	44,8
8	4,5	3,5	37,1	47,5
9	5	3,5	38	48,6
10	4	3	33	46,6

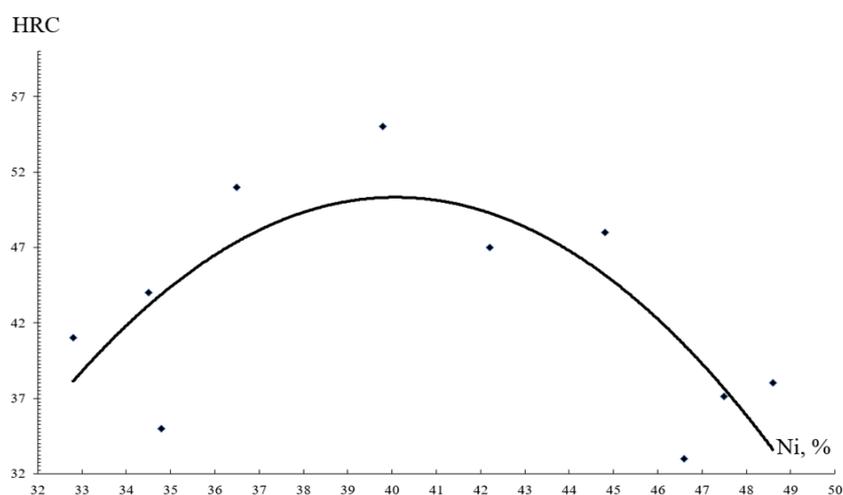


Рисунок 30 - Зависимость твердости наплавленных покрытий от содержания никеля в металле шва

Заметное снижение твердости наблюдается при уменьшении содержания никеля с 36,3 до 31,1% и при увеличении никеля с 46 до 49%. Это вероятно вызвано резким уменьшением объема интерметаллидной фазы  $Ti_2Ni$  в металле шва.

### 3.4 Испытание на износостойкость

Испытания стойкости к абразивному изнашиванию показали, что образцы наплавленных покрытий имеют более высокие показатели относительной износостойкости, чем образцы из титана VT1-0. Значение  $\epsilon$  у наплавленных образцов выше в 1,1-1,5 раза, чем у титана, показатель износостойкости которого составил 0,9 результаты испытаний указаны в таблице 6.

Таблица 6 – Результаты испытаний на износостойкость

Образец	Скорость подачи никелевой проволоки, м/мин	Скорость подачи титановой проволоки, м/мин	Коэффициент износостойкости, $\epsilon$	Содержание никеля, %
1	2,5	3,5	-	36,5
2	2	4	1,41	34,8
3	1,5	4	1,5	32,8
4	2	4,5	1,14	34,5
5	3	3,5	1,33	39,8
6	3,5	3,5	1,09	42,2
7	4	3,5	1,41	44,8
8	4,5	3,5	2,66	47,5
9	5	3,5	2,4	48,6
10	4	3	3,43	46,6

Значение  $\epsilon$  зависит от содержания никеля и фазового состава наплавленного металла. Наиболее низкие значения износостойкости наблюдаются при среднем содержании никеля 32-42% (рисунок 31). Кроме того, образцы, изготовленные из наплавленных покрытий со средним содержанием никеля до 36%, в процессе испытаний разрушаются, что указывает на их значительную хрупкость.

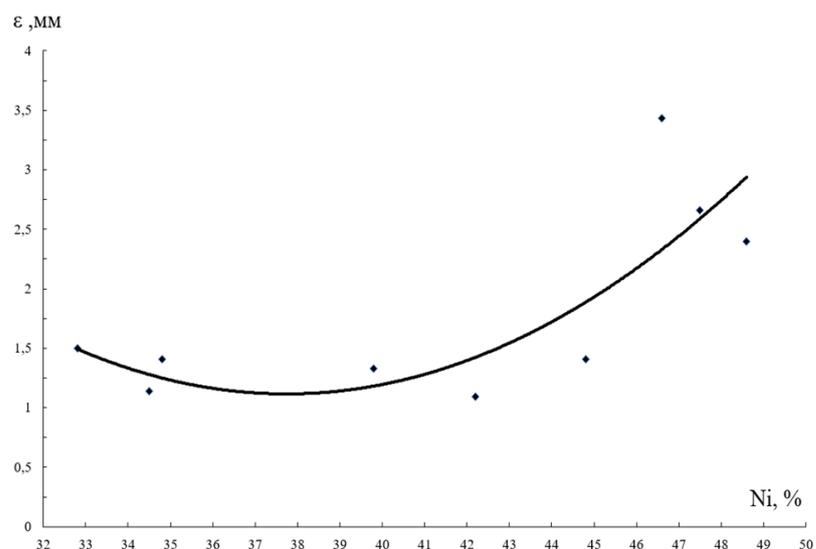


Рисунок 31 - Зависимость показателя относительной износостойкости наплавленного металла от среднего содержания никеля

Более низкая стойкость к износу и разрушение при испытаниях образцов, вероятно связаны с тем, что в структуре покрытия при таком количестве никеля преобладает интерметаллидная фаза  $Ti_2Ni$ , которой свойственна высокая хрупкость. Наблюдается резкий рост коэффициента износостойкости при увеличении интерметаллидной фазы  $TiNi$ .

### 3.5 Испытание на жаростойкость

Выдержка образцов наплавленных покрытий при 800 °С показала, что относительное изменение их массы может составлять от 1 до 19 % при длительности испытаний 300-400 часов, 10-24 % - при 500 часов и 10-44% - при 800 часов испытаний в зависимости от соотношения скоростей подачи проволок и содержания никеля в образцах. Наименьшее изменение массы и, следовательно, максимальная жаростойкость наблюдается у образцов со средним содержанием никеля до 42-44%, наплавленных при скорости подачи никелевой проволоки - 3,5-4,0 м/мин, и титановой - 3,5 м/мин. Относительное изменение массы при времени испытаний 500 часов

составляет 10-12%, и несущественно изменяется, до 10-17%, с увеличением времени выдержки до 800 часов (рисунок 32).

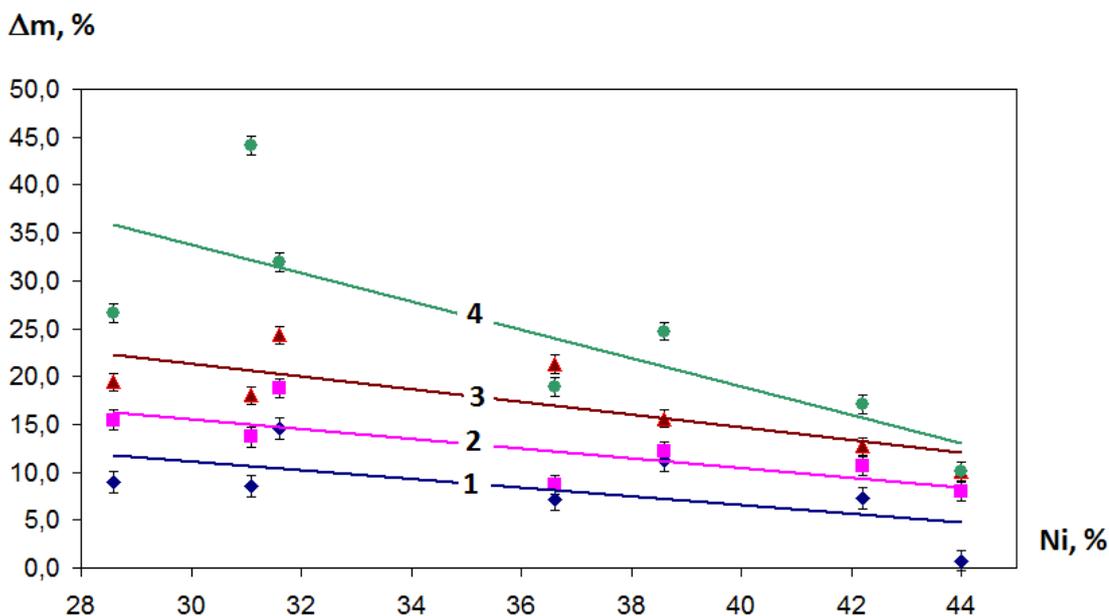


Рисунок 32 - Зависимость изменения массы образцов от соотношения скоростей подачи титановой и никелевой проволок (а) и от среднего содержания никеля (б) при испытаниях жаростойкости ( $T = 800^{\circ}C$ ,  $t = 300$  часов (1), 400 часов (2), 500 часов (3), 800 часов (4))

Более высокие показатели жаростойкости у данных образцов объясняются их фазовым составом, который представлен интерметаллическими соединениями  $Ti_2Ni$  и  $TiNi$ .

### Выводы по главе 3

В результате проведенных исследований двухдуговой наплавки никелидов титана в среде аргона было определено влияние режимов наплавки на геометрию наплавленного валика. Получена зависимость среднего содержания никеля в наплавленном металле от соотношения скоростей подачи титановой и никелевой проволок. Исследована микроструктура и определена фазовая составляющая при помощи рентгенографического анализа. При испытании образцов на твердость была получена зависимость твердости наплавленных покрытий от содержания никеля в металле шва. При испытании образцов на износостойкость получена зависимость относительной износостойкости наплавленного металла от среднего содержания никеля. При испытании на жаростойкость получена зависимость изменения массы образцов от соотношения скоростей подачи титановой и никелевой проволок, а также от содержания никеля.

## **4 Результаты исследования процессов двухдуговой плавки никелидов титана и их свойств**

### **4.1 Исследование химического состава, рентгенофазового анализа и микроструктуры**

Проведенные исследования показали, что химический состав образцов определялся режимами плавки и содержание никеля изменялось в зависимости от соотношения скоростей подачи никелевой и титановой проволоки в пределах 34,1 - 60,1 %, (рисунок 33). По сечению образцов значительной неравномерности по химическому составу не наблюдалось, разброс содержания никеля составляет 0,1 - 0,9 % в зависимости от режимов процесса.

Содержания никеля в образцах, как показали исследования, значительно ниже расчётного, что связано с более высокими потерями никеля при дуговом плавлении, чем титана. Никель имеет более низкую температуру кипения (2823 °С), чем титан (3169 °С), поэтому при дуговом плавлении в период формирования капли на конце плавящегося электрода, когда температура металла сравнима с его температурой кипения, никель испаряется интенсивнее, чем титан.

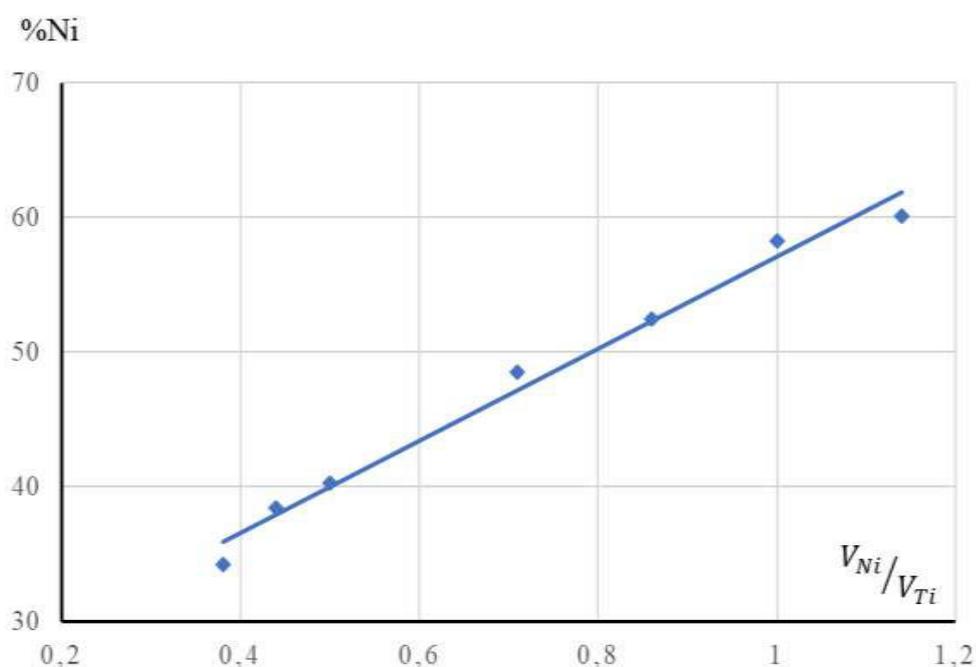


Рисунок 33 – Зависимость среднего содержания никеля в образцах от соотношения скоростей подачи никелевой и титановой проволоки

Образцы при скоростях подачи никелевой и титановой проволоки 1,5 и 4,0 м/мин (соотношение  $V_{Ni}/V_{Ti} = 0,38$ ) содержали 34,2 % никеля, и имели структуру, представленную первичной фазой с содержанием никеля 36,19 - 36,35 % и эвтектику с содержанием никеля порядка 32 % (рисунок 34). Рентгенофазовый анализ установил, что фазовый состав в основном представлен двумя фазами:  $NiTi_2$  и  $Ti$ , также в структуре наблюдаются следы фазы  $NiTi$  не более 0,7% (рисунок 35). Таким образом, исходя из результатов анализа химического и фазового состава и бинарной диаграммы состояния титан-никель, структура сплава – первичная фаза  $NiTi_2$  и эвтектика ( $NiTi_2 + Ti$ ).

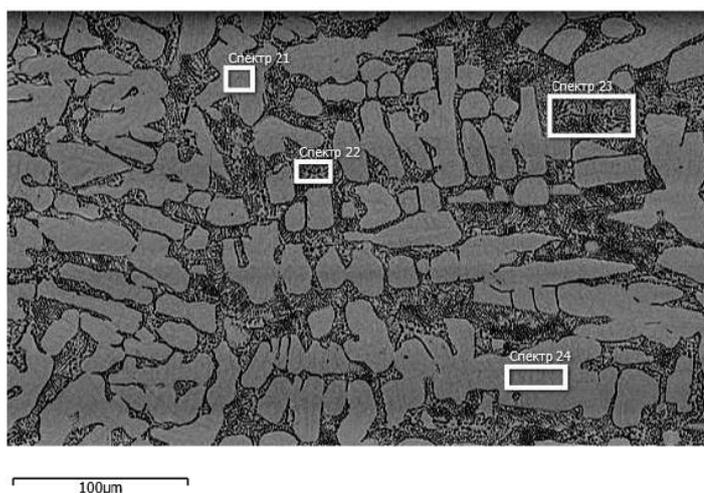


Рисунок 34 – Микроструктура образца, полученного при скоростях подачи титановой и никелевой проволоки 4,0 и 1,5 м/мин.

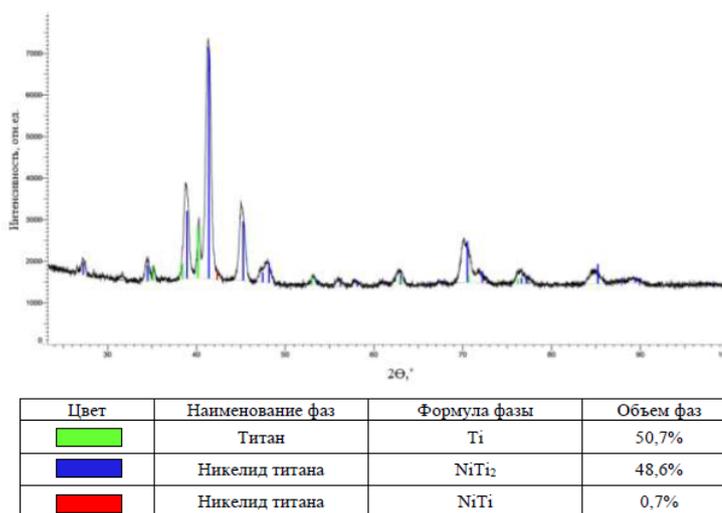


Рисунок 35 – Дифрактограмма и результаты фазового анализа образца, полученного при скоростях подачи титановой и никелевой проволоки 4,0 и 1,5 м/мин

С увеличением скорости подачи никелевой проволоки до 2 м/мин (при  $V_{Ti} = 4$  м/мин) содержания никеля в образцах возрастает до 38,2 - 38,6%. Структура сплавов двухфазная: матрица с содержанием никеля 37,07 - 37,18 и включения с 53,72 - 53,98% Ni (рисунок 36). Рентгенофазовый анализ показал наличие фазы NiTi<sub>2</sub> (более 95%) и фазы NiTi (рисунок 37). Образцы отличались высокой хрупкостью, что вероятно связано с низкой прочностью интерметаллида на основе фазы NiTi<sub>2</sub>.

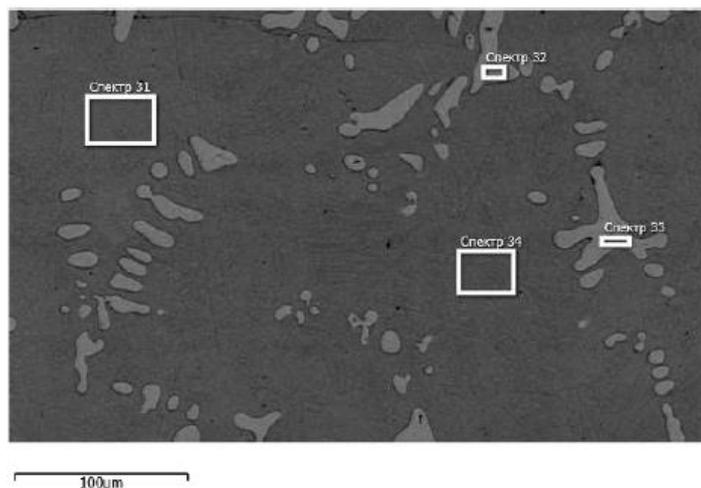


Рисунок 36 – Микроструктура образца, полученного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 4,0 и 2,0 м/мин

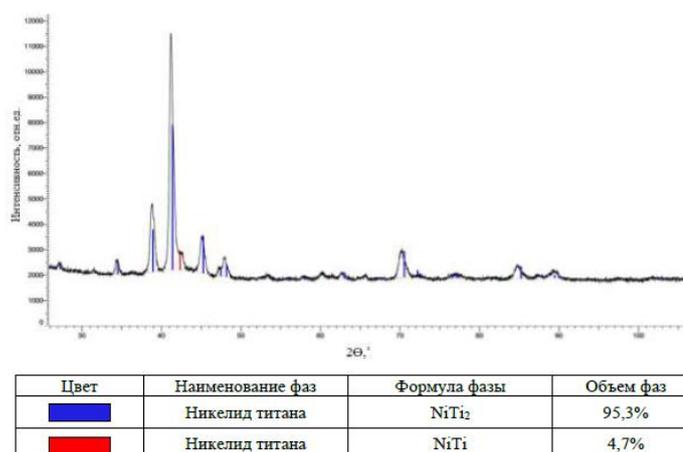


Рисунок 37 – Дифрактограмма и результаты фазового анализа образца, полученного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 4,0 и 2,0 м/мин

Дальнейшее увеличение относительной скорости подачи никелевой проволоки приводит к повышению содержания фазы NiTi в структуре металла (рисунок 38, рисунок 39).

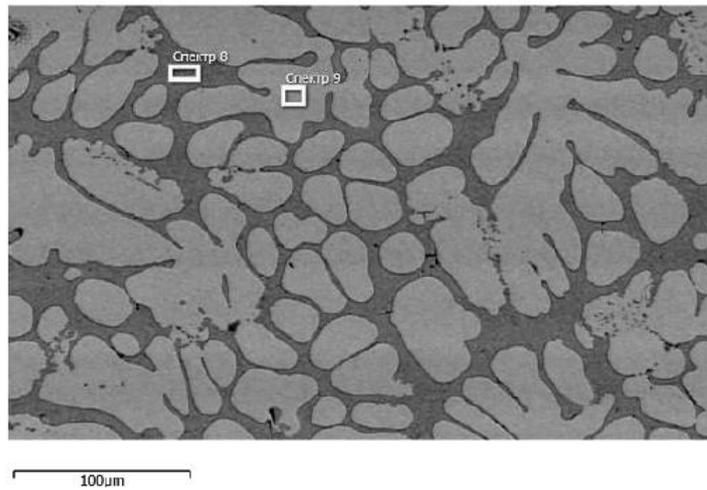
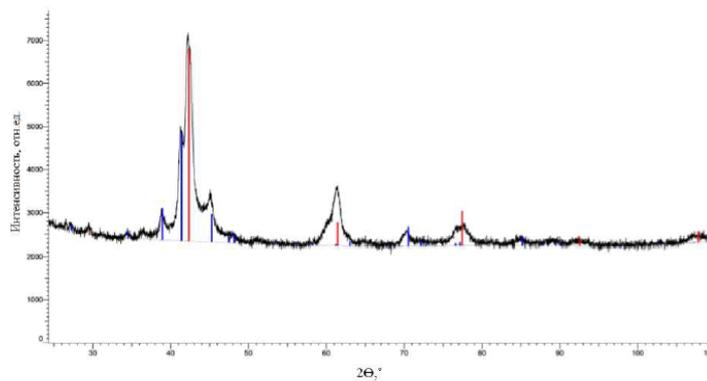


Рисунок 38 – Микроструктура образца, полученного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 3,5 и 2,5 м/мин



Цвет	Наименование фаз	Формула фазы	Объем фаз
■	Никелид титана	NiTi <sub>2</sub>	57,2%
■	Никелид титана	NiTi	42,8%

Рисунок 39 – Дифрактограмма и результаты фазового анализа образца, полученного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 3,5 и 2,5 м/мин

На рисунке 40 представлена структура образца, полученного при скоростях подачи титановой и никелевой проволок 3,5 и 3,5 м/мин, а также на рисунке 41 представлен его фазовый анализ.

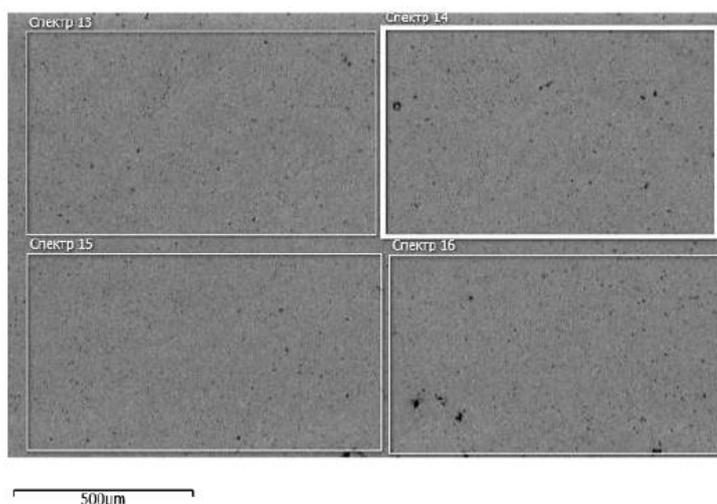


Рисунок 40 – Структура образца, полученного при скоростях подачи титановой и никелевой проволоки 3,5 и 3,5 м/мин

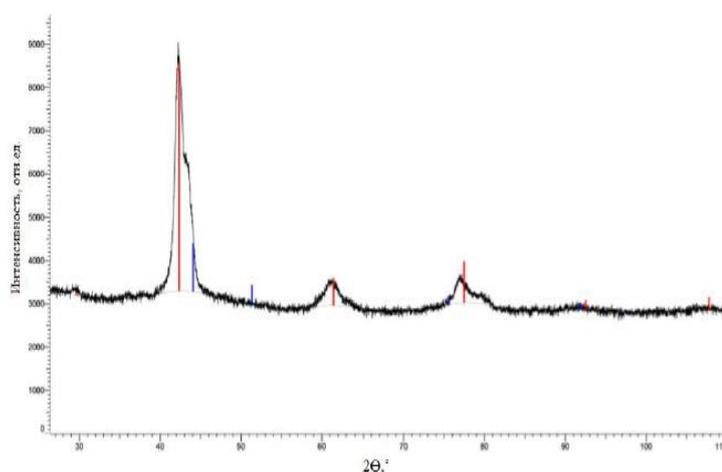


Рисунок 41 – Дифрактограмма образца, полученного при скоростях подачи титановой и никелевой проволоки 3,5 и 3,5 м/мин

Структура образцов в основном однофазная с содержанием никеля 58,13-60,5%, что соответствует, исходя из диаграммы состояния системы титан-никель, области существования фазы NiTi.

#### 4.2 Испытание слитков на твердость

Твердость полученных сплавов изменялась от 20 до 52 HRC в зависимости от химического состава, который определялся режимами

дугового плавления (рисунок 42). Минимальное значение твердости наблюдается при содержании никеля в области 38-40%, что исходя из диаграммы состояния и результатов исследования, соответствует области существования фазы  $NiTi_2$ . При более высоком содержании никеля в сплавах, полученных двухдуговым плавлением, в их структуре появляется фаза  $NiTi$ , что приводит к повышению твердости образцов. В образцах с однофазной структурой на основе интерметаллидной фазы  $NiTi$  твердость находится на уровне 52 HRC, что согласуется с литературными данными по твердости этих сплавов.

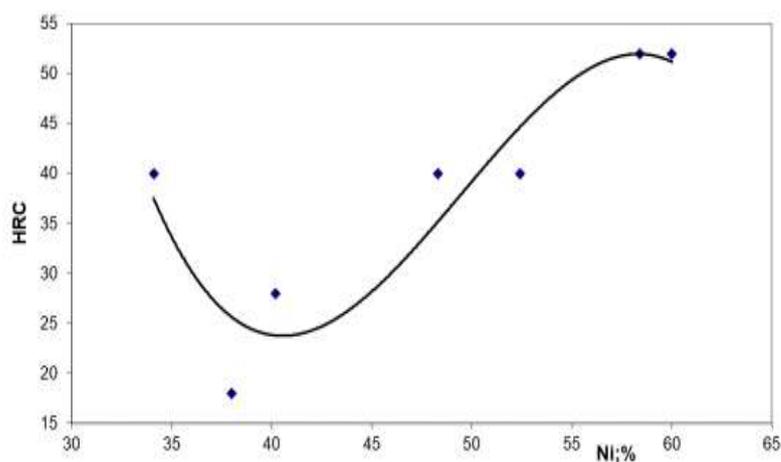


Рисунок 42 – Зависимость твердости выплавленного металла от соотношения скоростей подачи никелевой и титановой проволок

#### Выводы по главе 4

В результате проведенных исследований двухдуговой плавки никелидов титана в среде аргона получена зависимость среднего содержания никеля в образцах от соотношения скоростей подачи никелевой и титановой проволок, исследована микроструктура и определена фазовая составляющая при помощи рентгенографического анализа, а также при испытании на твердость получена зависимость твердости выплавленного металла от соотношения скоростей подачи никелевой и титановой проволок.

## 5 Безопасность и экологичность

### 5.1 Технологическая характеристика объекта

В данной научно-исследовательской дипломной работе рассматривается аргодуговая наплавка никелидов титана, которая подразумевает слесарные и наплавочные работы, а также работы по исследованию образцов. Данные виды работ не отличаются от общеизвестных рисков возгорания и поражающих факторов для человека.

Участок, на котором выполняют слесарные и наплавочные работы представлен следующим оборудованием: сварочным полуавтоматом, который используется как источник питания для двухдуговой наплавки, механизмами подачи присадочных проволок, болгаркой с зачистными и отрезными кругами, дополнительным оборудованием для разметки.

Технологии, в которых основной операцией является наплавка, представляют собой источник опасных и вредных факторов. Этот факт приводит к дополнительному усложнению и повышению стоимости оборудования для сварки. В результате этого одной из неотложных задач является проведение исследований по изучению взаимосвязи энергетических параметров процесса сварки (ток и напряжения на дуге), особенностей протекания процесса сварки и внешних условий, при котором он протекает, объемов выделений сварочного аэрозоля и других вредных веществ.

Механизированная дуговая наплавка в защитных газах обладает высокой производительностью, она очень востребована в промышленности. Тем не менее, продолжают поиски путей улучшения её санитарно-гигиенических характеристик. В экологическом разделе данной выпускной квалификационной будут определены факторы, влияющие на здоровья человека и окружающей среды, а также предложены меры защиты персонала от возникающих опасных и вредных факторов, сопровождающих проектную технологию.

## 5.2 Персональные риски, возникающие при реализации технологического процесса

Таблица 7 - Профессиональные риски, возникающие при реализации технологического процесса

Операция в рамках рассматриваемого технологического процесса	Формулировка опасных и вредных производственных факторов, возникающих в процессе выполнения данной операции при реализации технологического процесса	Источник рассматриваемого фактора, возникающего в процессе выполнения данной операции при реализации технологического процесса
1	2	3
1. Входной контроль и разметка поверхности заготовленной пластины	- наличие острых кромок по краям заготовленной пластины	1) Заготовленная пластина 2) Маркер 3) Линейка
2. Заготовительная операция	- наличие острых кромок по краям заготовленной пластины; - возможность нанесения механические повреждений при выполнении работ с болгаркой, как шлифовальным диском, так и искрами	1) Болгарка 2) Тиски
3. Двухдуговая наплавка	- опасность замыкания на тело рабочего высокого напряжения, питающего производственное оборудование; - повышенная запылённость и загазованность воздуха рабочей зоны; - нагрев внешних поверхностей применяемого на операции оборудования, приспособлений, инструмента, пластин на которые производится наплавка до высоких температур; - ультрафиолетовое излучение в рабочей зоне сверх безопасных значений;	1) Сварочный полуавтомат Kemppi Kemract 323R

Продолжение таблицы 7

1	2	3
4. Вырезание образцов	- возможность нанесения механические повреждения при выполнении работ с болгаркой, как отрезным диском, так и искрами; - нагрев отрезаемых образцов	1) Болгарка 2) Тиски
5. Исследования жаростойкости	- наличие теплового излучения от печи во время загрузки вы выгрузки образцов; - нагрев выгружаемых образцов; - возможность нанесения механические повреждения при выполнении работ по зачистке образцов	1) Муфельная печь SNOL 30/1100 2) Металлическая щетка
6 Исследования износостойкости	- возможность нанесения механические повреждения при выполнении работ на установке для испытания износостойкости наплавленных образцов	1) Установка для испытания износостойкости наплавленных образцов

Опасные и вредные производственные факторы, возникающие в процессе выполнения технологического процесса и выявлены в процессе анализа профессиональных рисков должны быть обезопасены.

### 5.3 Технические и организационные предложения по уменьшению выявленных при анализе проектной технологии профессиональных рисков

Таблица 8 – Предложения по защите персонала от вредных факторов

Перечень опасных и вредных производственных факторов, возникающих в процессе выполнения данной операции при реализации технологического процесса	Технические и организационные предложения, обеспечивающие минимальное действие вредного фактора на производственный персонал	Предлагаемые защитные средства для снижения действия вредного фактора на производственный персонал
1	2	3
1 Наличие острых кромок по краям заготовленной пластины;	Инструктаж персонала	Защитные перчатки, специализированная одежда.
2 Возможность нанесения механические повреждений при выполнении работ с болгаркой, как шлифовальным диском, так и искрами;	Инструктаж персонала	Защитные перчатки, защитные очки, специализированная одежда.
3 Опасность замыкания на тело рабочего высокого напряжения, питающего производственное оборудование;	Устройство и периодический контроль заземления электрических машин и изоляции	
4 Повышенная запылённость и загазованность воздуха рабочей зоны;	Инструктаж персонала	Местная и общая вытяжная вентиляция
5 Нагрев внешних поверхностей применяемого на операции оборудования, приспособлений, инструмента, пластин на которые производится наплавка до высоких температур;	Инструктаж персонала	Защитные перчатки, специализированная одежда.

Продолжение таблицы 8

1	2	3
6 Ультрафиолетовое излучение в рабочей зоне сверх безопасных значений;	Осуществление экранирования зоны сварки с использованием щитов. Предупреждающие плакаты, обеспечение безопасного расстояния от источника излучения до оператора и безопасного времени пребывания в оператора в зоне излучения	Защитные перчатки специализированная одежда, защитная маска.
7 Возможность нанесения механические повреждений при выполнении работ с болгаркой, как отрезным диском, так и искрами;	Инструктаж персонала	Защитные перчатки, защитные очки, респиратор для защиты дыхательных путей, специализированная одежда.
8 Нагрев отрезаемых образцов;	Инструктаж персонала	Защитные перчатки, специализированная одежда.
9 Наличие теплового излучения от печи во время загрузки вы выгрузки образцов;	Инструктаж персонала	Защитные перчатки, специализированная одежда.
10 Нагрев выгружаемых образцов;	Инструктаж персонала	Защитные перчатки, специализированная одежда.
11 Возможность нанесения механические повреждения при выполнении работ на установке для испытания износостойкости наплавленных образцов.	Инструктаж персонала	Защитные перчатки, защитные очки, специализированная одежда.

Предложенные методы позволят полностью или частично обезопасить членов персонала от опасных и вредных производственных факторов, возникающих в процессе выполнения технологического процесса.

## 5.4 Технические и организационные предложения по обеспечению пожарной безопасности

Таблица 9 – Анализ опасных факторов возможного пожара при слесарных работах и наплавке

Место проведения исследований	Производственное оборудование участка	Возможный класс пожара	Опасные факторы пожара	Дополнительные проявления факторов пожара
Лаборатория для проведения слесарных, наплавочных и исследовательских работ.	Болгарка, сварочный полуавтомат, блок управления двух координатного портала, муфельная печь, установка для испытания износостойкости наплавленных образцов.	Пожары, которые происходят за счет воспламенения и горения веществ и материалов на электроустановках, запитанных электрическим напряжением.	Резкое увеличение температуры, выделение токсичных веществ при горении, возможные разрушения частей конструкции здания.	Короткие замыкания на оборудовании, запитанным высоким электрическим напряжением; действие на людей, находящихся в районе возгорания продуктов разложения составов, используемых для пожаротушения.

Для исключения возгораний необходимо провести обучение персонала правилам пожарной безопасности, размещение в лаборатории плакатов, предупреждающих о возможности возгорания при проведении работ. Обучение персонала действиям в случае возгорания на производственном участке в режиме учений. А также для противодействию пожара лаборатория должна быть укомплектована: огнетушителем ОП-5, ящиком с песком, кошмой, багром и тревожной кнопкой.

## 5.5 Оценка безопасности для природной среды предлагаемых технических решений

Таблица 10 – Анализ негативно влияющих на природную среду факторов предлагаемых технических решений

Анализируемый технологический процесс	Операции, осуществляемые в рамках анализируемого технологического процесса	Факторы, негативно влияющие на атмосферу	Факторы, негативно влияющие на литосферу
Двухдуговая наплавка	Заготовительная операция, наплавка, вырезание образцов, исследование жаростойкости исследование износостойкости.	Выделяемые в процессе горения сварочной дуги аэрозоли, частицы сажи и газообразные частицы.	Мусор образующийся в результате работы, в частности упаковки от приспособлений и инструментов стружка и окалина после проведения наплавочных и слесарных операций.

Для уменьшению негативно влияющих на природную среду факторов в лаборатории необходимо установить контейнеры, для селективного сбора бытового и производственного мусора. Кроме того, отдельный контейнер необходим для сбора металлолома. Провести инструктаж персонала по правилам сбора мусора и металлолома. На контейнерах должны быть вывешены таблички, разъясняющие их предназначение.

## Выводы по главе 5

При выполнении данного раздела выпускной квалификационной работы были сформулированы опасные и вредные производственные факторы, возникающие в процессе выполнения операций при выполнении предлагаемого технологического процесса. Выполнен анализ мероприятий, которые позволят устранить или снизить опасные и вредные производственные факторы. В ходе выполнения экологического раздела удалось установить, что возникающие в процессе реализации технологи наплавки и исследовании образцов, опасные и вредные факторы устраняются или уменьшаются до приемлемого уровня путём применения стандартных средств по обеспечению безопасности и санитарии производства. Для данного технологического процесса не требуется разработка дополнительных средств защиты персонала и окружающей среды. При внедрении предлагаемой технологии возможно возникновение угроз экологической безопасности. Устранение этих угроз произойдёт при условии соблюдения технологического регламента и производственной санитарии.

## 6 Оценка экономической эффективности

### 6.1 Состав затрат на проведение ВКР

Затраты на проведение исследовательских и опытных работ являются предпроизводственными и складываются из следующих составляющих:

- затраты на постановку задачи исследования (литературный обзор, изучение патентов и т. п.);
- затраты на лабораторные исследования;
- затраты на опытное производство (проектирование и сооружение опытной установки), получение и испытание опытной партии продукта, изучение отходов производства и технико-экономическая оценка процесса;
- затраты на промышленное проектирование.

### 6.2 Материальные затраты

Стоимость израсходованных в процессе исследования основных и вспомогательных материалов, а также расходы на исследование химического состава и рентгенофазового анализа рассчитывается, исходя из их фактического расхода и цен. Расчет цен представлен в таблице 15.

Таблица 11 – Стоимость материалов и работ

Наименование материала/работ	Единица измерения	Цена руб./ед.	Кол-во, ед.	Сумма, руб.
Титановый лист марки ВТ1-0	кг.	1600	10	16000
Проволока марки НП2 диаметром 1.2 мм	м.	300	50	15000
Проволока марки ВТ1-0 диаметром 1.2 мм	м.	200	50	10000
Аргон	л.	60	40	2400
Круг отрезной	шт.	30	100	3000
Исследование химического состава и рентгенофазового анализа	шт.	3000	17	51000
Шлифовальный круг	шт.	80	6	480
Всего:				97880

Стоимость электроэнергии, израсходованной в процессе исследования, рассчитывается аналогично затратам на материалы. Затраты на электроэнергию определяются исходя из мощности оборудования, времени его работы и цены 1 кВт · ч. Расчет затраченной электроэнергии представлен в таблице 16.

Таблица 12 – Стоимость электроэнергии

Наименование оборудования	Мощность, кВт	Время, ч	Электроэнергия, кВт · ч	Сумма, руб.
Сварочный полуавтомат Kemppi Kemract 323R	12	0.33	3,96	17,8
УШМ	1	2	2	9
Муфельная печь SNOL 30/1100	3,4	800	2720	12240
Всего:				12266,8

#### Выводы по главе 6

В результате расчета затрат на проведение исследований для выпускной квалификационной работы была получена стоимость расходов на материалы, проведение работ и электроэнергию.

Расходы на материалы, исследование химического состава и рентгенофазового анализа составили 97880 рублей.

Расходы на электроэнергию составили 12266,8 рублей.

В общей сложности стоимость исследования для выпускной квалификационной работы составила 110106,8 рублей.

## Заключение

Заключение по двухдуговой наплавке:

– Двухдуговая наплавка никелевой и титановой проволоками позволяет сформировать на поверхности титанового образца поверхностный слой, содержащий от 28,6 до 44,0 % никеля в зависимости от соотношения скоростей подачи проволок.

– При скоростях подачи никелевой проволоки 1,5-2,0 м/мин, а титановой – 4,0 м/мин структура металла наплавленных покрытий представлена эвтектикой Ti-Ti<sub>2</sub>Ni и интерметаллидными фазами Ti<sub>2</sub>Ni. С повышением скорости подачи никелевой проволоки до 3,5-4 м/мин и снижении скорости подачи титановой проволоки до 3,5 м/мин в металле шва выявляется интерметаллидная фаза TiNi.

– Стойкость к абразивному изнашиванию наплавленных образцов выше в 1,1-1,5 раза, чем у титана. При этом относительная износостойкость наплавленного покрытия определяется содержанием в его составе никеля. При 32-42% никеля отмечается снижение относительной износостойкости, что связано с преобладанием в структуре покрытия хрупкой интерметаллидной фазы Ti<sub>2</sub>Ni.

– Испытания наплавленных покрытий при 800 °С в течение 300-800 часов показали, что максимальной жаростойкостью обладают образцы, наплавленные при скорости подачи никелевой проволоки - 3,5-4,0 м/мин, титановой - 3,5 м/мин, со средним содержанием никеля до 42-44%, металл шва которых состоит из интерметаллидных фаз Ti<sub>2</sub>Ni, TiNi. Потеря массы образцов при времени выдержки 800 часов составляет не более 10-17 %.

Заключение по двухдуговой плавке:

– Двухдуговая плавка никелевой и титановой электродных проволок в среде аргона позволяет формировать сплавы системы титан-никель с высокой химической и фазовой однородностью. Управление режимами процесса, прежде всего, скоростью подачи электродных проволок,

как показали исследования, позволяет управлять химическим и фазовым составом сплавов титан-никель в широких пределах.

– Проведенные экспериментальные исследования позволили получить сплавы с содержанием никеля от 34,1 до 60,1%. Фазовый состав полученных сплавов в зависимости от химического состава представлен фазами:  $\text{NiTi}_2+\text{Ti}$ ;  $\text{NiTi}_2$ ;  $\text{NiTi}_2+\text{NiTi}$ ;  $\text{NiTi}$ . Твердость образцов зависит от их состава и изменяется в пределах 20 - 52 HRC. Минимальная твердость наблюдается у однофазных сплавов на основе интерметаллида  $\text{NiTi}_2$ , а максимальная у сплавов на основе фазы  $\text{NiTi}$ .

– Однофазная структура на основе никелида титана ( $\text{NiTi}$ ) при двухдуговом плавлении в среде аргона формируется при соотношении скоростей подачи никелевой и титановой проволоки одинакового диаметра в пределах 1-1,14.

## Список используемой литературы

1. Бледнова Ж.М. Поверхностное модифицирование материалами с эффектом памяти формы в инженерных приложениях; Научно-образовательный курс. Краснодар 2016
2. Вершинин Л.В. Разработка технологии двухдуговой наплавки сплавов медицинского назначения системы титан – никель / Умник 2021
3. Горина Л.Н., Фесина М.И. Раздел бакалаврской работы «Безопасность и экологичность технического объекта». Уч.-методическое пособие (2-е изд. Доп.). - Тольятти: изд-во ТГУ, 2021. –22 с.
4. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник: В 3-х т.: Т. 3. кн. 1 / под общ. ред. Н.П. Лякишева. М.: Машиностроение, 2001, 872 с.
5. Зорин, Илья Васильевич Разработка композиционных электродных материалов и технологии наплавки термо- и износостойкого металла на основе алюминида никеля Ni<sub>3</sub>Al: диссертация ... доктора технических наук: 05.02.10 Волгоград 2020
6. Климов, А.С. Выпускная квалификационная работа бакалавра: Учебно-метод. пособие по выполнению выпускной квалификационной работы бакалавра по направлению подготовки 150700.62 «Машиностроение» / А.С. Климов. – Тольятти: ТГУ, 2014. – 52с
7. Ковтунов А.И Влияние легирующих элементов на процессы формирования и свойства наплавленных сплавов системы Ti-Al. / ФГБОУ ВО «Тольяттинский государственный университет»
8. Ковтунов А.И. Плахотный Д.И. Острянка А.М. Семистенова Т.В. Технология аргонодуговой наплавки и свойства сплавов системы титан-медь. / Сварка и диагностика 2017 с. 43-45
9. Ковтунов А.И. Плахотный Д.И. Технология формирования и структура сплавов на основе никелида титана при двухдуговой плавке. / Цветные металлы № 7, 2021. с. 64-70

10. Кох П.И. Производство, монтаж, эксплуатация и ремонт подъемно-транспортных машин / Вища школа 1977

11. Овчаренко, В. Е. Эволюция зеренной структуры при экструзии интерметаллического соединения Ni3Al в процессе высокотемпературного синтеза под давлением [Текст] / В. Е. Овчаренко, О. Б. Перевалова. // Физика и химия обработки материалов. – 2007. – № 4. – С. 78–82.

12. Петрунько А.Н. Опесов Ю.Г. Дрозденко В.А. Титан в новой технике / Проблемы цветной металлургии в десятой пятилетие 1979

13. Пудовкин А.А. Разработка научных подходов к снижению пористости а металле шва при ремонте магистральных трубопроводов и резервуаров для хранения и транспортирования нефти и нефтепродуктов. / ФГБОУ ВО «Тольяттинский государственный университет»

14. Ходоренко В.Н. , В.Э. Гюнтер, М.И. Солдатов, Влияние термической обработки на эффекты памяти формы в пористом никелиде титана, полученном методом СВС // Известия высших учебных заведений. Физика, №10, 2010, с. 38-46.

15. Шевцова Л.И. Структура и механические свойства материалов на основе алюминида никеля, полученных по технологии искрового плазменного спекания порошковых смесей / ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный технический университет», Новосибирск 2015.

16. Шишковский И.В. Послойный синтез объемных изделий из никелида титана. - Перспективные материалы, № 6, 2004. С.13-17

17. Шкержик Я. Рецептурный справочник для электротехника / Издание 2 1978

18. Ясенчук Ю.Ф., Гюнтер В.Э. Влияние начальной температуры горения на микро- и макроструктуру никелида титана, полученного методом СВС // Фундамент, проблемы современного материаловед. — 2005. — № 1.

19. Hayat, Muhammad Dilawer, et al. “Physical and Tensile Properties of NiTi Alloy by Selective Electron Beam Melting.” Key Engineering Materials, vol.

770, Trans Tech Publications, Ltd., May 2018, pp. 148–154. Crossref, doi:10.4028/www.scientific.net/kem.770.148.

20. Krishna, B.V., Bose, S. & Bandyopadhyay, A. Laser Processing of Net-Shape NiTi Shape Memory Alloy. *Metall and Mat Trans A* 38, 1096–1103 (2007).

21. Mohammad Elahinia, Narges Shayesteh Moghaddam, Mohsen Taheri Andani, Amirhesam Amerinatanzi, Beth A. Bimber, Reginald F. Hamilton, Fabrication of NiTi through additive manufacturing: A review, *Progress in Materials Science*, Volume 83, 2016, Pages 630-663, <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2016.08.001>.

22. Qingquan Zhang, Shijie Hao, Yuting Liu, Zhiwei Xiong, Wenqian Guo, Ying Yang, Yang Ren, Lishan Cui, Luquan Ren, Zhihui Zhang, The microstructure of a selective laser melting (SLM)-fabricated NiTi shape memory alloy with superior tensile property and shape memory recoverability, *Applied Materials Today*, Volume 19, 2020 <https://doi.org/10.1016/j.apmt.2019.100547>.

23. Spark Plasma Sintering of nanoscale (Ni+Al) powder mixture [Text] / J. S. Kim, H. S. Choi, D. Dudina, J. K. Lee, Y. S. Kwon // *Solid State Phenomena*. – 2007. – Vol. 119. – P. 35–38.

24. Synthesis of bulk FeAl nanostructured materials by HVOF spray forming and Spark Plasma Sintering [Text] / T. Grosdidier, G. Ji, F. Bernard, E. Gaffet, Z. A. Munir, S. Launois // *Intermetallics*. – 2006. – Vol. 14. – P. 1208–1213.

25. Synthesis of intermetallic NiAl by SHS reaction using coarse-grained nickel and ultrafine-grained aluminum produced by wire electrical explosion [Text] / S. Dong, P. Hou, H. Yanga, G. Zou // *Intermetallics*. – 2002. – Vol. 10, iss. 3. – P. 217–223.

26. Wang, Chengcheng & Tan, Xipeng & Du, Zehui & Chandra, Shubham & Sun, Zhongji & Lim, C.W.J. & Tor, Shu & Lim, C.S. & Wong, C.H.. (2019). Additive Manufacturing of NiTi Shape Memory Alloys Using Pre-Mixed Powders. *Journal of Materials Processing Technology*. 271.10.1016/j.jmatprotec.2019.03.025.