

На правах рукописи

**Федотов Иван Владимирович**

**СОЗДАНИЕ ТЕРМОСТОЙКОГО НЕРАЗЪЕМНОГО СОЕДИНЕНИЯ  
МОЛИБДЕНА С ГРАФИТОМ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ  
КОМБИНИРОВАННОГО АНОДА РЕНТГЕНОВСКОЙ ТРУБКИ**

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

**АВТОРЕФЕРАТ**

**диссертации на соискание ученой  
степени кандидата технических наук**

Автор: Федотов И.В.



Москва 2022

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном  
учреждении высшего образования  
Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ»  
(НИЯУ МИФИ)

НАУЧНЫЙ РУКОВОДИТЕЛЬ: кандидат технических наук, Сучков  
Алексей Николаевич, доцент,  
НИЯУ МИФИ

ОФИЦИАЛЬНЫЕ ОППОНЕНТЫ: Пашков Игорь Николаевич, доктор техни-  
ческих наук, профессор, Московский  
авиационный институт (национальный ис-  
следовательский университет);

Мазуль Игорь Всеволодович, доктор тех-  
нических наук, главный научный сотруд-  
ник, АО «НИИЭФА им. Д.В. Ефремова»;

Баженов Вячеслав Евгеньевич, кандидат  
технических наук, доцент, Национальный  
исследовательский технологический уни-  
верситет «МИСИС».

Защита состоится «25» мая 2022 г. в 15 час.00 мин. на заседании диссертационного совета  
«МИФИ.01.03» НИЯУ МИФИ по адресу: 115409, Москва, Каширское шоссе, 31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ и на сайте  
<https://ds.mephi.ru>.

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2022 г.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в двух экземплярах, заве-  
ренных печатью организации, по адресу НИЯУ МИФИ.

Ученый секретарь диссертационного совета,

к.т.н.

Куликов Е.Г.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность проблемы

В настоящее время аппараты компьютерной томографии и ангиографии получили большое распространение практически во всех медицинских учреждениях по всему миру. Такие устройства используются для обследования тканей, кровеносных сосудов и позволяют получить трехмерное изображение органов и конечностей. Ключевым элементом данных аппаратов является рентгеновская трубка, часто изготавливаемая с вращающимся анодом, который эксплуатируется в жестких условиях термического удара. Анод представляет собой диск диаметром от 60 до 238 мм из молибдена или сплава TZM ( $\text{Mo}-0,5\text{Ti}-0,08\text{Zr}-0,02\text{C}$ ) с нанесенным на него покрытием из вольфрам-рениевого сплава, спаянный с графитовым тепловым аккумулятором. Последний выполняет также роль охладителя-излучателя. Графит и молибден являются материалами с различающимися физико-механическими свойствами, в первую очередь, коэффициентами термического расширения, что затрудняет их соединение. Основным методом получения неразъемного соединения графита и молибдена является высокотемпературная пайка в печах с контролируемой атмосферой. Данный способ является наиболее распространенным и технологичным для создания соединений разнородных материалов в узлах современной энергонапряженной техники. Для изготовления комбинированных молибден-графитовых анодов за рубежом используют метод контактно-реактивной пайки цирконием в интервале температур 1600–2000 °С. В этом случае, паяный шов получаемого соединения Мо/графит состоит преимущественно из эвтектики  $\text{Zr}-\text{Mo}_2\text{Zr}$  с температурой расплавления согласно бинарной диаграмме состояния ~1550 °С. Между тем по результатам анализа температурного режима работы анода показано, что температура паяного шва при стандартных условиях эксплуатации достигает 1350–1400 °С, а в процессе дегазации рентгеновской трубки весьма вероятно повышение температуры до ~1500 °С. Это свидетельствует о том, что паяное соединение Мо/графит анода, изготовленное вышеуказанным способом, работает практически на предельно допустимой температуре. Также стоит отметить, что высокая температура пайки молибден-графитовой мишени вызывает рекристаллизацию молибдена, что снижает его механические свойства и приводит к формированию высоких остаточных термических напряжений в соединении. Улучшение характеристик рентгеновских трубок (увеличение срока эксплуатации, повышение надежности) возможно провести путем оптимизации конструкции, снизив нагрузку на подшипниковый узел, а также предотвратив существенную деградацию механических свойств молибдена при пайке. Это может быть реализовано посредством уменьшения толщины молибденового диска и общего веса анода, а также снижением температуры пайки. Однако при уменьшении толщины молибденового диска температура паяного шва при эксплуатации анода неизбежно превысит предельно допустимую, что, в свою очередь, спровоцирует плавление паяного шва и приведёт к отслоению графитового охладителя (распайке).

Таким образом, разработка нового припоя и режима пайки молибдена с графитом для создания термостойкого паяного соединения является весьма актуальной задачей, решение которой позволит повысить как надежность рентгеновских трубок с комбинированным молибден-графитовым анодом, так и расширить возможности их применения. Производство анодов с улучшенными характеристиками обеспечит экономию средств за счет снижения импорта и большую доступность медицинского оборудования в России.

## **Цель работы**

Целью работы явилось создание термостойкого паяного соединения молибдена с графитом с температурой распайки выше 1550 °С для изготовления комбинированного анода рентгеновской трубки с улучшенными характеристиками. Для достижения поставленной цели решены следующие задачи:

- На основании исследования сплавов в системах Ti-Zr-Be и Ti-Zr-Nb-Be разработан состав нового порошкового припоя Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %) и определен режим пайки молибдена с графитом этим припоем. Изучено структурно-фазовое состояние паяных швов, и описан механизм формирования паяных соединений Мо/графит с применением сплавов-припоев системы Ti-Zr-(Nb)-Be. Спаяны образец-макет соединения Мо/графит и два анода рентгеновской трубки.
- Проведен расчет предельной температуры паяного шва молибден-графитового анода рентгеновской трубки в процессе работы. По результатам моделирования определен температурный режим работы соединения в наиболее энергонапряженной зоне мишени-анода. Разработана методика проведения имитационной термообработки паяного соединения, соответствующей условиям эксплуатации.
- Проведены механические испытания на срез, исследована микроструктура, и определена температура распайки соединения Мо/графит до и после имитационной термообработки. Показано, что после нагрева в паяном шве формируются тугоплавкие соединения, способствующие повышению температуры распайки.

## **Научная новизна и практическая значимость работы**

1. На основании результатов исследования структурно-фазового состояния сплавов системы Ti-Zr-Nb-Be, анализа физико-химических процессов взаимодействия их расплавов с молибденом и графитом, предложен новый порошковый припой Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %) фракционного состава 50–350 мкм и режим пайки молибдена с графитом, позволяющие получить паяное соединение с температурой распайки не менее 1882±4 °С.

2. Впервые при изучении процесса формирования паяного шва соединения Мо/графит, полученного с применением порошковых припоев системы Ti-Zr-Be и Ti-Zr-Nb-Be, установлено, что непосредственно после пайки паяный шов состоит из карбидов титана и циркония (TiC и ZrC), твердого раствора Ti<sub>β</sub> (Mo, Zr, Nb), а также интерметаллидов TiBe<sub>2</sub>, MoBe<sub>2</sub>.

3. Разработана методика тепловых испытаний паяных соединений Мо/графит с применением электронного луча и нагревом до заданной температуры, что позволило воспроизвести температурные условия эксплуатации паяного шва анода рентгеновской трубки.

4. В результате изучения эволюции структурно-фазового состояния паяных соединений Мо/графит при нагреве впервые экспериментально доказано, что в процессе эксплуатации соединения происходит увеличение количества карбидов титана и циркония (TiC, ZrC) в паяном шве, а также повышение концентрации молибдена в твердом растворе Ti<sub>β</sub> (Mo, Zr, Nb), приводящее к повышению температуры распайки.

Практическая значимость работы заключается в разработке порошкового припоя Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %) и режима пайки молибдена с графитом для изготовления анодов рентгеновских трубок с уменьшенной массой и степенью деградации механических свойств молибдена, что достигается за счет снижения температуры пайки изделия и повышения температуры распайки соединения Мо/графит анода.

Разработанный припой внедрен в ФГУП «НИИ НПО «ЛУЧ» (г. Подольск) для экспериментальной и мелкосерийной пайки анодов макетных образцов рентгеновских излучателей для компьютерного томографа и ангиографа (акт о внедрении № 1-4-2019). Получены два патента РФ №2646300 и №2517096 на способ получения паяного соединения молибдена с графитом и быстрозакаленный припой из сплава на основе титана-циркония.

Результаты, полученные в настоящей работе, представляют интерес для специалистов, работающих в области пайки тугоплавких металлов с графитом.

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

1. Разработанный порошковый припой и режим пайки молибдена с графитом для изготовления комбинированного анода рентгеновской трубки с улучшенными характеристиками (пайка припоем Ti-40Zr-8,5Nb-1,5W (мас. %) фракционным составом 50–350 мкм, расход 1,25 мг/мм<sup>2</sup> в вакууме  $6 \cdot 10^{-3}$  Па, нагрев со скоростью 20 °С/мин, выдержка 1400 °С в течение 20 мин, охлаждение с печью).

2. Результаты по исследованию структурно-фазового состояния паяных соединений Мо/графит, полученных с помощью припоев систем Ti-Zr-W и Ti-Zr-Nb-W до и после термической обработки.

3. Результаты расчета тепловых режимов работы паяного соединения анода рентгеновской трубки с применением моделирования методом конечно-элементного анализа.

4. Разработанная методика нагрева паяных соединений Мо/графит до фиксированной температуры с применением электронного луча, позволяющая на образцах добиться имитации рабочих условий паяного соединения в наиболее энергонапряженной зоне изделия – анода рентгеновской трубки.

5. Результаты механических испытаний и определения температуры распайки паяных соединений Мо/графит до и после имитационной термообработки.

### **Объем и структура работы**

Диссертация состоит из введения, пяти разделов, выводов и библиографии. Работа изложена на 132 страницах, содержит 104 рисунка, 19 таблиц, и список цитируемой литературы из 72 наименований.

### **Апробация работы**

Результаты работы были представлены на следующих научных конференциях и семинарах: VI Международная молодежная школа-конференция «Современные проблемы физики и технологии», 17–21 апреля 2017 г., г. Москва; Конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия «БМП-2018», 16–17 октября 2018 г., г. Москва; Международная конференция «Пайка-2018», 11–14 сентября 2018 г., г. Тольятти; 15-я международная школа конференция для молодых ученых и специалистов «Материалы инновационной энергетики: разработка, методы исследования и применение», 23–27 октября 2017 г., г. Москва; 16-я международная школа конференция для молодых ученых и специалистов «Новые материалы: Толерантное ядерное топливо», 29 октября–2 ноября 2018 г., г. Москва; 17-я международная школа конференция для молодых ученых и специалистов «Новые материалы: Перспективные технологии», 5–8 ноября 2019 г., г. Москва; Научная сессия НИЯУ МИФИ-2015, 16–20 февраля 2015 г., г. Москва;

VII Международная школа-конференция «Физическое материаловедение», 31 января–5 февраля 2016 г., г. Тольятти; Международная конференция «Пайка-2013», 10–12 сентября 2013 г., г. Тольятти; Научная сессия НИЯУ МИФИ-2013, 5 февраля 2013 г., г. Москва.

### **Публикации**

По теме диссертации опубликовано 18 работ, включая 5 работ в журналах, индексируемых в системе цитирования ISI Web of Science и Scopus, 1 работа в журнале, индексируемом ВАК, 10 тезисов докладов на конференциях и семинарах, а также получено 2 патента на изобретение.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** обоснована актуальность работы, поставлена цель и обозначены задачи исследования, показана научная новизна и практическая значимость полученных результатов.

**В первой главе** проведен обзор условий эксплуатации комбинированных анодов рентгеновских трубок медицинского назначения и методов пайки молибдена с графитом. Особое внимание в главе уделено рассмотрению существующего метода контактно-реактивной пайки цирконием, выявлены основные его недостатки – ухудшение механических свойств молибдена при пайке и невозможность эксплуатации соединения при температурах выше  $\sim 1550^\circ\text{C}$ . Показано, что разработка нового припоя и режима пайки, обеспечивающих повышенную рабочую температуру соединения анода, при снижении степени деградации механических свойств молибдена позволит уменьшить вес и расширить эксплуатационные свойства рентгеновских трубок.

Обобщены и систематизированы данные по пайке молибдена с графитом. Продемонстрировано, что получение термостойкого паяного соединения возможно с применением припоев на основе элементов-карбидообразователей и/или имеющих неограниченную растворимость в молибдене. Для достижения поставленной цели обоснована перспективность использования припоев системы Ti-Zr-Be в виде порошка, полученного размолотом закалённой из расплава ленты.

**Во второй главе** описаны методики, применяемые автором, для изготовления и исследования порошковых сплавов-припоев, пайки образцов молибдена с графитом и комбинированных анодов рентгеновской трубки, структурно-фазового анализа полученных паяных соединений, определения термомеханических характеристик паяных швов, конечно-элементного анализа условий эксплуатации паяного соединения в изделии – аноде рентгеновской трубки.

Получение порошкового припоя осуществляли в следующей последовательности: 1) выплавка слитков в аргонодуговой печи МИФИ-9; 2) проведение процесса сверхбыстрого затвердевания расплава; 3) термообработка закалённой ленты в вакууме; 4) размол хрупких фрагментов в планетарной мельнице; 5) рассев порошков на фракции гранулометрического состава 50–350 мкм.

В качестве паяемых материалов в работе использован молибден марки МЧ и графит МПГ-6. Перед пайкой графитовые образцы проходили механическую обработку с получением профиля в виде концентрических насечек треугольной формы глубиной 0,2 мм и с ша-

гом 0,5 мм для увеличения площади контакта припоя с графитом и улучшения прочностных характеристик паяного шва. Пайку образцов осуществляли в печи с резистивным нагревом СШВЭ-1,25/25 в вакууме не хуже  $6 \cdot 10^{-3}$  Па. Изображение микроструктуры паяных соединений получали с помощью растрового электронного микроскопа Carl Zeiss EVO 50 с приставками микрорентгеноспектрального анализа INCAX-Act и ДОРЭ-анализатора Oxford Instruments Nordlys. Фазовый анализ паяных швов проведен с использованием рентгеновских спектров, полученных в НИЦ «Курчатовский институт» на источнике синхротронного рентгеновского излучения (длина волны  $\lambda=0.0793$  нм). Для количественного определения структурных составляющих паяного шва и сплавов-припоев применяли программный комплекс Структура 5.2

Описана методика проведения контролируемого нагрева зоны пайки до заданной температуры, что позволило на опытных образцах соединений Мо/графит полностью имитировать условия работы паяного соединения анода рентгеновской трубки.

**В третьей главе** представлены экспериментальные результаты по выбору припоя и режима пайки молибдена с графитом с целью получения термостойкого паяного соединения. Изначально, паяные соединения Мо/графит получали с использованием порошковых припоев Ti-48Zr-4Be, Ti-48Zr-3Be (мас. %) гранулометрического состава в интервале 50–350 мкм. Обнаружено, что паяный шов соединения состоит из зёрен твердого раствора циркония и молибдена в титане, являющегося основной (матричной) структурной составляющей, по границам которых располагается эвтектика и включения твердого раствора циркония в титане (рисунок 1). Показано, что при охлаждении паяного соединения по границам зерен матрицы происходит эвтектоидный распад твердого раствора  $Ti_{\beta}$  (Mo, Zr), сопровождающийся формированием Видманштеттеновой структуры.



Рисунок 1 – Микрорентгеноспектральный анализ паяного шва соединения Мо/графит (порошковый припой Ti-48Zr-3Be (мас. %), режим пайки: 1100 °С, 20 мин)

Так как паяное соединение работает в условиях циклического нагрева и охлаждения, формирование  $\alpha$ -фазы с анизотропными свойствами в шве является нежелательным. Эксперимен-

тально было установлено, что при повторном нагреве паяного шва до температуры 1500 °С происходит его плавление с последующим перекашиванием графитового элемента относительно молибденового. Данное явление происходит вследствие заметного количества (~10 %) эвтектики в паяном шве что провоцирует вторичное плавление зоны соединения. Так как формоизменение паяного соединения недопустимо в процессе эксплуатации анода, состав выбранных сплавов-припоев нуждался в оптимизации. Для достижения необходимой термостойкости паяного соединения была проведена работа в следующих направлениях:

- стабилизация твердого раствора  $Ti_{\beta}$  в паяном шве путем замещения определённого количества циркония ниобием, который является  $\beta$ -стабилизатором сплавов титана и способен формировать тугоплавкие карбиды;
- уменьшение количества эвтектики в паяном шве для снижения вероятности вторичного плавления и формоизменения паяного соединения при нагреве до рабочих температур. Это проведено за счет снижения концентрации бериллия в припое с 3–4 мас. % до 1–2,5 мас. %.

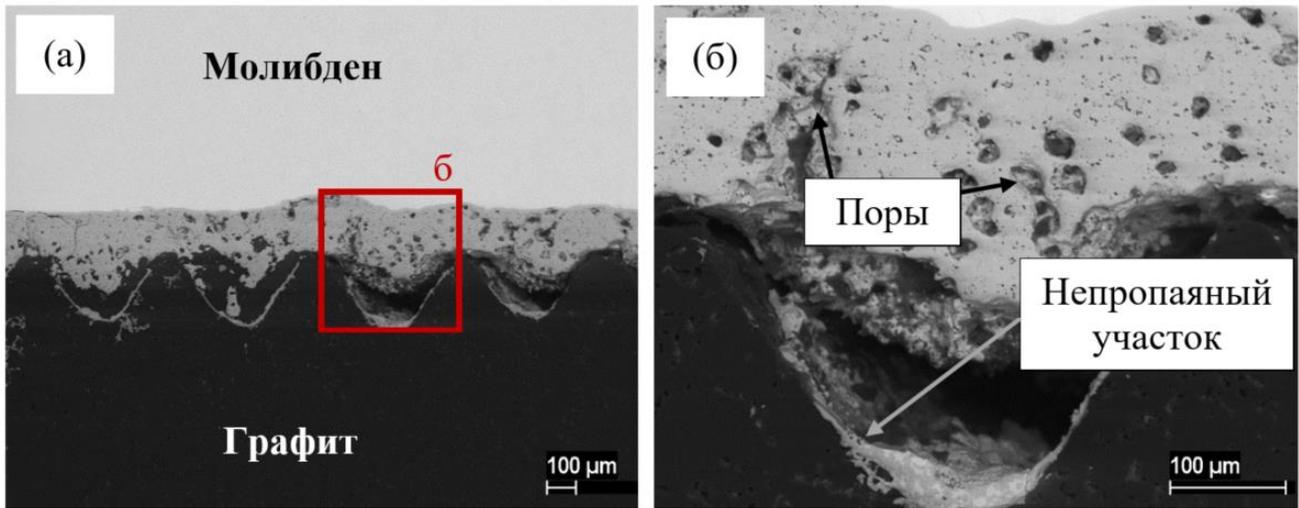
Исходя из этого предложены составы модифицированных припоев Ti-40Zr-8,5Nb (мас. %) с пониженным содержанием депрессанта – бериллия от 1 до 2,5 мас. %. Химический состав, относительная доля эвтектики и некоторые другие характеристики полученных порошковых сплавов-припоев перечислены в таблице 1.

Таблица 1 – Характеристики разработанных сплавов припоев

Состав сплава-припоя (мас. %)	Интервал плавания, °С	Форма припоя	Относительная доля эвтектики в слитке, %	Гранулометрический состав порошка, полученного размолотом ленты, мкм
Ti-40Zr-8,5Nb-2,5Be	1050–1100	Лента	35,3	50–350
Ti-40Zr-8,5Nb-2Be	1100–1150	Лента	26,2	50–350
Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be	1180–1280	Хрупкая лента	22,8	50–350
Ti-40Zr-8,5Nb-1,0Be	1320–1380	Фрагменты ленты	6,6	Менее 50

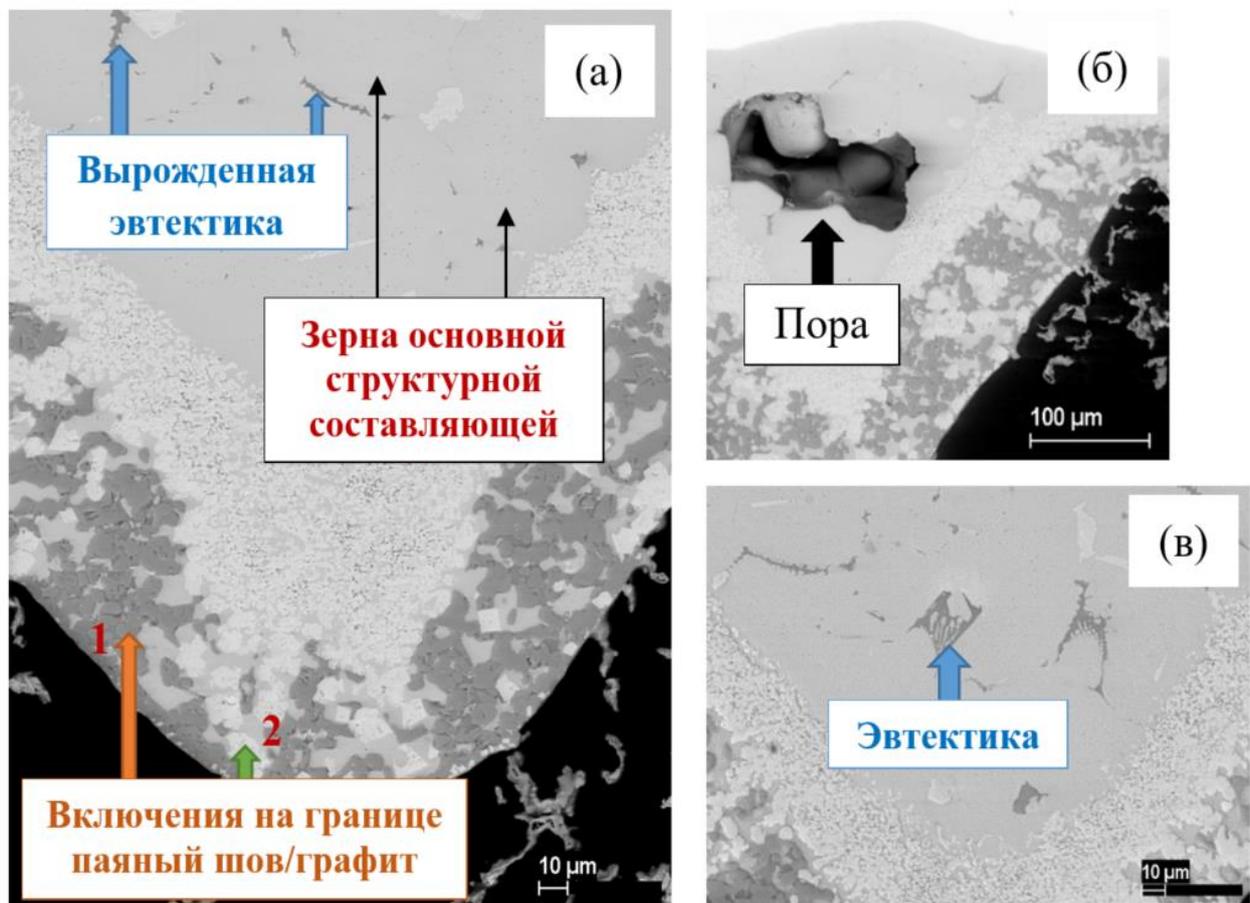
На основании анализа рентгеновских спектров порошковых припоев показано, что они состоят из твердого раствора  $(Ti, Zr)_\alpha$ , твердого раствора на основе ниобия (Nb), а также интерметаллидов  $ZrBe_2$ ,  $TiBe_2$ ,  $Nb_3Be_2$ . Поскольку предложенные припои вследствие меньшего содержания бериллия имеют более высокие температуры полного расплавления по сравнению со сплавами Ti-48Zr-(3–4)Be (мас.%), для каждого из них был выбран температурный интервал пайки на ~150 °С выше температуры полного расплавления с временем выдержки 10, 20 и 40 мин.

Обнаружено, что при использовании припоя Ti-40Zr-8,5Nb-1,0Be (мас. %) в паяных швах соединения Мо/графит образуется большое количество дефектов – непропаев, трещин, пор, что не позволяет использовать его для достижения цели работы (см. рисунок 2).



*a* – микроструктура шва, увеличение  $\times 50$ ; *б* – фрагмент шва с (*a*), увеличение  $\times 250$   
 Рисунок 2 – Микроструктура паяного шва соединения Мо/графит (припой Ti-40Zr-8,5Nb-1Ве (мас. %), режим пайки: 1400 °С, 10 мин)

При использовании припоев Ti-40Zr-8,5Nb-(1,5–2,5)Ве (мас. %) формируются качественно сходные паяные швы (см. рисунок 3).



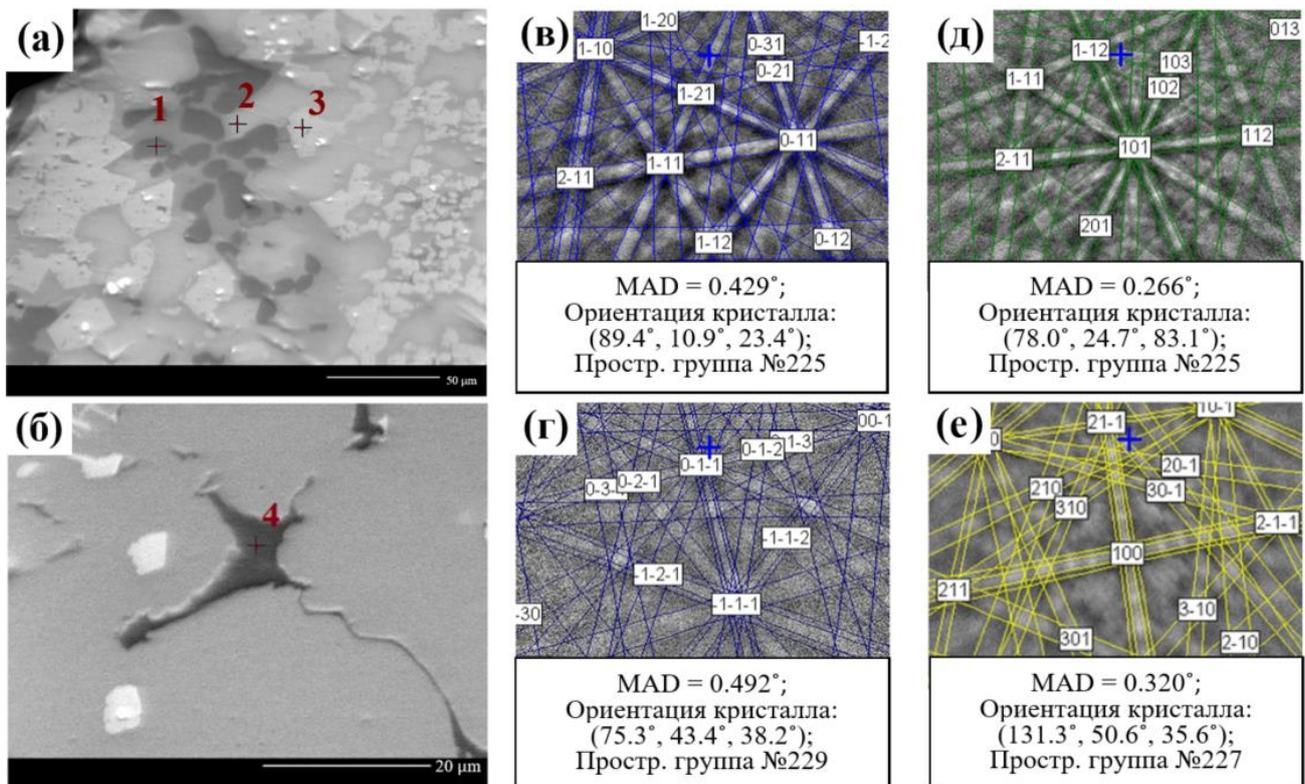
*a* – общий вид зоны паяный шов/графит; *б* – зона паяный шов/Мо; *в* – центральная зона шва  
 Рисунок 3 – Микроструктура фрагмента паяного шва соединения Мо/графит (припой Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Ве (мас. %), режим пайки: 1350°С, 20 мин)

Визуально в паяном шве обнаружено четыре структурных составляющих:

- матрица или основная структурная составляющая шва (см. рисунок 3, *a*);
- межкристаллитная эвтектика или вырожденная эвтектика (см. рисунок 3, *a* и *в*);
- два типа включений на границе паяный шов/графит (см. рисунок 3, *a*).

Основная структурная составляющая паяного шва занимает большую его часть. Между зернами основы на границе соприкосновения трех и более зерен кристаллизуется эвтектика (см. рисунок 3, *в*). На границе между двумя зернами чаще всего формируется вырожденная эвтектика (см. рисунок 3, *a*). Соотношение количества эвтектики и вырожденной эвтектики в паяном шве зависит от исходного содержания бериллия в припое, и в общем случае, с понижением количества бериллия в припое растет доля вырожденной эвтектики. Образование пор в паяном шве связано с наличием вырожденной эвтектики и, вследствие ослабления межзеренных границ, выкрашиванием отдельных зерен при подготовке образцов (рисунок 3, *б*). Это косвенно является признаком негативного влияния вырожденной эвтектики на прочность паяного соединения. Остальные две структурные составляющие в виде включений кристаллизуются на границе паяный шов/графит и, вероятно, представляют собой продукт химической реакции взаимодействия припоя с графитом.

Так как микроструктуры паяных швов соединений Мо/графит, полученных с использованием припоев Ti-40Zr-8,5Nb-(1,5–2,5)Be (мас. %), сходны между собой, с целью определения точного фазового состава для одного из них проведен детальный микрорентгеноспектральный и ДОРЭ-анализ (см. таблицу 2 и рисунок 4).



*a* – вид пограничной с графитом зоны паяного шва; *б* – центральная зона паяного шва;

*в*, *г*, *д*, *е* – Кикучи-линии кристаллитов, в зонах 1–4 соответственно

Рисунок 4 – Микроструктура паяного шва соединения Мо/графит (припой Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %), режим пайки: 1400°C, 20 мин)

Таблица 2 – Результаты микрорентгеноспектрального и ДОРЭ анализа структурных составляющих паяного шва Мо/графит (рисунок 4)

Структурная составляющая (зона анализа)	Элементный состав, ат. %					Пространственная группа кристаллита, символы Германа-Могена
	C	Ti	Zr	Nb	Mo	
Матрица (з. 2)	–	60,6	4,6	7,3	27,5	$Im\bar{3}m$
Выр. эвтектика (з. 4)	–	64,7	9,4	6,3	19,6	$Fd\bar{3}m$
Включение 1 (з. 1)	52,2	41,3	5,4	1,1	–	$Fm\bar{3}m$
Включение 2 (з. 3)	45,3	6,3	46,6	1,8	–	$Fm\bar{3}m$

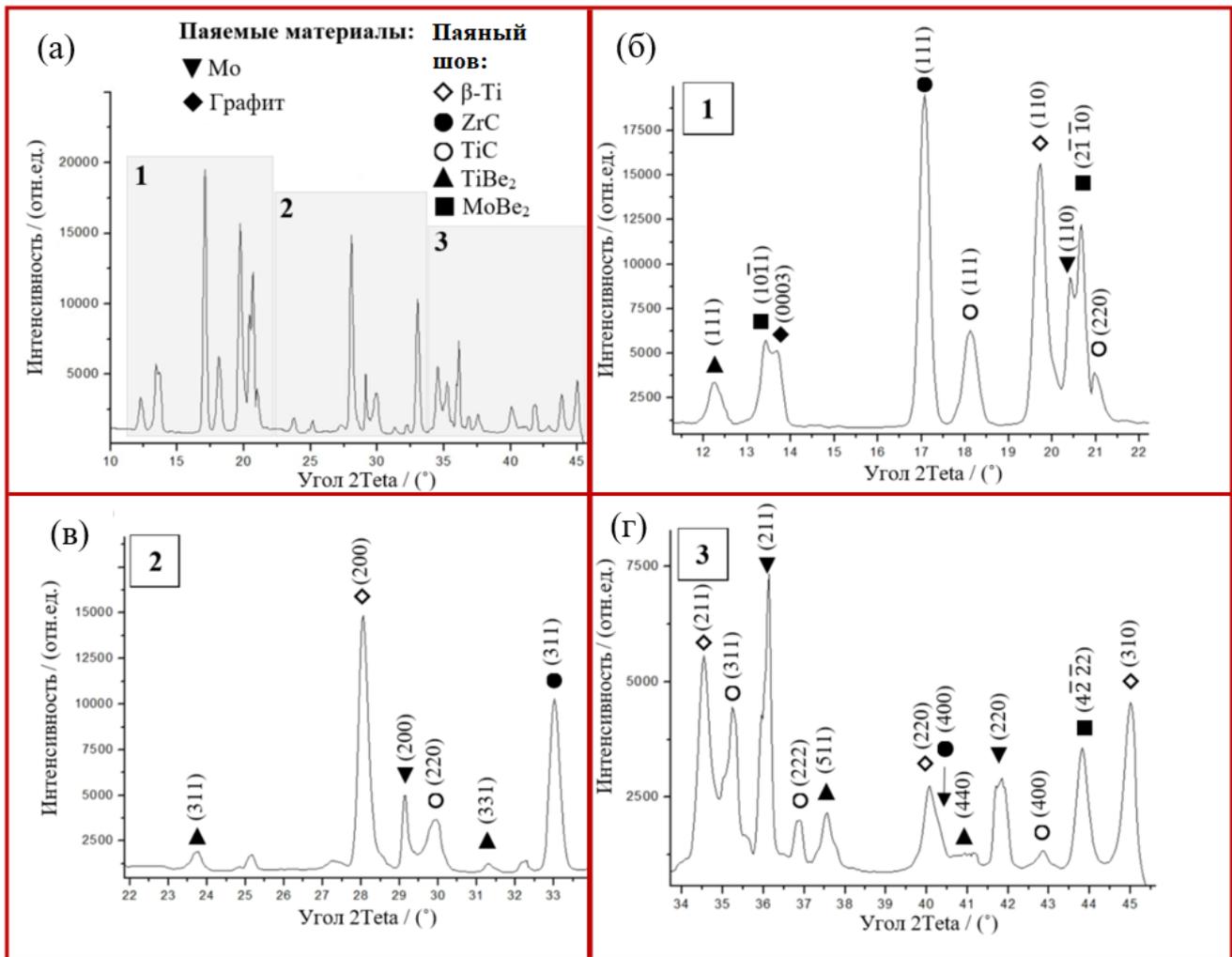
Методом микрорентгеноспектрального анализа определено, что основная структурная составляющая (матрица) паяного шва представляет собой твердый раствор на основе титана с содержанием молибдена до 27 ат. %. Количество ниобия составляет около 6–7 ат. %, циркония 4–7 ат. % и незначительно колеблется в зависимости от места анализа. ДОРЭ анализ (рисунок 4, з) показал, что зерна данной структурной составляющей имеют пространственную группу  $Im\bar{3}m$ , что эквивалентно пространственной группе ОЦК титана ( $Ti_{\beta}$ ). Видманштеттеновой структуры в паяном шве обнаружено не было, что является доказательством в пользу отсутствия эвтектоидного превращения при охлаждении.

Вырожденная эвтектика, которая образуется по границам зерен твердого раствора на основе титана, не содержит углерод, что не объясняет ее темный цвет и может свидетельствовать о наличии элемента с низкой атомной массой (бериллий), не обнаруживаемого методом микрорентгеноспектрального анализа (см. рисунок 4, б, е). Основными элементами вырожденной эвтектики являются титан и молибден, а пространственная группа кристаллитов в этой зоне –  $Fd\bar{3}m$  аналогична пространственной группе интерметаллида  $TiBe_2$ . Предполагается, что ввиду высокого содержания молибдена в данной структурной составляющей (19,6 ат. %) возможно также образование фазы  $MoBe_2$ .

Включения, формирующиеся на границе паяного шва с графитом, по результатам микрорентгеноспектрального анализа содержат в своем составе почти 50 ат. % углерода, подтверждающее, что они являются карбидами титана и циркония. В пользу этого утверждения свидетельствует то, что включения по результатам ДОРЭ-анализа (рисунок 4, в и д), имеют кристаллическую решетку с пространственной группой  $Fm\bar{3}m$ , аналогичной пространственной группе карбидов титана ( $TiC$ ) и циркония ( $ZrC$ ).

Для уточнения фазового состава данного паяного шва проведен анализ его рентгеновского спектра, полученного с использованием синхротронного источника рентгеновского излучения в НИЦ «Курчатовский институт» (рисунок 5). Определено, что в паяном шве присутствуют следующие фазы: твердый раствор  $Ti_{\beta}$ , карбиды титана и циркония ( $TiC$ ,  $ZrC$ ), а также два интерметаллида:  $TiBe_2$  и  $MoBe_2$ . Таким образом, подтверждено предположение о том, что эвтектика представляет собой смесь твердого раствора  $Ti_{\beta}$  и интерметаллидов  $TiBe_2$  и  $MoBe_2$ . Наличие эвтектики или вырожденной эвтектики по границам зерен может значительно ухудшить механические характеристики паяного соединения вследствие ослабления межзеренных

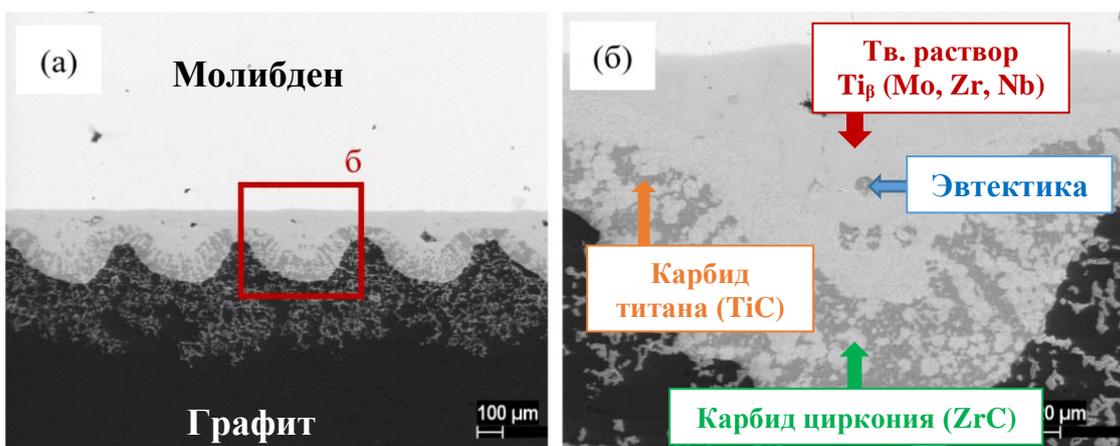
границ и снизить термостойкость шва ввиду появления жидкой фазы при нагреве, из чего возникает необходимость минимизация её количества.



а – полный рентгеновский спектр; б, в, г – увеличенные области рентгеновского спектра в диапазоне углов 11–22°, 22–34°, 34–46° соответственно

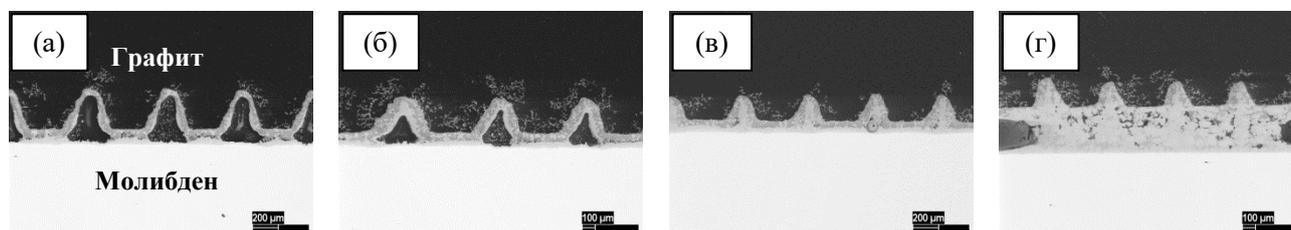
Рисунок 5 – Рентгеновский спектр паяного шва соединения Мо/графит (припой Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %), режим пайки: 1400°C, 20 мин), полученный с использованием синхротронного источника рентгеновского излучения

С применением графического анализа установлено, что минимальное количество эвтектики в паяном шве Мо/графит образуется при использовании припоя состава Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %) и режима пайки 1400 °C, 20 мин. Поэтому данный припой и режим пайки был выбран для изготовления макетного образца и двух анодов рентгеновской трубки. Паяный шов соединения Мо/графит, полученный с использованием разработанного припоя, состоит преимущественно из твердого раствора  $Ti_{\beta}$  (Mo, Zr, Nb), с относительно небольшим количеством карбидов титана и циркония (TiC, ZrC) и минимальным количеством эвтектики (см. рисунок б). Проведенный структурный анализ паяных швов соединения Мо/графит также позволил выявить закономерность формирования и содержания в шве эвтектики в зависимости от температурно-временных условий пайки. В целом, увеличением температуры и времени выдержки можно снизить количество эвтектической составляющей в шве.



*a* – общий вид паяного шва, увеличение  $\times 50$ ; *б* – фрагмент паяного шва с (*a*), увеличение  $\times 250$   
 Рисунок 6 – Микроструктура паяного шва соединения Мо/графит (припой Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %), режим пайки: 1400 °С, 20 мин)

Для определения оптимального количества наносимого припоя проведены исследования микроструктуры паяных швов молибдена с графитом, полученных с различной дозировкой порошка припоя (рисунок 7).

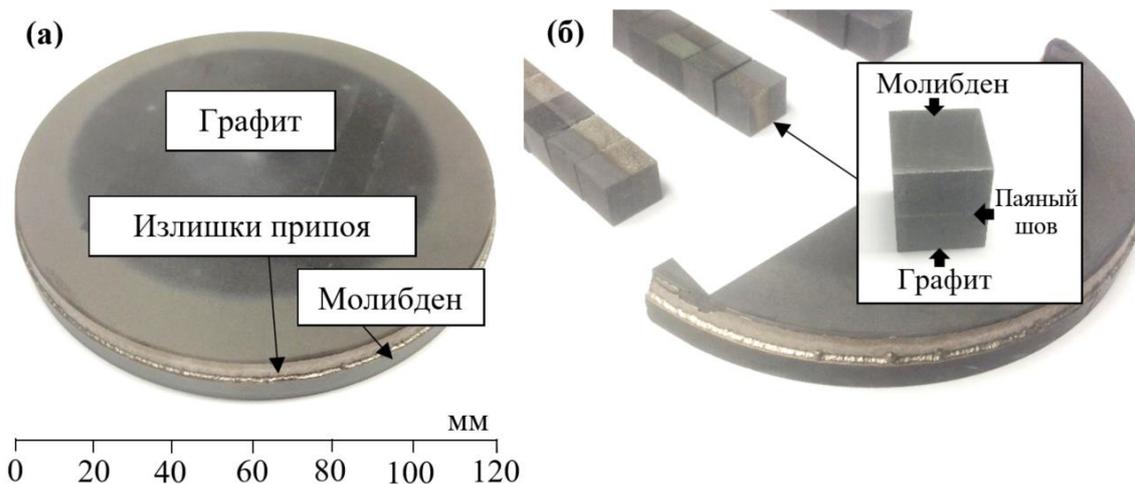


*a* – 0,75 мг/мм<sup>2</sup>; *б* – 1 мг/мм<sup>2</sup>; *в* – 1,25 мг/мм<sup>2</sup>; *г* – 1,5 мг/мм<sup>2</sup>

Рисунок 7 – Микроструктура паяного шва соединения Мо/графит при различной дозировке порошка припоя

Согласно полученным результатам, оптимальный расход порошка припоя составляет 1,25 мг/мм<sup>2</sup>, при этом удается получить паяное соединение без пор. В случае дозировки 0,75 мг/мм<sup>2</sup> и 1 мг/мм<sup>2</sup> в паяном шве по вершинам насечек наблюдаются поры, обусловленные недостатком припоя. При расходе 1,5 мг/мм<sup>2</sup> имеет место неравномерное распределение материала припоя по толщине паяного шва, что является следствием повышенного сопротивления выдавливанию излишка припоя через технологический боковой зазор.

С использованием разработанного припоя и режима пайки изготовлен образец-макет анода диаметром 120 мм (рисунок 8, *a*). Порошковый припой Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %) в количестве 1,25 мг/мм<sup>2</sup> закладывали в полость молибденовой заготовки, затем прижимали графитовым элементом и грузом, обеспечивающим давление 20 кПа. Пайку проводили в печи Хеглон ХVАС 1600 при температуре 1400 °С с выдержкой в течении 20 мин в вакууме не хуже  $6 \cdot 10^{-3}$  Па. Образцы для механических испытаний и имитационной термообработки вырезали из макета анода размерами 10×10×12,1 мм (рисунок 8, *б*). Среднее значение прочности паяных соединений на срез составило  $28,0 \pm 0,9$  МПа. При механических испытаниях разрушение осуществлялось по графитовому элементу вблизи насечек шва.



*a* – образец-макет анода рентгеновской трубки; *б* – образцы для механических испытаний и имитационной термообработки

Рисунок 8 – Образцы паяных соединений Мо/графит

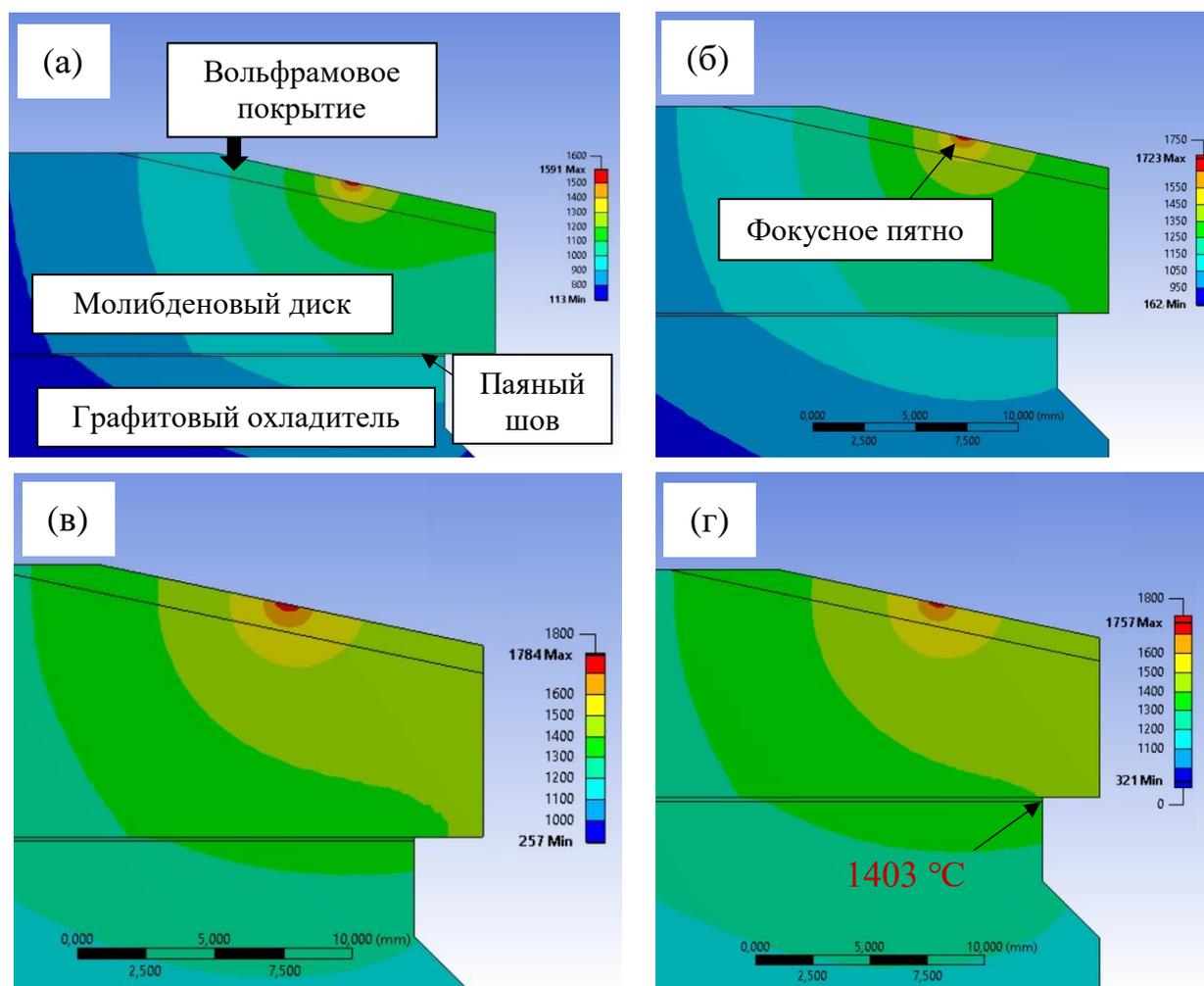
Температура распайки полученного паяного соединения составила  $1882 \pm 4$  °С. Анализ микроструктуры соединения после распайки показал, что расплавление происходило по твердому раствору  $Ti_{\beta}$  (Mo, Zr, Nb). Полученная температура существенно выше температуры пайки, что связано с интенсивной диффузией молибдена и углерода в шов в процессе пайки.

Распайка соединения происходит при появлении жидкофазной прослойки по всей площади паяного шва, что возможно по достижении температуры солидуса твердого раствора  $Ti_{\beta}$  (Mo, Zr, Nb). Стоит отметить, что экспериментально полученное значение температуры распайки примерно соответствуют температуре солидуса сплава Ti-30 ат. % Мо (1830 °С), элементный состав которого близок к полученному в шве твердому раствору  $Ti_{\beta}$  (Mo, Zr, Nb) (см. рисунок 4 и таблицу 2). Однако, следует учитывать, что и до температуры распайки могут происходить процессы локального плавления эвтектики по реакции (1) в местах скопления интерметаллидов  $TiBe_2$ ,  $MoBe_2$ :



Для предотвращения локального плавления в паяном шве и фиксации его «тугоплавкого» состояния необходимо провести дополнительную термическую обработку, в результате которой в шве не должно оставаться эвтектики. Молибден-графитовый анод рентгеновской трубки перед эксплуатацией проходит обязательную вакуумно-термическую обработку – дегазацию. При дегазации температура паяного шва анода может быть равна или даже превышать рабочую. В связи с этим, было необходимо изучить эволюцию структурно-фазового состояния паяного шва соединения Мо/графит после термической обработки, имитирующей рабочие условия эксплуатации анода.

**В четвертой главе** проведен расчет и смоделировано распределение температурного поля в аноде на примере мишени рентгеновской трубки Varex G-2090Tri (см. рисунок 9). Показано, что для некоторых режимов эксплуатации (мощность электронного луча 25 кВт, время экспозиции 90 с, коэффициент заполнения импульсного сигнала электронного луча 50 %), температура на паяном шве анода может составлять величину 1400 °С (см. рисунок 9, *з*).

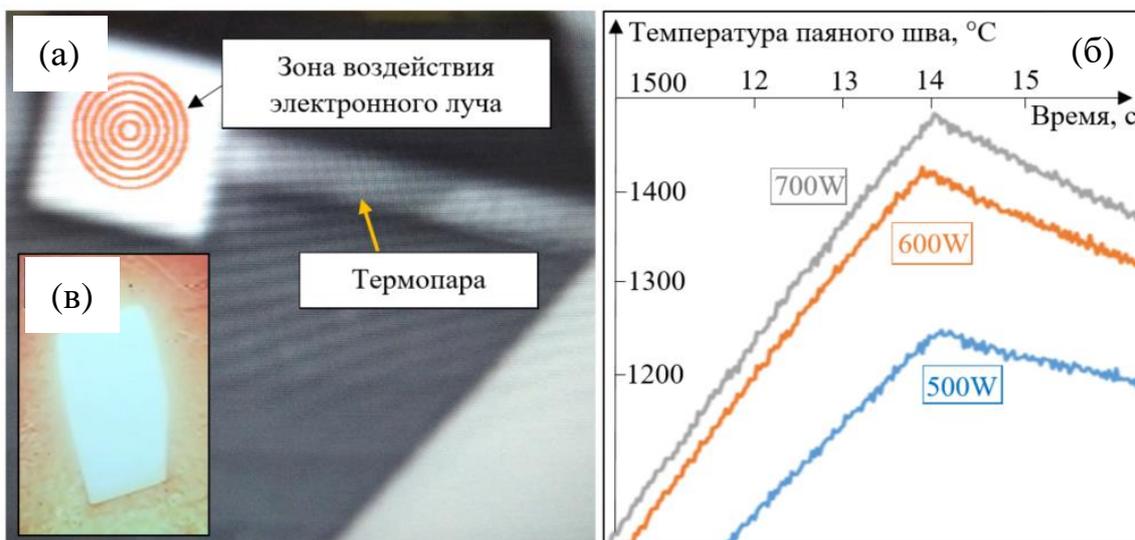


*a* – 42 кВт, 20 с; *б* – 35 кВт, 40 с; *в* – 28 кВт, 70 с; *г* – 25 кВт, 90 с

Рисунок 9 – Расчетные карты распределения температурного поля в при различной мощности и времени экспозиции электронного луча

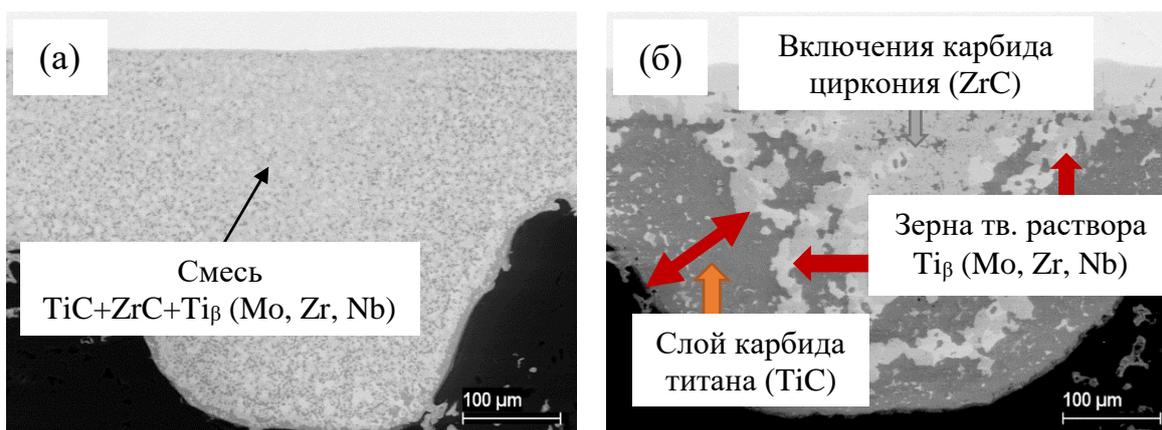
Таким образом, была определена рабочая температура паяного шва анода для имитационной термообработки. Термическую обработку паяных швов осуществляли двумя способами: 1) нагревом электронным лучом и 2) нагревом в вакуумной печи с изотермической выдержкой. В первом случае осуществляли выбор необходимой мощности электронного луча при времени экспозиции пучка равным 14 с. Для этого внутрь образца паяного соединения Мо/графит помещали термопару ТВР-А1 (рисунок 10, *a*), соединенную через универсальный модуль АЦП LTR 11 с ЭВМ. Это давало возможность измерять температуру на шве и определить оптимальные условия электронно-лучевой обработки.

Представленная методика позволяет осуществлять контролируемый нагрев до необходимой температуры в зависимости от мощности и времени экспозиции электронного пучка. Для имитации одного цикла включения рентгеновской трубки (нагрев паяного шва Мо/графит до 1400 °C), выбрана мощность электронного луча 600 Вт и время экспозиции 14 с (см. рисунок 10, *б*). Согласно выбранному режиму (мощность пучка 600 Вт, время экспозиции 14 с), был проведен циклический нагрев (5, 10, 20 циклов) паяных соединений (см. рисунок 10, *в*). Для охлаждения паяного соединения до температуры  $350 \pm 20$  °C, выбраны интервалы между нагревами по 3 мин.



*a* – фотография образца паяного соединения с монтированной в него термопарой ТВР-А1; *б* – кривая нагрева и охлаждения паяного шва при мощности электронного луча в диапазоне 500–700 Вт; *в* – фотография образца паяного соединения в момент максимального разогрева  
 Рисунок 10 – Иллюстрация измерения температуры паяного шва соединения Мо/графит в процессе термической обработки электронным лучом

Имитация длительной работы паяного соединения была проведена путем изотермической выдержки в вакуумной печи СШВЭ-1,25/25 при температуре 1400 °С в течение 2, 4 и 8 ч. На рисунке 11 представлены микроструктуры фрагмента паяных швов Мо/графит, после циклического нагрева электронным лучом (20 циклов) и изотермической выдержки (1400 °С, 8 ч)



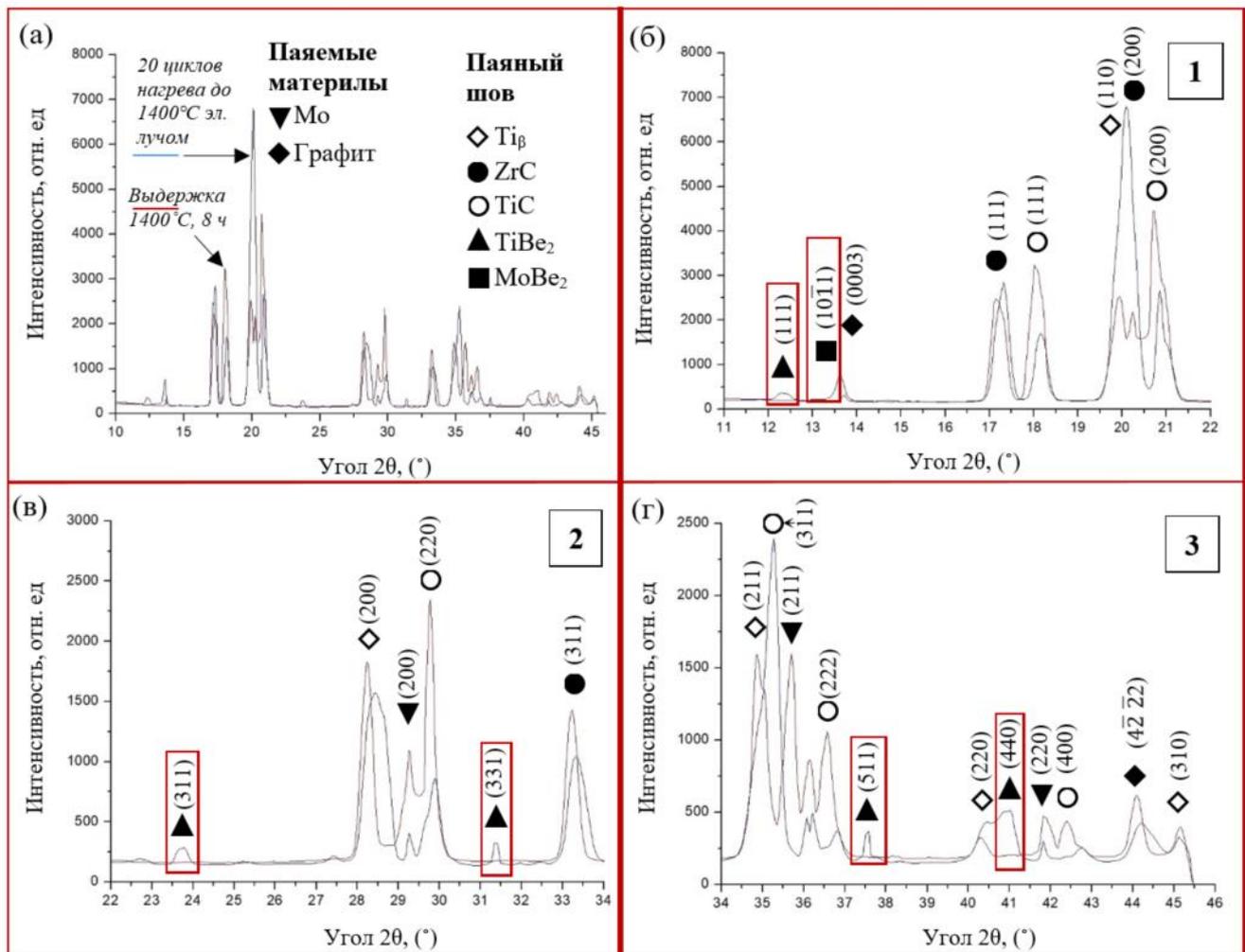
*a* – циклический нагрев электронным лучом до 1400 °С (20 циклов);  
*б* – изотермическая выдержка в вакууме: 1400 °С, 8 ч

Рисунок 11 – Микроструктура фрагментов паяных швов соединения Мо/графит (порошковый припой Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Вe (мас. %), режим пайки: 1400 °С, 20 мин) после термической обработки

После циклического нагрева (имитация «шокового» нагрева) произошло измельчение структурных составляющих паяного шва (см. рисунок 11, *a*). Карбиды титана, циркония (TiC, ZrC) и зерна твердого раствора Tiβ (Мо, Zr, Nb) более равномерно распределились внутри пая-

ного шва. Напротив, после изотермической выдержки (отжиг 1400 °С, 8 ч) измельчения структурных составляющих не произошло. В паяном шве наблюдали: 1) увеличение толщины слоя карбида титана (TiC) на границе раздела паяный шов/графит; 2) увеличение размера включений карбида циркония (ZrC); 3) уменьшение размера зерен твердого раствора Ti<sub>β</sub> (Mo, Zr, Nb). Замечено, что после изотермической выдержки (1400 °С, 8 ч) в паяном шве не произошло кристаллизации эвтектики или вырожденной эвтектики, так как, вероятно, из-за диффузии углерода в паяный шов, произошло формирования карбида бериллия. Шов преимущественно состоит из карбидов (ZrC+TiC) с отдельными зернами твердого раствора Ti<sub>β</sub> (Mo, Zr, Nb).

Фазовый анализ термически обработанных паяных швов Мо/графит проведен на основании рентгеновских спектров, полученных с использованием синхротронного источника рентгеновского излучения (рисунок 12).



*a* – полный рентгеновский спектр; *б, в, г* – увеличенные области рентгеновского спектра в диапазоне (угол 2θ) 11–22 °, 22–34 °, 34–46 ° соответственно

Рисунок 12 – Рентгеновские спектры термически обработанных паяных соединений Мо/графит, полученные с использованием синхротронного источника рентгеновского излучения

Наличие фаз TiBe<sub>2</sub> и MoBe<sub>2</sub> показывает, что циклический нагрев электронным лучом паяного соединения до 1400°С (имитация термического удара, 20 циклов) не меняет качественный

состав паяного шва. Однако, после изотермической выдержки (1400 °С, 8 ч) структурно-фазовое состояние паяного шва изменилось. На рентгеновском спектре отсутствуют пики ранее идентифицированных в шве интерметаллидов  $TiBe_2$ ,  $MoBe_2$  (см. рисунок 12), что согласуется с результатами исследования микроструктуры (см. рисунок 11, б). Таким образом, показано, что длительная изотермическая выдержка позволяет удалить эвтектику (смесь  $Ti_\beta$  и  $TiBe_2$ ,  $MoBe_2$ ) из паяного шва соединения Мо/графит за счет увеличения доли карбидов.

Следует учитывать, что при нагреве за счет диффузии углерода в шов происходит интенсивное карбидообразование, что может ухудшить прочностные характеристики шва. Поэтому, с целью оценки влияния термической обработки на механические характеристики паяных соединений, проведены их испытания на срез. Средние значения предела прочности на срез в момент разрушения образцов показаны в таблице 3.

Таблица 3 – Результаты механических испытаний на срез паяных соединений Мо/графит (припой Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %), режим пайки 1400 °С, 20 мин) после термической обработки

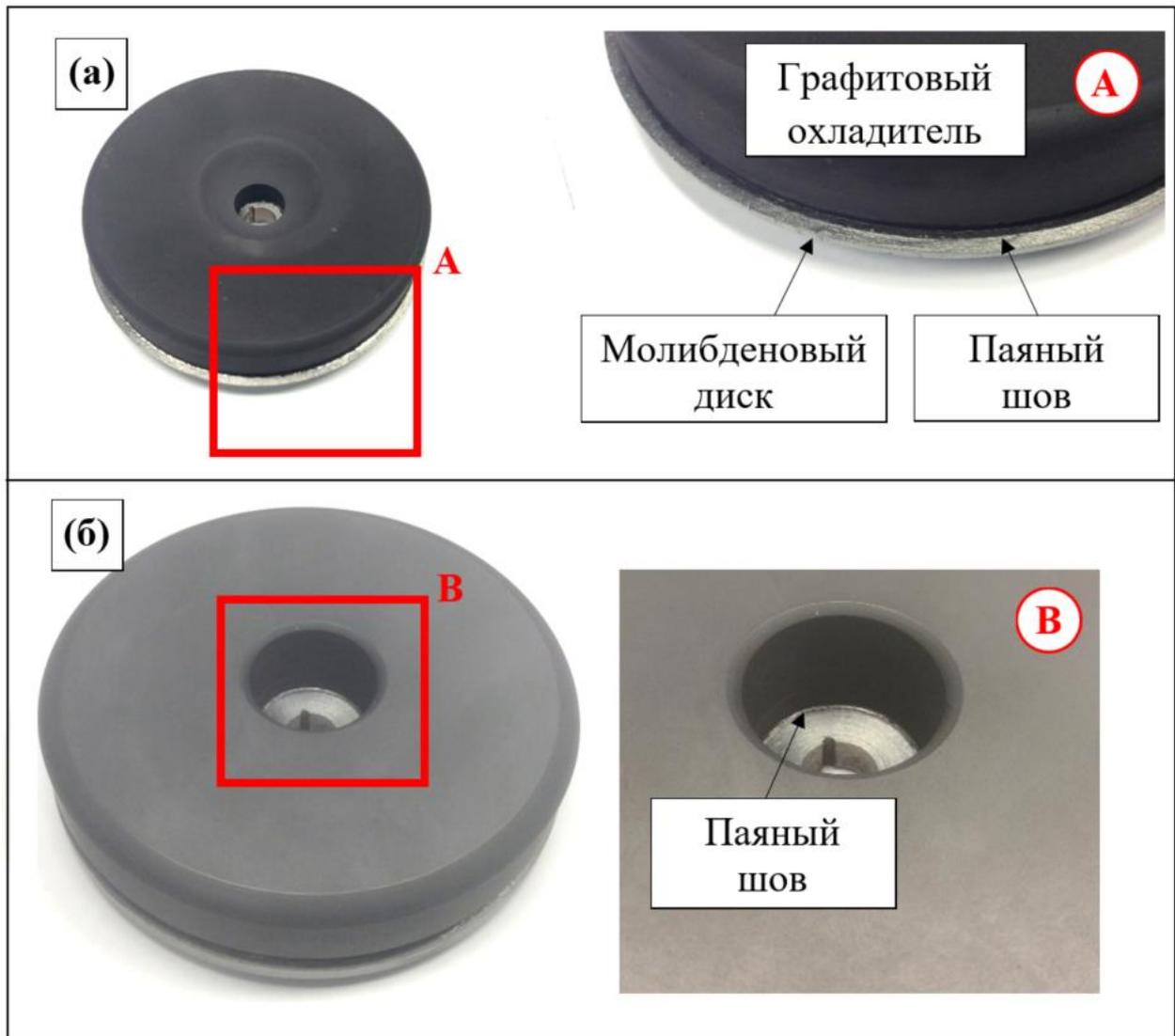
Термическая обработка	Циклический нагрев электронным лучом (до 1400 °С), число циклов			Выдержка 1400 °С, время выдержки, ч	
	5	10	20	2	8
Среднее значение прочности, МПа	24,6±2,4	25,2±2,1	23,4±2,5	26,6±2,6	26,1±6,4

Следует отметить, что разрушение образцов происходило преимущественно по графиту вблизи паяного шва, чему способствовало наличие специально нанесенного профиля в графитовом элементе. Полученные результаты показывают, что прочность соединения Мо/графит на срез после термической обработки находится на уровне значений непосредственно после пайки. Небольшое изменение прочности вероятно обусловлено появлением микротрещин в графитовом элементе ввиду наличия остаточных термических напряжений при охлаждении образцов.

Измерить температуру распайки для образца паяного соединения Мо/графит, прошедшего термообработку (1400 °С, 8 ч), не удалось, так как при температуре 1980 °С (предельно допустимая температура в печи) соединение сохранило структурную целостность. Повышение температуры распайки произошло вследствие изменения структурно-фазового состояния паяного шва после термической обработки. Ранее было показано, что в ходе изотермической выдержки не происходит образование интерметаллидов  $TiBe_2$  и  $MoBe_2$  и эвтектики с их участием, что повышает температуру распайки. Значение температуры распайки сохранившего целостность образца, термообработанного паяного соединения минимум на 430 °С выше, чем температура распайки соединений, полученных по методу контактно-реактивной пайки цирконием.

**В пятой главе** представлены результаты апробации разработанного припоя и режима пайки для изготовления комбинированных анодов. Проведена термическая обработка и динамические испытания паяных анодов с целью имитации рабочих условий. С целью оценки изменения структурно-фазового состояния паяного соединения анода после термической обработки и динамических испытаний проведено исследование его микроструктуры.

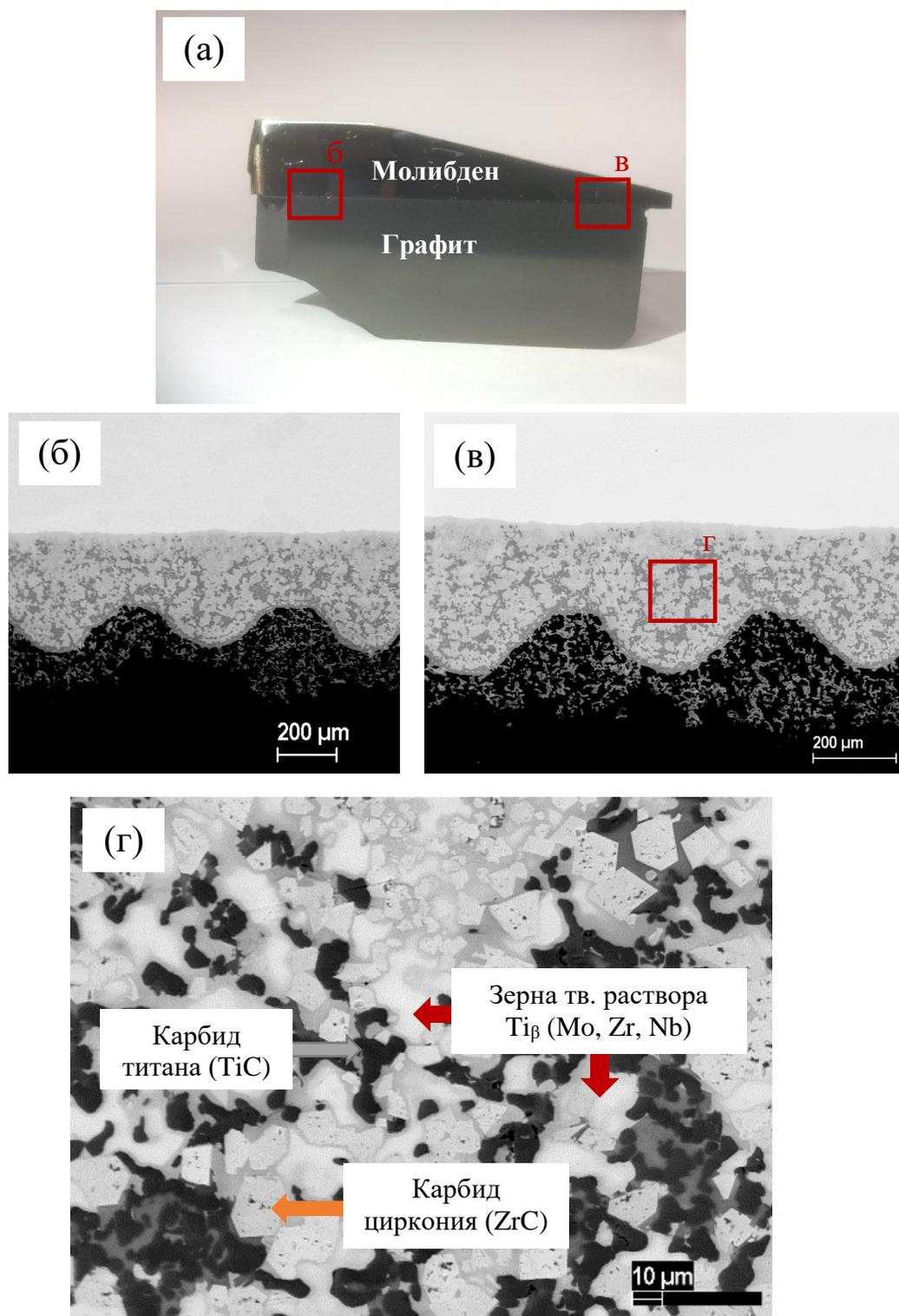
Изготовлены два анода: диаметром 100 мм для динамических испытаний и диаметром 120 мм для термической обработки. Получены визуально качественные паяные соединения с галтелью по краю паяемых элементов (рисунок 13).



*a* – анод диаметром 100 мм; *б* – анод диаметром 120 мм

Рисунок 13 – Фотографии паяных анодов

Динамические испытания анода диаметром 100 мм проведены на балансировочном стенде Schenck rasio 15: 5 циклов разгона до 5000 об./мин. с работой в течение 1 мин и резкой остановкой за 2 с. После испытаний анод сохранил структурную целостность и был разрезан на фрагменты для изучения микроструктуры паяного шва в периферийной и центральной зоне соединения (см. рисунок 14). С учетом проведенных ранее исследований, выявлено, что после изготовления паяное соединение анода представляет собой смесь из зерен твердого раствора  $Ti_B$  (Mo, Zr, Nb) с карбидными включениями (TiC и ZrC). Включения карбидов равномерно распределены в матрице твердого раствора паяного шва, а припой проникает в графит на глубину ~200 мкм. Образования эвтектики в паяном шве анода не наблюдали. После динамических испытаний в паяном шве не произошло образования каких-либо дефектов (трещин, пор).



*a* – разрез анода; *б* – паяный шов центральной зоны анода с (*a*); *в* – паяный шов периферийной зоны анода с (*a*); *г* – фрагмент паяного шва с (*в*)

Рисунок 14 – Микроструктура паяного соединения анода диаметра 100 мм после изготовления и динамических испытаний

Анод диаметра 120 мм был подвергнут нагреву электронным лучом для имитация циклической работы. Мощность электронного луча для нагрева выбрана в соответствии с нагрузочной

кривой для рентгеновской трубки Varex G-2090 Tg с эквивалентным по диаметру анодом. Воздействие пучком электронов осуществляли на молибденовый диск по диаметру 100 мм в комплексе АЭЛТК-12, диаметр пучка составлял 4 мм, а скорость вращения луча по аноду – 150 об./с равномерно за счет развертки электронного луча. Режимы термообработки анода с использованием электронного луча приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Режимы термообработки паяного комбинированного анода диаметром 120 мм электронным лучом

Мощность электронного луча, кВт	20	15	10
Время воздействия, с	40	35	30

Перед термической обработкой предварительно был проведен «мягкий» прогрев анода электронным лучом с мощностью 3 кВт с временем экспозиции 600 с. Последующий циклический нагрев осуществляли по режимам: 10 кВт, 30 с (3 цикла); 15 кВт, 35 с (3 цикла); 20 кВт, 40 с (3 цикла). В процессе термической обработки анод нагревался преимущественно в периферийной зоне (см. рисунок 15)

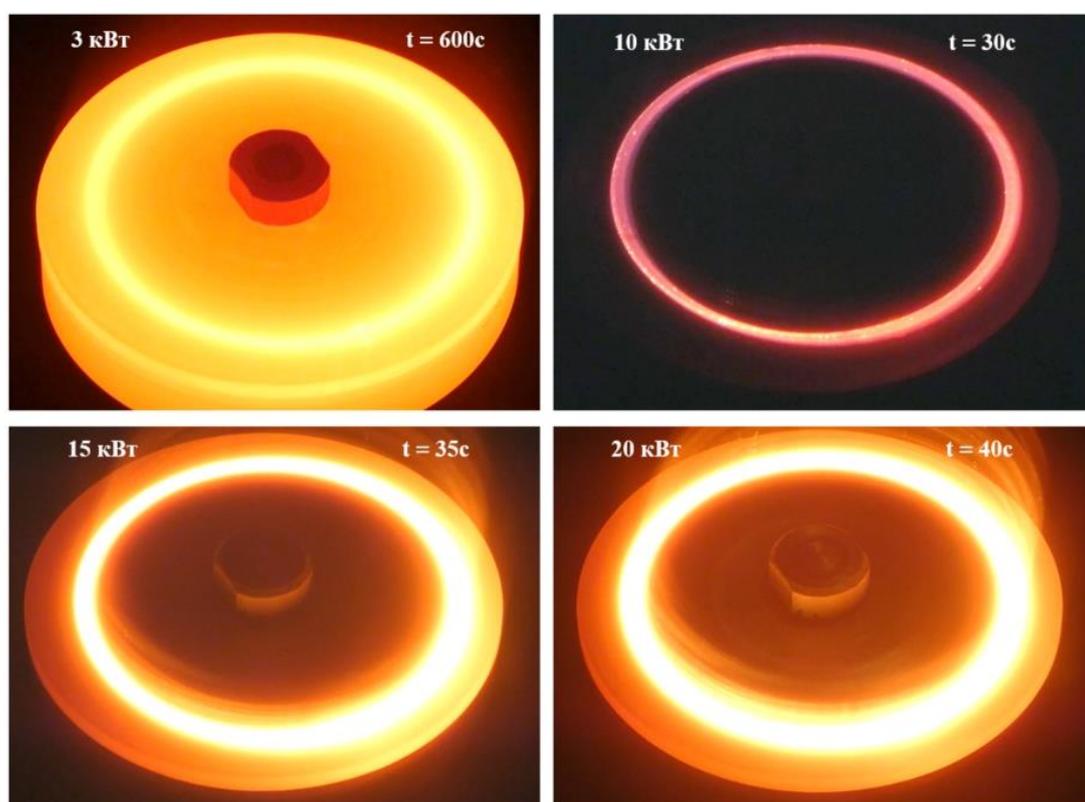
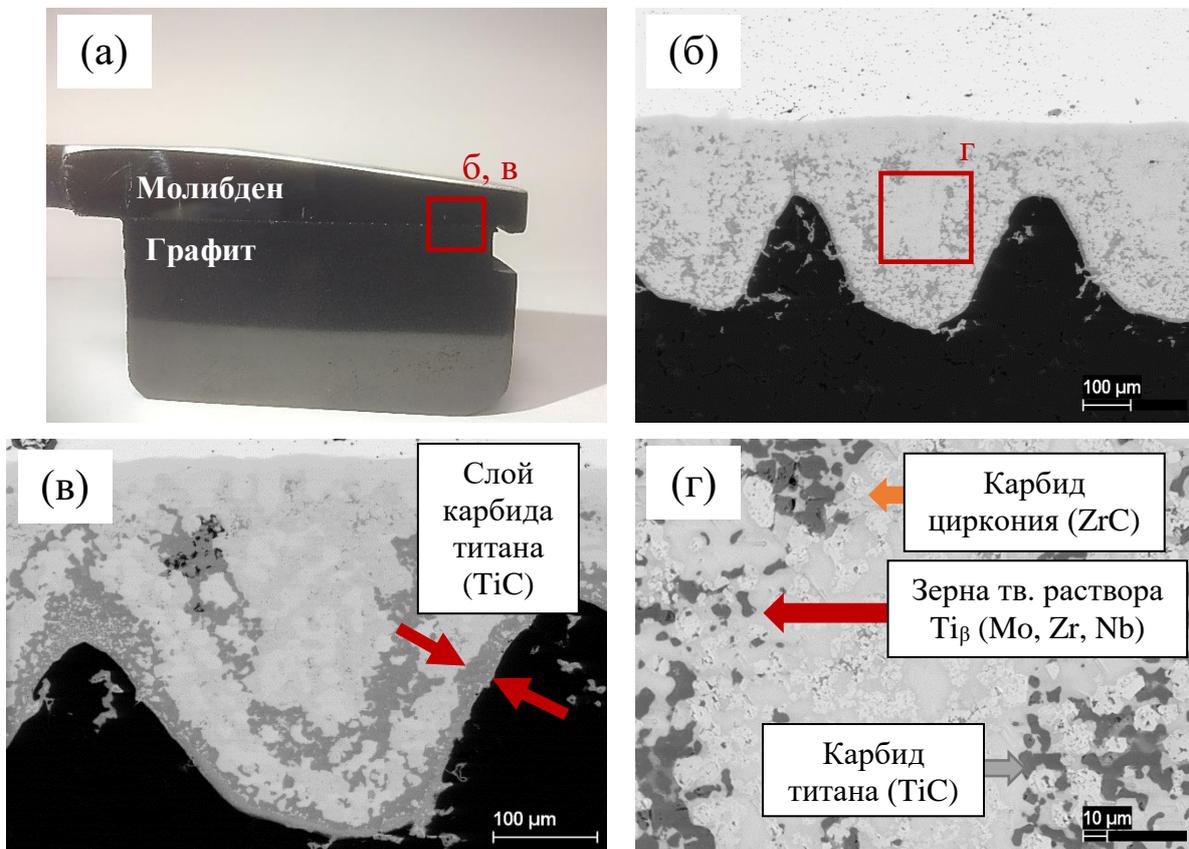


Рисунок 15 – Фотографии анода диаметра 120 мм в процессе нагрева электронным лучом

После циклического нагрева электронным лучом анод сохранил структурную целостность и был разрезан для изучения микроструктуры шва и осуществления дополнительной термообработки (1400 °С, 2 ч) в вакууме (имитация долговременной работы). Микроструктура фрагмента паяного соединения анода после нагрева электронным лучом и изотермической выдержки в вакууме показана на рисунке 16.



*a* – разрез анода; *б* – периферийная зона паяного шва анода с (*a*) после циклического нагрева электронным лучом; *в* – периферийная зона паяного шва анода с (*a*) после изотермической выдержки: 1400 °С, 2 ч; *г* – фрагмент паяного шва анода с (*б*), увеличение  $\times 500$ ;

Рисунок 16 – Микроструктура паяного соединения анода диаметра 120 мм после термической обработки

Выявлено, что после нагрева электронным лучом паяный шов анода состоит из зерен твердого раствора  $Ti_{\beta}$  (Mo, Zr, Nb) с карбидными включениями (TiC и ZrC). После изотермической выдержки (1400 °С, 2 ч) наблюдали значительное (до 30 мкм) увеличение толщины слоя карбида титана (TiC) на границе паяный шов/графит. Как после изготовления, так и после термической обработки, в паяном соединении не наблюдали формирования эвтектики или выжженной эвтектики.

Проведенные динамические испытания и исследование микроструктуры паяного шва анода показывают, что разработанный припой и режим пайки имеет перспективу применения для экспериментального производства анодов с улучшенными характеристиками, к которым можно отнести: уменьшение степени деградации механических свойств молибдена и снижение остаточных термических напряжений в паяном шве анода после пайки за счёт понижения температуры пайки до 1400 °С; уменьшение массы анода путём снижения толщины молибденового диска (нагрузки на подшипниковый узел рентгеновской трубки) за счёт повышения температуры распайки как минимум до 1882 °С.

## ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Для изготовления комбинированного анода с улучшенными характеристиками разработаны порошковый припой состава Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %) и режим пайки молибдена с графитом: припой гранулометрического состава 50–350 мкм, расход припоя – 1,25 мг/мм<sup>2</sup>, нагрев до 1400 °С со скоростью 20 °С/мин, выдержка 20 мин, вакуум  $6 \cdot 10^{-3}$  Па.
2. Установлено, что после пайки шов состоит из твердого раствора Ti<sub>β</sub> (Mo, Zr, Nb), карбидов TiC, ZrC, формирующихся на границе паяный шов/графит и интерметаллидов TiBe<sub>2</sub>, MoBe<sub>2</sub>, распределенных по границам зерен твердого раствора Ti<sub>β</sub> (Mo, Zr, Nb).
3. Методом конечных элементов рассчитаны рабочие температуры в паяном соединении анода на примере рентгеновской трубки Varex G-2090Ti. Согласно расчётам, рабочая температура на паяном соединении анода должна составлять величину 1400 °С.
4. Для имитации термического воздействия, соответствующего условиям эксплуатации анода, экспериментально смоделирован и проведен нагрев паяных соединений Mo/графит в условиях циклического воздействия электронным лучом мощностью 600 Вт с временем экспозиции 14 с (20 циклов) и длительной изотермической выдержки (нагрев до 1400 °С и выдержка в течение 2, 4 и 8 ч). После циклического нагрева паяного соединения электронным лучом происходит фрагментация структурных составляющих шва, а после длительной выдержки (1400 °С, 8 ч) в шве наблюдалось увеличение количества карбидов.
5. Определено, что прочность на срез паяного соединения Mo/графит, полученного по разработанному режиму пайки, составляет 28,0±0,9 МПа), а температура распайки не ниже 1882±4 °С. Прочность паяных соединений, подвергнутых термическому циклированию электронным лучом до 1400 °С (20 циклов) составила 23,4±2,5 МПа, а после выдержки при температуре 1400 °С в течение 8 ч – 26,1±6,4 МПа, разрушение паяных соединений во всех случаях происходило по графиту вблизи паяного шва.
6. Изготовлены и испытаны два анода – диаметрами 100 мм для динамических испытаний с вращением 5000 об./мин (5 циклов, резкий разгон и остановка за 2 с) и 120 мм для изучения термического воздействия по режимам, имитирующим рабочие условия. Исследование микроструктуры показало отсутствие дефектов и стабильность структурно-фазового состояния паяного соединения анода в рабочих условиях.
7. Получены два патента РФ №2646300 и 2517096 на способ соединения молибдена с графитом и припой на основе сплава системы Ti-Zr, а также акт № 1-4-2019 о внедрении порошкового припоя Ti-40Zr-8,5Nb-1,5Be (мас. %) на предприятии ФГУП НИИ «НПО «ЛУЧ» для пайки макетных образцов рентгеновских излучателей для компьютерного томографа и ангиографа.

## ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Brazing Molybdenum and Graphite with a Titanium Based Powder Filler Metal / I.V. Fedotov, C.E. Richman, O.N. Sevryukov et al. // *Welding Journal*. – 2016. – № 9. – С. 357–361.
2. Study of the microstructure and thermomechanical properties of Mo/graphite joint brazed with Ti-Zr-Nb-Be powder filler metal / I.V. Fedotov, A.N. Suchkov, A.P. Sliva et al. // *Journal of Materials Science*. – 2021 V.56. - № 3. – С.1157–11568.
3. Simulated thermal tests of a molybdenum/graphite X-ray target manufactured with a novel Ti-Zr-Nb-Be powder filler metal: an investigation of the brazed joint evolution under operating conditions / I.V. Fedotov, A.N. Suchkov, A.P. Sliva et al. // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2021. V.69. – № 9. – С. 142–151.
4. Study of Ti-Zr-Nb-Be Filler Metal Interaction with Silicon Carbide based Ceramics during Brazing Process / A.A. Eroshenko, A.A. Ivannikov, I.V. Fedotov et al. // *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. – 2020. – V. 1005. – С. 1–6.
5. Brazing of Hexagonal Boron-Nitride Ceramics with VT1-0 Titanium Alloy using a Rapidly Quenched Titanium-Based Brazing Alloy / I.V. Fedotov, A.N. Suchkov, V.T. Fedotov et al. // *Welding International*. – 2015. – V. 29. – №3. – С. 222–226.
6. Разработка способа пайки молибденового сплава TZM и графита МПГ-6 для изготовления анода аппарата компьютерной томографии / И.В. Федотов, А.Н. Сучков, О.Н. Севрюков и др. // В сб.: Матер. Междунар. научно-технич. конф. «Пайка-2018», г. Тольятти, 11–14 сентября 2018 г. – Изд-во: ТГУ, 2018. – С. 227–228.
7. Применение высокотемпературной пайки для конструирования анода аппарата компьютерной томографии / И.В. Федотов, О.Н. Севрюков, А.Н. Сучков и др. // В сб.: Труды конф. «Современные проблемы физики и технологий», Москва, 17–21 апреля 2017 г. – Изд-во: НИЯУ МИФИ, 2017. – С. 83–84.
8. Высокотемпературная пайка соединений молибден–графит, вольфрам–графит / И.В. Федотов, А.Н. Сучков, В.Т. Федотов и др. // В сб.: Труды научной сессии НИЯУ МИФИ-2015, Москва, 16–20 февраля 2015 г. – Изд-во: НИЯУ МИФИ, 2015. – С. 207.
9. Пайка гексагональной борнитридной керамики с титановым сплавом / И.В. Федотов, А.Н. Сучков, В.Т. Федотов и др. // В сб.: материалов международной научно-технической конференции Пайка – 2013, Тольятти, 10-12 сентября 2013 г. Изд-во: ТГУ, 2013. – С. 343
10. Разработка аморфного ленточного припоя для пайки гексагональной борнитридной керамики с титановым сплавом / И.В. Федотов, А.Н. Сучков, В.Т. Федотов, О.Н. Севрюков // В сб.: Труды научной сессии НИЯУ МИФИ-2013, Москва, 01–06 февраля 2013 г. – Изд-во: НИЯУ МИФИ, 2013. – С. 156.
11. Калинин Б.А., Федотов В.Т., Федотов И.В. и др. Патент на изобретение «Быстрозакаленный припой из сплава на основе титана-циркония», RU 2517096 С1 от 27.05.2014 г., заявка № 2013122687/02 (приоритет от 17 мая 2013 г.).
12. Калинин Б.А., Федотов В.Т., Федотов И.В. и др. Патент на изобретение «Способ получения паяного соединения молибдена и графита», RU 2646300 С2 от 03.02.2018 г., заявка № 2016106965 (приоритет от 26 февраля 2016 г.).