

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ «МИСИС»

Агеев Максим Игоревич

ПОЛУЧЕНИЕ ПОРОШКОВ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ И ИХ
ПРИМЕНЕНИЕ В АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ

2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
Доктор технических наук, профессор
Е.А. Левашов

Москва, 2023

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС) применяются в двигателестроении для производства деталей горячего тракта за счет высоких эксплуатационных характеристик при температурах до 800 – 1000 °С. ЖНС характеризуются высокой жаропрочностью, усталостной прочностью, жаростойкостью, износостойкостью, кратковременной и длительной прочностью. Разработка новых жаропрочных сплавов и совершенствование существующих, а также развитие технологий получения изделий из этих материалов, тесно связана с разработкой новых газотурбинных двигателей (ГТД).

При производстве сложнопрофильных изделий из никелевых сплавов возникают проблемы, связанные с химической и структурной неоднородностью слитков из-за ликвации, низкой пластичностью при ковке, что вызывает отклонение в параметрах производства. Если учесть сложности при обработке резанием и низкий коэффициент использования материалов, то большими перспективами обладают технологии производства конечных изделий, обеспечивающих высокую структурную и химическую однородность и максимальную приближенность к конечной геометрии изделий. К таким технологиям относятся горячее изостатическое прессование, селективное лазерное сплавление (СЛС) и прямое лазерное выращивание (ПЛВ).

Порошок для аддитивных технологий должен иметь сферическую форму, хорошую текучесть и узкую фракцию. Основными методами получения порошков являются газовая атомизация (ГА) и плазменное центробежное распыление (ПЦР) порошков. Технология ПЦР позволяет получать более качественные порошки сферической формы узкой фракции, но является более затратным, за счет дополнительной подготовки распыляемых электродов, и менее производительным. При производстве порошков методом ГА невозможно получить порошки без сателлитов. Из-за разности скоростей кристаллизации порошковые частицы меньшего размера приобретают большую начальную скорость в процессе распыления и, мгновенно кристаллизуясь, бомбардируют крупные частицы.

Перспективным направлением является применение технологии механической обработки распыленных порошков жаропрочных свариваемых никелевых сплавов для удаления сателлитов и овализации порошков, и их дальнейшее применение в технологии ПЛВ.

В качестве альтернативы никелевым сплавам являются легкие интерметаллидные сплавы на основе моноалюминиды никеля, обладающими низкой плотностью, высокой теплопроводностью, термостабильностью, стойкостью к окислению до 1000 °С. Однако их

промышленное применение ограничено низкой пластичностью и трещиностойкостью, что затрудняет механическую обработку резанием данных сплавов. Перспективной является интегральная технология получения сферических порошков на основе моноалюминидов никеля для применения в технологии СЛС, которая включает в себя переделы по получению литых полуфабрикатов методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), измельчение, классификацию и плазменную сфероидизацию.

Актуальность диссертационной работы подтверждается выполнением её в соответствии с тематическими планами университета по следующим проектам:

– Государственное задание Министерства науки и высшего образования РФ, проект № 0718-2020-0034 (тема 3164024), 2020-2024.

– Проект Российского научного фонда № 19-79-10226: «Разработка нового класса жаропрочных интерметаллидных сплавов и технологий получения узкофракционных порошков для аддитивных технологий производства ответственных деталей газотурбинных двигателей» (тема 8164307), 2019-2023.

– Хозяйственный договор № 83-04/0445/19 от 08.08.2019: «Научно-технологическое сопровождение процесса изготовления продукции ПАО "Русполимет" (тема 1340019), 2019-2023.

Целью работы является разработка эффективных методов получения сферических и овализованных порошков жаропрочных никелевых сплавов и их апробация в технологиях прямого лазерного выращивания (ПЛВ) и селективного лазерного сплавления (СЛС).

Для достижения поставленной цели решались **следующие задачи**:

1. Оптимизация параметров механической обработки в шаровой вращающейся мельнице порошков жаропрочных никелевых сплавов марок ЭП648 и ВЖ159, полученных методом распыления расплавов (газовая атомизация).

2. Сравнительные испытания овализованного порошка в технологии прямого лазерного выращивания (ПЛВ), получение образцов для измерения прочности и модельных турбинных лопаток 5-й ступени.

3. Исследования влияния легирующих добавок на структуру и свойства β -сплавов, полученных по технологиям центробежной СВС-металлургии и синтеза из элементов.

4. Получение порошков путем измельчения слитков/спеков, классификации и сфероидизации в потоке термической плазмы. Исследование физических и технологических свойств.

5. Применение узкофракционных сферических порошков β -сплавов в технологиях горячего изостатического прессования (ГИП) и селективного лазерного сплавления (СЛС). Оптимизация параметров процесса СЛС и исследование влияния термической обработки (ТО) на структуру и термомеханические свойства сплавов.

6. Исследования методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и дифракции электронов механизмов зародышеобразования и роста упрочняющих фаз.

7. Получение методом СЛС модельных образцов теплонагруженных деталей.

Научная новизна

1. Механическая обработка распыленных порошков свариваемых жаропрочных никелевых сплавов в шаровой вращающейся мельнице при водопадном режиме перемещения шаров позволяет устранить дефекты типа «сателлиты», обеспечив овализацию частиц по механизму галтовки, что обеспечивает рост насыпной плотности на 13-15%, плотности утряски на 8-10%, улучшению текучести на 25-30%.

2. Литые СВС-сплавы на основе моноалюминида никеля с цирконием имеют повышенную жаростойкость при скорости окисления на воздухе при $T = 1150$ °С не более $0,7 \text{ г}/(\text{м}^2 \cdot \text{час})$, что обусловлено допированием оксида алюминия наноразмерными выделениями фазы $\text{Zr}_5\text{Al}_3\text{O}_{0,5}$, снижающими каталитическую активность, блокирующими внешнюю диффузию кислорода и азота.

3. За счет дисперсных выделений фазы $\text{Cr}(\text{Mo})$ размером 150-400 нм на границе зерен β -фазы и размером 20 нм в теле дендритных ячеек сплава с 15% молибдена, термическая обработка при 1250 °С увеличивает предел прочности при сжатии на 150 МПа, а в результате формирования когерентных межфазных границ зерен $(\text{Mo}_{0,8}\text{Cr}_{0,2})_x\text{V}_y$ и $\text{Cr}_3\text{Mo}_3\text{C}$ прочность сплава в состоянии СЛС+ГИП+ТО достигла значения 2318 МПа.

4. В режиме *in situ* методом push-to-pull в колонне ПЭМ установлено, что в β -сплаве с 1% Nb и 0,9% Hf упрочняющие фазы Лавеса Co_2Nb и Cr_2Nb , Гейслера Ni_2AlHf и карбидов $(\text{Hf}_x\text{Nb}_y)\text{C}$ повышают временное сопротивление деформации при растяжении с 1360 МПа до 1870 МПа, а конгломераты этих фаз являются концентраторами напряжений и приводят к преждевременному разрушению сплава вследствие локализации напряжений на границе раздела зерен.

Практическая значимость

1. Применение овализованного порошка в технологии ПЛВ позволило получать изделия с литой бездефектной структурой и остаточной пористостью менее 0,5 %. Из овализованных распыленных порошков никелевого сплава ВЖ159 в АО «Русполимет»

построены модельные образцы турбинной лопатки 5-й ступени с точным геометрическим соответствием цифровой модели. Разработанный способ обработки распыленных порошков в шаровой вращающейся мельнице рекомендован к применению на предприятиях АО «Русполимет».

2. Разработана и зарегистрирована технологическая инструкция на процесс изготовления узкофракционных сферических СВС-порошков из сплавов на основе моноалюминидов никеля (ТИ 59-11301236-2023).

3. В депозитарии НИТУ «МИСиС» зарегистрировано ноу-хау № 10-732-2021 ОИС от 02 июля 2021 г «Состав иерархически-структурированного жаропрочного сплава на основе моноалюминидов никеля и способ получения узкофракционного порошка сочетанием методов центробежного СВС-лития и плазменной сфероидизации.

4. В оптимальных технологических режимах процесса СЛС при использовании узкофракционного сфероидизированного порошка β -сплава изготовлены модельные образцы рабочей лопатки турбины и сопла жидкостного ракетного двигателя (ЖРД).

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов диссертационной работы подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследований, значительным количеством экспериментальных данных и применением статических методов обработки результатов, а также сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов.

Апробация работы

Основные результаты и положения диссертации докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях: 12-й Международный симпозиум «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, сварка» (Беларусь, Минск, 7-9 апреля 2021); XLVII Международная молодежная конференция «Гагаринские чтения – 2021» (Россия, Москва, 20-23 апреля 2021); Международная научная конференция «Современные материалы и передовые производственные технологии» (Россия, Санкт-Петербург, 21-23 сентября 2021); Девятая Международная конференция «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» (Россия, Москва, 22-26 ноября 2021, НИТУ «МИСиС»); 15-я Международная научно-техническая конференция «Новые материалы и технологии: Порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка» (Беларусь, Минск, 14-16 сентября 2022).

Основные положения, выносимые на защиту

1. Технологические режимы механической обработки в шаровой вращающейся мельнице распыленных порошков жаропрочных никелевых сплавов марок ЭП648 и ВЖ159, позволяющие устранить дефекты типа «сателлиты», обеспечить овализацию частиц, увеличить насыпную плотность, плотность утряски, текучесть порошков, обеспечив тем самым возможность прямого лазерного выращивания изделий сложной формы с литой бездефектной структурой и точным геометрическим соответствием цифровой модели.
2. Закономерности влияния легирующих добавок на фазовый состав, структуру, физико-механические свойства и окислительную стойкость сплавов на основе моноалюминидов никеля, полученных по технологиям центробежной СВС-металлургии и синтеза из элементов.
3. Технологические режимы измельчения, классификации порошков, полученных с помощью центробежной СВС-металлургии и СВС из элементов, плазменной сфероидизации, СЛС и горячего изостатического прессования.
4. Закономерности влияния термической обработки на структурные превращения и термомеханическое поведение β -сплавов, полученных из СВС-порошков методами селективного лазерного сплавления и горячего изостатического прессования.

Публикации

По материалам диссертации имеется 17 публикаций, в том числе 6 статей в журналах из перечня ВАК и входящих в базы данных Scopus, Web of Science, 10 тезисов докладов в сборниках трудов международных конференций и 1 «Ноу-хау».

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, общих выводов, списка использованных источников и 3 приложений. Диссертация изложена на 220 страницах, содержит 40 таблиц, 147 рисунков. Список использованной литературы содержит 149 источников.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении описана актуальность проблемы, сформулированы основные задачи, обоснованы научная новизна и практическая значимость.

В первой главе представлен анализ научно-технической литературы. В первой части обзора литературы рассмотрены общие характеристики ЖНС, основные структурные

составляющие и области применения никелевых сплавов, в том числе в ГТД. Проанализированы данные о влиянии легирующих элементов на свойства сплавов. Проведен анализ методов получения сферических порошков и показано, что технология плазменного центробежного распыления является наиболее распространенной и позволяет получать качественный порошок для аддитивных технологий (АТ). Однако метод газовой атомизации является более производительным и выбран для дальнейшего исследования и применения технологии механической обработки.

Во второй части проведен анализ аддитивного производства (АП) и определено, что АП увеличивает свою долю в промышленности, появляется все больше российских производителей оборудования и материалов. Преимущества аддитивного производства, которые ранее реализовывались небольшими производителями, применяются в более крупных промышленных масштабах. Для деталей сложной конфигурации и небольшого объема наиболее интересным является технология селективного лазерного сплавления, а технология прямого лазерного выращивания является перспективной технологией при производстве крупногабаритных металлических изделий сложной формы и конструкции за один технологический этап без использования дополнительного оборудования. Основные виды аддитивных технологий, и определена перспективность их применения при изготовлении трехмерных изделий.

В третьей части показано, что никелевые сплавы на основе моноалюминидов никеля находят применение при создании широкого класса жаропрочных сплавов, в частности, для деталей паровых и газовых турбин с целью повышения их тепловой эффективности. Проведен анализ методов получения порошков сплавов на основе моноалюминидов никеля. Особый интерес представляет метод сфероидизации порошков путем их оплавления в потоке термической плазмы. Данный метод является эффективным дополнением технологических схем классических методов производства металлических порошков. В качестве базового выбран известный сплав CompoNiAl-M5-3 (base), обладающий иерархической трехуровневой структурой и рабочей температурой до 900 °С.

Во второй главе дано описание исходных материалов, технологического и аналитического оборудования, приведены методики исследования.

В качестве исходных материалов для механической обработки порошков использовали порошки жаропрочных никелевых сплавов ЭП648 и ВЖ159, полученные методом газовой атомизации на установке VIGA, расположенной на площадях компании ООО «Гранком», дочернего предприятия АО «Русполимет». Распыление проводили при температурах расплава 1540-1640 °С, в зависимости от сплава, и при давлении аргона 4 МПа. Обработку распыленного порошка проводили в шаровой вращающейся мельнице

(ШВМ) производства «Техно-центр» (г. Рыбинск). В работе проводилось исследование влияния на морфологию и свойства порошков режимов обработки, при следующих изменяемых параметрах: размер шаров, время обработки, соотношение масс шаров и шихты, частота вращения барабанов.

Заготовки и модельные образцы турбинной лопатки 5-й ступени изготавливали на установке «ИЛИСТ-L» производства Российского института лазерных и сварочных технологий (г. Санкт-Петербург) по технологии прямого лазерного выращивания (ПЛВ) из распыленного и обработанного порошков. Построение проводили при оптимальных режимах мощности лазерного луча, расходе порошка, расходе газа, диаметре пятна лазера, толщине слоя, давлении аргона и содержании остаточного кислорода.

Для получения сплавов по технологиям центробежного СВС-лития и синтеза из элементов в качестве исходного сырья брали высокочистые металлические порошки и их оксиды. Использовали порошки оксида никеля, оксида хрома, оксида кобальта, алюминия ПА-4 и АСД-1, никеля, хрома, кобальта, оксида молибдена, циркония, тантала, рения, лантана, бора, молибдена, ниобия, гафния.

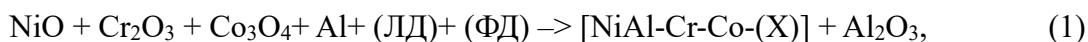
В качестве базового сплава для исследований влияния легирующих добавок на структуру и свойства ЖС выбран β -сплав марки CompoNiAl-M5-3 (*base*).

Сферический порошок получали по 2-м интегральным технологиям:

1. Центробежная СВС- металлургия, механическое измельчение слитков, воздушная классификация порошков, обработка порошка в потоке термической плазмы и ультразвуковая очистка порошка.

2. СВС из элементов, механическое измельчение слитков, воздушная классификация порошков, обработка порошка в потоке термической плазмы и ультразвуковая очистка порошка.

Синтез заготовок методом центробежного СВС-лития осуществляли на радиальной центробежной установке при воздействии высокой гравитации производства ИСМАН, при оптимальной перегрузке $150 \pm 5g$. Химическая схема процесса для базового состава сплава может быть представлена в следующем виде:



где ЛД (легирующая добавка) – MoO_3 , Re, Ta, Zr, La, B, Ru, Ti;

ФД (функциональные добавки) – CaF_2 , $Na_3[AlF_6]$ и др.

Схема приготовления экзотермической смеси включает сушку компонентов в сушильном шкафу типа СНОЛ при температуре $90 \pm 5^\circ C$ в течение 1 - 1,5 часа, дозировку реагентов, смешивание, размещение смеси в графитовых формах. Смешивание проводится

в ШВМ в течение 2 – 4 часов, с объемом барабана 1 литр, при соотношении масс шаров и шихты 1:5.

В технологии СВС из элементов (ЭС) легирующая добавка (ЛД), которая представляла собой механическую смесь (прекурсор) элементов (хром, кобальт, гафний, молибден, ниобий), подвергалась механическому легированию (МЛ) в планетарной центробежной мельнице Активатор – 4М» («Активатор», Россия). Обработка в ПЦМ проводилась при коэффициенте заполнения барабана равной 0,55 в течение 12 минут, при ускорении планетарного диска 90 g. Масса порошков ЛД в каждом барабане составляла 200 г, а соотношение шаров к шихте составило 10:1. Процесс МЛ проводили в среде аргона. Смешивание порошков основных компонентов (ОК) (никель и алюминий) и ЛД для приготовления реакционной смеси проводили в ШВМ. Формование брикетов из реакционной смеси для СВС-процесса проводили на гидравлическом прессе марки ДА-1532Б (ПО «Гидропресс», г. Оренбург) в стальной пресс-форме с внутренним диаметром 78 мм. Синтез сплавов на основе моноалюминидов никеля методом самораспространяющегося элементного синтеза проводили на промышленном СВС-реакторе марки СВС-30 (ИСМАН, Россия).

Зачищенные слитки и спеки подвергались поэтапному размолу в щековой дробилке VEB LKS5 (Schwermaschinenbau, Германия), а затем в ПЦМ «Активатор-4М». Классификацию отсеянной на этапе размолу фракции (≤ 40 мкм) проводили на лабораторном центробежном воздушном классификаторе «Гольф-2» производства фирмы GeFest (г. Санкт-Петербург). Оптимизацию параметров плазменной сфероидизации проводили на установке плазменной сфероидизации металлических порошков в Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН с последующей ультразвуковой очисткой порошка от конденсированных наночастиц с использованием ультразвукового диспергатора UP50H.

Компактные образцы получали на газостате марки HIRP-70/150-200-1300 (ABRA AG, Швейцария). Заготовки под структурные исследования и механические испытания вырезали из центральной зоны образцов методом электроэрозионной резки металлов на установке GX-320L (CHMER EDM, Тайвань).

Оптимизацию процесса СЛС при использовании сферических порошков сплавов на основе моноалюминидов никеля проводили на аддитивной установке SLM 280HL (SLM Solution, Германия), оснащенной одним YLR-волоконным лазером номинальной мощностью 400 Вт. Параметры процесса СЛС порошков оптимизировали на примере послойного синтеза исследовательских образцов размером 10x10x10 мм. В ходе экспериментов применяли стратегию двунаправленного сканирования – 90° шахматная доска

с поворотом на 20°. В ходе исследований варьировали скорость ($v = 400-700$ мм/сек) и интервал ($h = 0,07-0,12$ мм) сканирования. Постоянные параметры: мощность лазера $P = 268$ Вт, толщина порошкового слоя $t = 0,05$ мм, диаметр пятна лазерного луча $d = 0,08$ мм.

Текучесть определяли по ГОСТ 20899-98 на пробе массой не менее 200 г (порции по 50 г) с использованием прибора Холла (калиброванной воронки). Насыпную плотность определяли по ГОСТ 19440-94 с использованием валюмометра Скотта и стандартного цилиндра объемом 25 см³. Плотность после утряски определяли по ГОСТ 25279-93 (ИСО 3953-85) с использованием цилиндра объемом 25 см³ и ручной утряской, посредством удара цилиндра по жесткой резиновой пластине до момента пока не прекратится уменьшение объема. Определение гранулометрического состава металлических порошков проводили методом дифракции лазерного луча в жидкости по ASTM B822 - 17, с использованием лазерного дифрактометра «ANALYSETTE 22 MicroTec plus» (Fritsch GmbH, Германия). Химический состав определяли методом спектрометрии с использованием масс-спектрометра с индуктивно связанной плазмой Thermo Fisher Scientific iCAP RQ. Содержание газовых примесей определяли методом восстановительного плавления с использованием анализатора газов Leco TC-136.

Структурные исследования выполняли на растровом электронном микроскопе модели S-3400N (Hitachi High-Technology Corp., Япония), оснащенном приставкой для проведения микрорентгеноспектрального анализа (MPCA) элементного состава «NORAN X-ray System 7» (Thermo Scientific, США). Кристаллическую структуру фазовых составляющих жаропрочных никелевых сплавов на основе моноалюминидов никеля изучали на атомном уровне методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМ ВР) и дифракции электронного луча на электронном микроскопе JEM-2100 компании Jeol (Япония). Тонкие фольги для ПЭМ изготавливали методом ионного травления на прецизионной установке двухлучевого ионного травления PIPS II System компании Gatan, Inc. (USA). In situ механические испытания и исследования тонкой структуры проводили непосредственно в колонне ПЭМ ВР модели JEM 2100 (Jeol, Япония) с использованием держателя Double-tilt Beryllium Holder (Jeol, Япония) и устройства Push-to-Pull для растяжения ультратонких ламелей. Образцы (ламели) для in situ испытаний на растяжение изготавливали из предварительно подготовленной фольги с использованием метода сфокусированного ионного луча (FIB) на приборе Quanta 200 3D FIB (FEI Company, США). Идентификацию фаз, информацию о их кристаллической структуре и процентном соотношении в образцах исследуемых жаропрочных сплавов определяли методом порошковой дифракции рентгеновских лучей по аналогии с ASTM C1365 - 18 на порошковом дифрактометре D2 PHASER компании Bruker AXS GmbH, (Германия).

Пористость и плотность образцов из исследуемых жаропрочных сплавов определяли методом гидростатического взвешивания на аналитических весах фирмы AND (Япония) модель AD-1653 с точностью – 0,0001 грамм, по ГОСТ 25281-82.

Окислительные отжиги проводили на воздухе в изотермических условиях с периодической фиксацией массы образцов в течение 30 часов при температуре 1150 °С в шахтной лабораторной электропечи СШОЛ 1.1,6/12-МЗ.

Твердость и модуль упругости определяли методом измерительного индентирования по ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002) с использованием нанотвердометра Nano-Hardness Tester (CSM Instruments, Швейцария). Механические испытания проводили на универсальной машине для механических испытаний LF-100KN (Walter+Bai AG, Швейцария). Обработка результатов, а также и процесс испытаний осуществляется цифровой системой управления Digiwin 2000-EDC120 с базовым модулем DION-Basic. Термомеханические испытания по схеме одноосного сжатия проводили в вакууме $\sim 10^{-3}$ Па на комплексе Gleeble System 3800 (Dynamic Systems Inc., USA).

Определение формы частиц порошков проводили в соответствии с ГОСТ 25849 на не менее чем 100 частицах порошка. Для определения фактора формы использовалось программное обеспечение ImageScope M.

В третьей главе проведена оптимизация режимов механической обработки распыленных порошков жаропрочного никелевого сплава ЭП648 и апробация режимов на распыленном порошке сплава ВЖ159 с дальнейшим применением обработанного порошка в технологии ПЛВ.

Исходные порошки характеризовались большим количеством сателлитов и частиц несферической формы. Размер сателлитных частиц варьировался от 1 до 50 мкм. На рисунке 1 представлена морфология распыленных порошков, а в таблице 1 их физико-технологические свойства.

Для оптимизации режимов механической обработки исследовано 44 режимов. Механическую обработку проводили при варьировании следующих параметров: размер шаров, время обработки, соотношение масс шаров и шихты, скорость вращения барабанов.

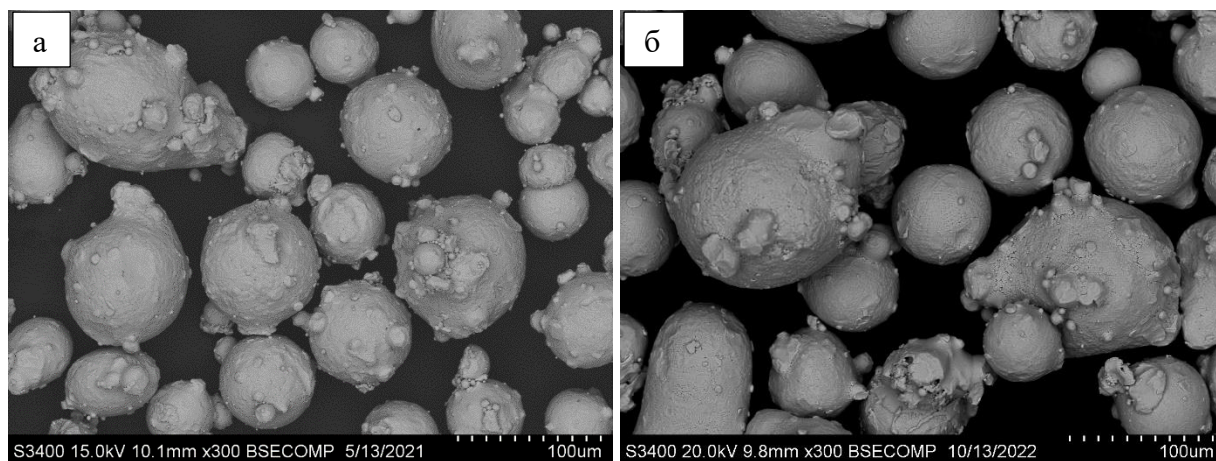


Рисунок 1 – Морфология распыленных порошков сплава: а – ЭП648; б – ВЖ159

Таблица 1 - Физические и технологические свойства распыленных порошков

Сплав	Текучность, с	Насыпная плотность, г/см ³	Плотность утряски, г/см ³
ЭП648	20,5	4,26	4,93
ВЖ159	20,0	4,32	5,07

Одним из наиболее важных параметров, влияющим на механизм и интенсивность обработки порошка в шаровой вращающейся мельнице, является скорость вращения барабана. При увеличении скорости вращения растут центробежная сила и угол подъема обрабатываемых шаров, что увеличивает расстояние, с которого будут падать шары. Центробежная сила может достигнуть таких значений, при которых обрабатываемые шары будут вращаться вместе с барабаном. Такая скорость называется критической скоростью вращения:

$$n_{кр} = \sqrt{\frac{g}{2\pi^2}} \cdot \frac{60}{\sqrt{D}} = \frac{42,4}{\sqrt{D}}, \quad (2)$$

где g – ускорение силы тяжести, м/с²;

D – внутренний диаметр барабана мельницы, м.

Существует несколько режимов перемещения шаров в барабане мельницы при различной скорости вращения n :

- $n \leq 0,2n_{кр}$ – режим скольжения;
- $n = 0,4 \div 0,6n_{кр}$ – режим перекачивания;
- $n = 0,75 \div 0,85n_{кр}$ – водопадный режим.

Определено, что при водопадном режиме перемещения шаров в барабане эффективно удаляются сателлиты со слабой связью, а с прочной связью пластически

деформируются с обработкой поверхности в результате галтовки. Это способствует овализации частиц. На рисунке 2 представлена схема перемещения шаров в барабане мельницы при различной скорости вращения. На рисунке 3 показано влияние увеличения времени обработки при водопадном режиме на физические и технологические свойства порошка.

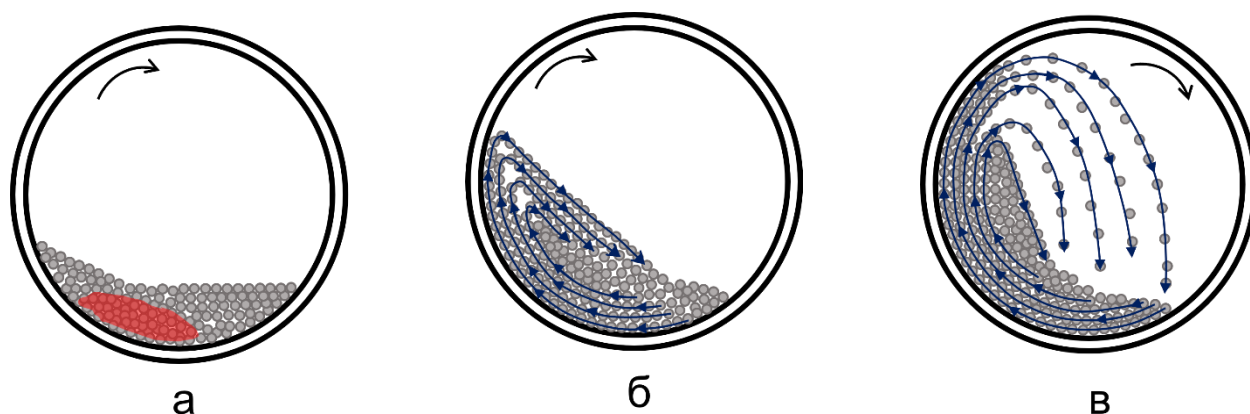
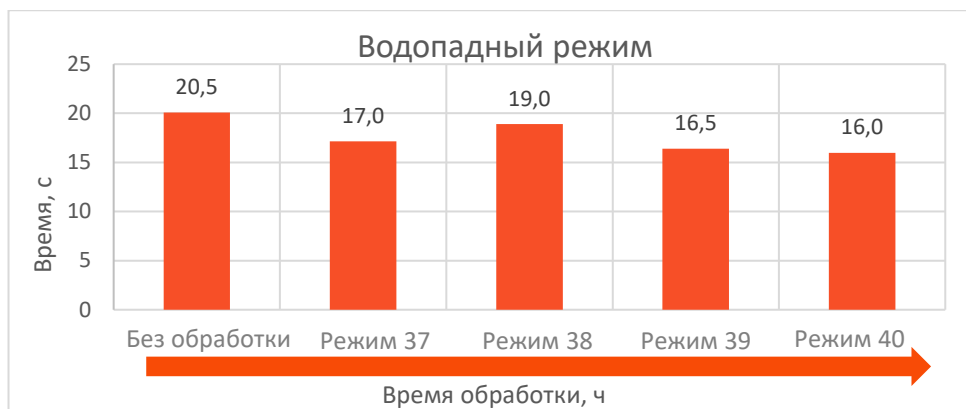


Рисунок 2 – Схема перемещения шаров в барабане мельницы при различной скорости вращения: а – режим скольжения; б – режим перекатывания; в – водопадный режим

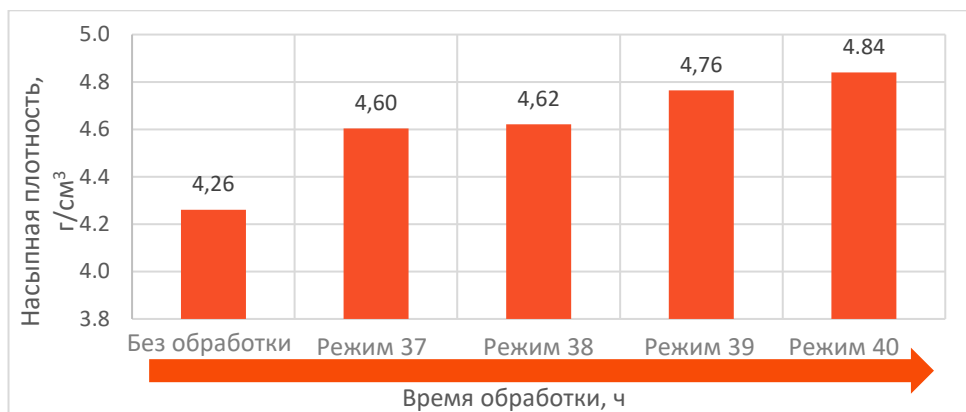
При увеличении времени обработки на водопадном режиме (режим 40) происходит эффективная обработка поверхности частиц. При этом присутствуют овализованные частицы угловатой формы с обработанной поверхностью. В объеме порошка отсутствовали деформированные частицы пластинчатой формы, которые либо заполнили свободное пространство в порошках с сателлитами, либо были наклепаны на поверхность порошков. Увеличилось количество частиц с налипшими и деформированными сателлитами. Отмечалось большое количество частиц сферической формы с обработанной поверхностью. На рисунке 4 представлены СЭМ-изображения морфологии порошка после обработки в ШВМ на режиме 40. При этом плотность утряски возросла в наибольшей степени на $0,62 \text{ г/см}^3$.

Наилучшего показателя текучести удалось достичь на режиме 42: время истекания порошка снизилось на 4,5 с. Максимально увеличить показатель насыпной плотности удалось в результате обработки по режиму 12. Величина прироста составила $0,73 \text{ г/см}^3$. Морфология порошков после обработки представлена на рисунке 5. Представленные 3 режима применялись при апробации режимов обработки на порошке сплава ВЖ159, их свойства представлены в таблице 2.

а



б



в

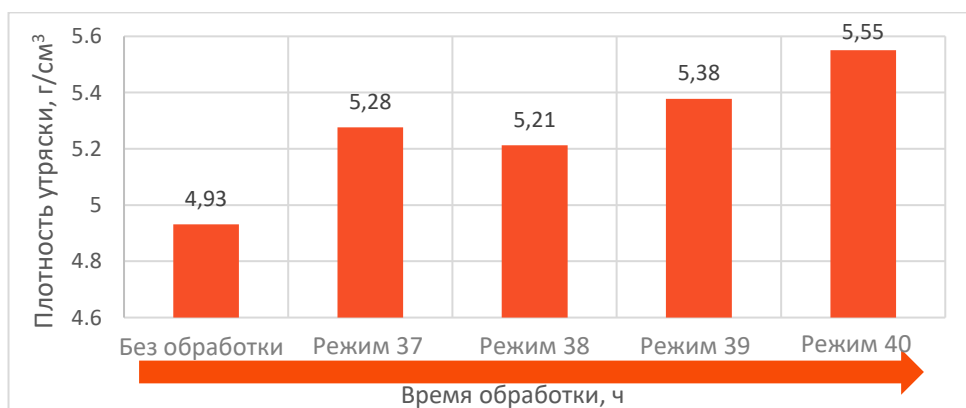


Рисунок 3 – Влияние времени обработки в ШВМ при водопадном режиме перемещения шаров: а – на текучесть; б – насыпную плотность; в – плотность утряски

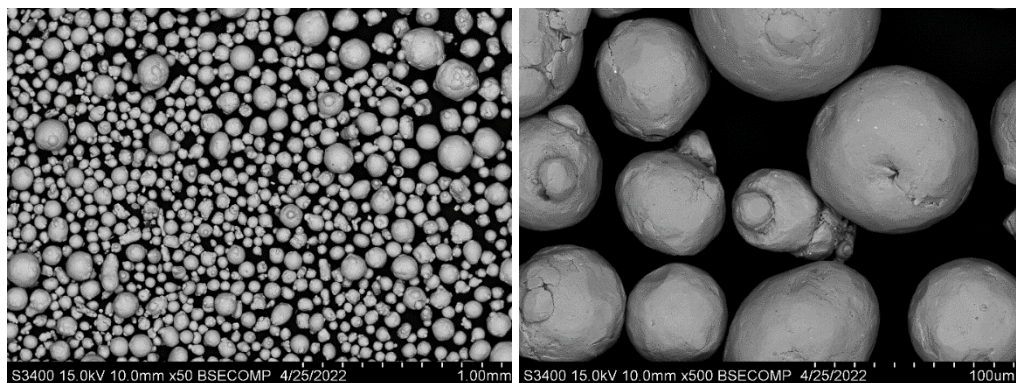


Рисунок 4 – Морфология порошка сплава ЭП648 после обработки по режиму 40

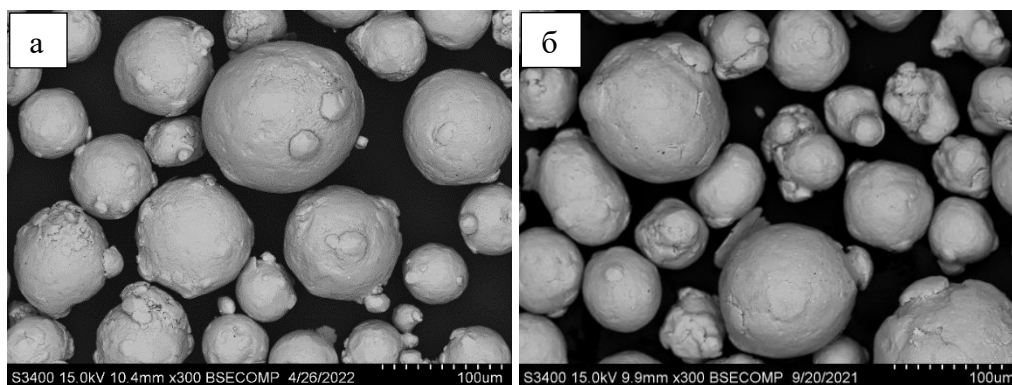


Рисунок 5 – Морфология порошка ЭП648 после обработки: а – по режиму 42, б – по режиму 12

Таблица 2 - Физические и технологические свойства обработанного распыленного порошка марки ЭП648

Режим обработки	Текучесть, с	Насыпная плотность, г/см ³	Плотность утряски, г/см ³
Режим 12	18,0	4,99	5,34
Режим 40	16,0	4,84	5,55
Режим 42	16,0	4,71	5,28

Режим 40 был выбран для механической обработки промышленной партии порошка марки ВЖ159, использованной в технологии ПЛВ. В результате скорость истечения порошка снизилась на 4,0 с, насыпная плотность увеличилась на 0,59 г/см³, плотность утряски – на 0,41 г/см³, а морфология порошковых частиц оказалась овализирована в наибольшей степени (Таблица 3).

Таблица 3 –Физические и технологические свойства порошка марки ВЖ159

Режим обработки	Текучесть, с	Насыпная плотность, г/см ³	Плотность утряски, г/см ³
Без обработки	20,0	4,32	5,07
Режим 12	17,0	5,10	5,44
Режим 40	16,0	4,91	5,48
Режим 42	16,0	4,78	5,40

При обработке на режиме 40 была увеличена скорость вращения барабана до водопадного режима перемещения шаров и увеличено время обработки. Обработанный порошок характеризуется гладкой поверхностью с пониженным содержанием сателлитов на поверхности частиц. Увеличение времени и скорости привели к эффективному удалению сателлитов. На данном режиме обработке получено наибольшее количество сферических частиц с обработанной структурой. На поверхности присутствуют следы от сбитых сателлитов. В свою очередь на частицах с оставшимися сателлитами область соединения

заполняется частицами пластинчатой формы. Морфология обработанного порошка представлена на рисунке 6.

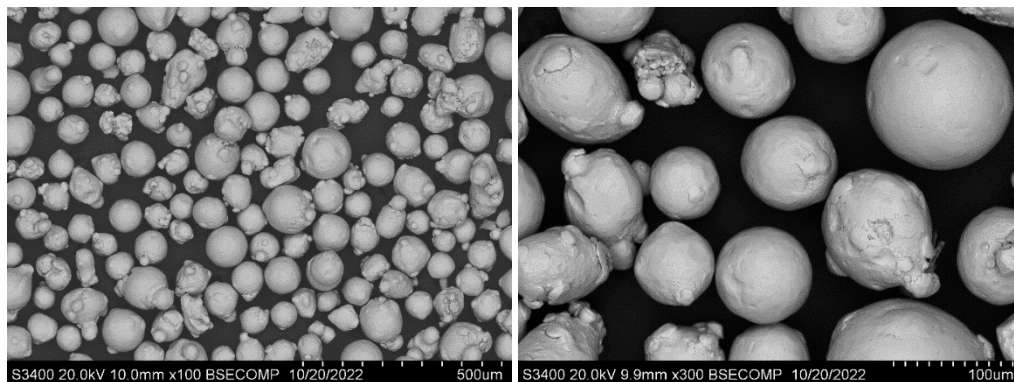


Рисунок 6 – Морфология порошка сплава ВЖ159 после обработки по режиму 40

Также проведено исследование влияния механической обработки на фактор формы распыленного и обработанного на режиме 40 порошка ВЖ159. В исходном распыленном порошке содержание частиц с фактором формы от 1.2 до 2 (округлая) составляет 54 %, с фактором формы 1-1.2 (сферическая) - 44 %, частиц угловатой формы – 2 %. После механической обработки количество сферических частиц увеличилось до 51 %, а частицы угловатой формы не обнаружены.

Для определения механических свойств сплава ВЖ159 из исходного и овализованного порошков построены заготовки, из которых изготовлены стандартные образцы для испытаний по ГОСТ 1497-84 диаметром 5 мм и длиной $l_0=5d_0$. Результаты механических испытаний на растяжение образцов находятся в области доверительных интервалов, но среднее значение результатов для образцов из овализованного порошка несколько выше. Механические свойства представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Механические свойства на растяжение ПЛВ-образцов из сплава ВЖ159

Образец	Механические свойства			
	Предел прочности σ_B , МПа	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Относительное удлинение образца δ , %	Относительное сужение образца ψ , %
Исходный	873±50	785±35	2,8±0,3	11,5±0,7
Овализованный	941±55	843±45	3,7±0,8	10,0±0,4

По результатам испытаний на растяжение из партии овализованного порошка построены модельные турбинные лопатки 5-й ступени (Рисунок 7). Образцы обладали плотной литой бездефектной структурой с точным геометрическим соответствием цифровой модели. Применение овализованного порошка обеспечило высокое качество построения сложнопрофильного изделия за счет снижения внутренней газовой пористости и отсутствия сателлитов.



Рисунок 7 – Модельный образец турбинной лопатки 5-й ступени, полученный по технологии ПЛВ из овализованного порошка ВЖ159

В четвертой главе приведены исследования структуры и свойств сплавов, полученных по технологии центробежной СВС- металлургии, окислительная стойкость и оптимизация режимов плазменной сфероидизации и СЛС.

Получены сплавы $\text{base}+X$, где $X = \text{La, Mo, Zr, Ta, Re}$. В качестве объекта углубленных исследований выбран сплав $\text{base}+15\%\text{Mo}$, предел прочности на сжатие которого составил $\sigma_{\text{в}} = 1728 \text{ МПа}$, а предел текучести $\sigma_{0,2} = 1566 \text{ МПа}$. Вакуумный отжиг при $T = 1250 \text{ }^{\circ}\text{C}$ положительно повлиял на механические свойства сплава, а именно увеличилась степень пластической деформации с $\varepsilon_{\text{ПД}} = 0,95 \text{ \%}$ до $2,01 \text{ \%}$, предел прочности и предел текучести также возросли до значений $\sigma_{\text{в}} = 1916 \text{ МПа}$ и $\sigma_{0,2} = 1653 \text{ МПа}$, соответственно.

Для изучения кристаллического строения структурных составляющих сплава, легированного $15\%\text{Mo}$, проводили исследования ультратонких фольг методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМ ВР). На рисунках 8 а, б представлены ПЭМ-изображения структуры сплава $\text{base}+15\%\text{Mo}$ вблизи межфазной

границы дендритной ячейки. По данным ЭДС дендриты представляют собой твердый раствор хрома и кобальта в фазе β -NiAl (Рисунок 9, спектр 1).

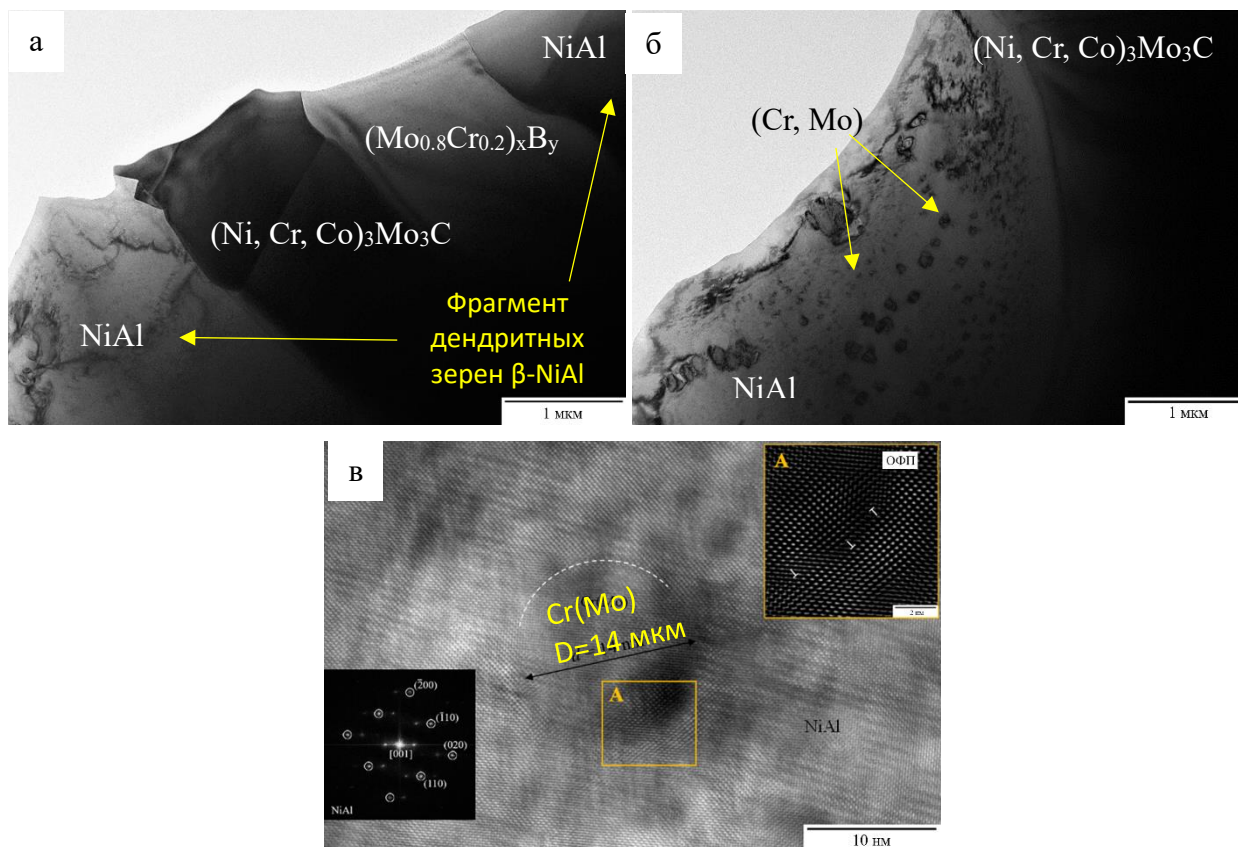


Рисунок 8 – Особенности тонкой структуры СВС–литого сплава base+15%Mo:
а, б – ПЭМ-изображение структуры на границе раздела β -NiAl и Mo-содержащих фаз;
в – кристаллическая структура дендритной ячейки β -NiAl с выделением Cr(Mo) вдоль оси зоны [001]

Особенностью полученного сплава является образование в междендритном пространстве вытянутых зерен Mo-содержащих фаз шириной 1–2 мкм (спектры 2–5) как результат влияния неравновесных условий кристаллизации расплава при избыточном содержании молибдена и хрома в процессе СВС-литья. Охлаждение слитков на воздухе способствовало дополнительному выделению в теле дендритов наноразмерных (< 100 нм) частиц избыточной (Cr, Mo)-фазы состава, ат. %: Cr – 65,92, Mo – 25,39, Ni – 5,62 и Al – 2,07. Данные выделения способствовали росту сопротивления вязкопластической деформации в результате дисперсионного упрочнения NiAl-матрицы. При более детальном анализе тонкой структуры дендритных ячеек были обнаружены когерентные выделения (Cr, Mo) размером 10–20 нм, что демонстрирует ПЭМ изображение β -фазы в плоскости $[\bar{1}11]$ (Рисунок 8 в). Рассчитанный по электронограмме параметр ячейки NiAl составил $a = 2,952$ Å, что на 2,3 % больше его табличного значения 2,887 Å. Увеличение параметра решетки

матричной фазы, вероятно, произошло по причине растворения в ней атомов молибдена, хрома и кобальта, что подтверждают результаты ЭДС химического состава тела дендрита (Рисунок 9, спектр 1).

Установлена трехуровневая структура сплава base+15%Mo: 1-й уровень образуют дендритные зерна β -NiAl с прослойками молибденсодержащих фаз $(\text{Ni,Co,Cr})_3\text{Mo}_3\text{C}$ и $(\text{Mo}_{0,8}\text{Cr}_{0,2})_x\text{B}_y$ с размером ячеек до 50 мкм; 2-й – упрочняющие субмикронные частицы (Cr,Mo), распределенные вдоль границ зерен; 3-й – когерентные нановыделения (Cr,Mo) (10-40 нм) в теле дендритов β -NiAl.

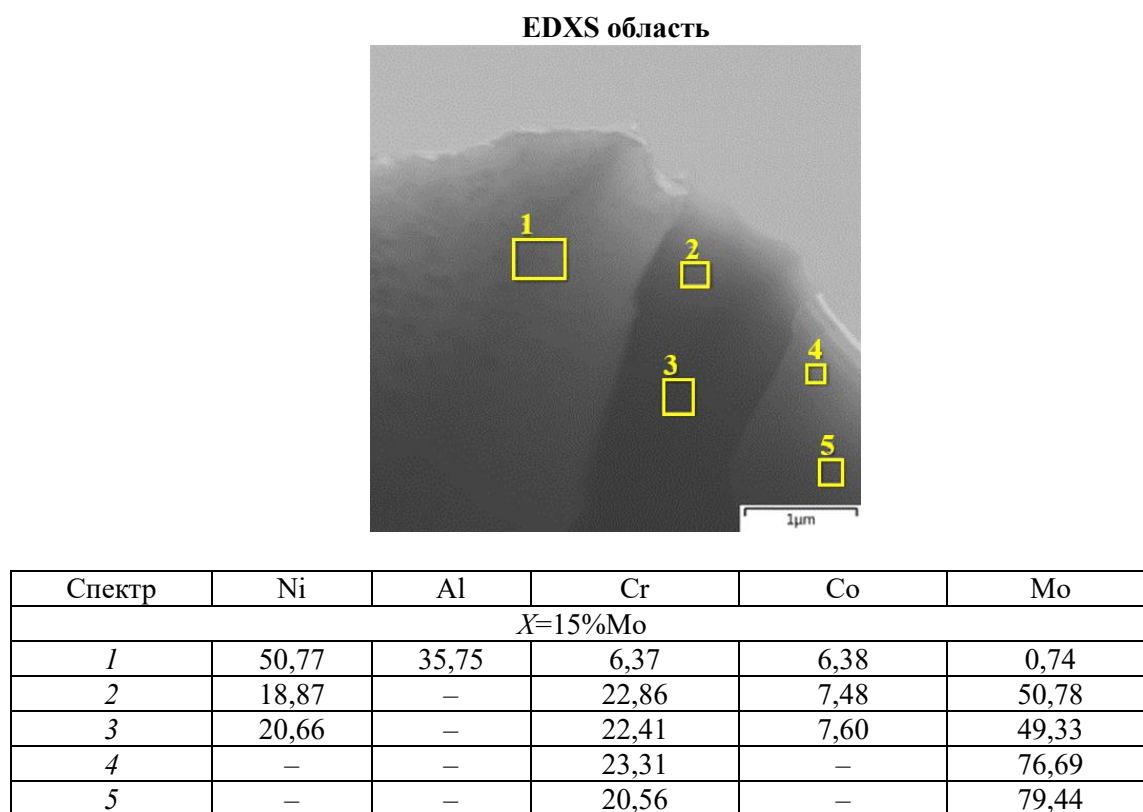


Рисунок 9 – Состав структурных составляющих исследуемого сплава, ат. %

При исследовании окислительной стойкости сплавов было определено, что наибольшей жаростойкостью обладает сплав base+0,5%Zr, степень окисления которого за 30 ч составила 21 г/м². Кинетика окисления сплава соответствует параболическому закону окисления, для которого характерна наибольшая скорость окисления в течение 7-10 часов испытаний. После формирования защитного оксидного слоя ее значения уменьшаются и приближаются к нулю. На рисунке 10 представлена микроструктура окисленного слоя, на котором можно идентифицировать характерный для всех образцов слой Al_2O_3 с включениями хромокобальтовых оксидных фаз. Белые светлые точки, распределенные по всему окисленному слою, соответствуют фазе ZrO_2 . В основном слое на основе Al_2O_3

присутствуют наноразмерные образования ZrO_2 . Под слоем $Al_2O_3 + ZrO_2$ находится тонкая сплошная пленка Cr_2O_3 , характерная для данной системы легирования. Предположительно верхний оксидный слой $Al_2O_3 + ZrO_2$ тормозит процесс внешней диффузии кислорода и азота, а также блокирует возгонку летучего оксида хрома Cr_2O_3 . Таким образом, он постепенно формирует плотный слой по всей переходной поверхности $Me-MeO$, образуя второй сплошной барьерный оксидный слой. Методами ПЭМ ВР и дифракции электронного луча была установлена фаза сложного оксида $Zr_5Al_3O_{0,5}$ (Рисунок 11). Следовательно, допирование оксида алюминия наноразмерными выделениями фазы $Zr_5Al_3O_{0,5}$ приводит к снижению каталитической активности и блокированию внешней диффузии кислорода и азота.

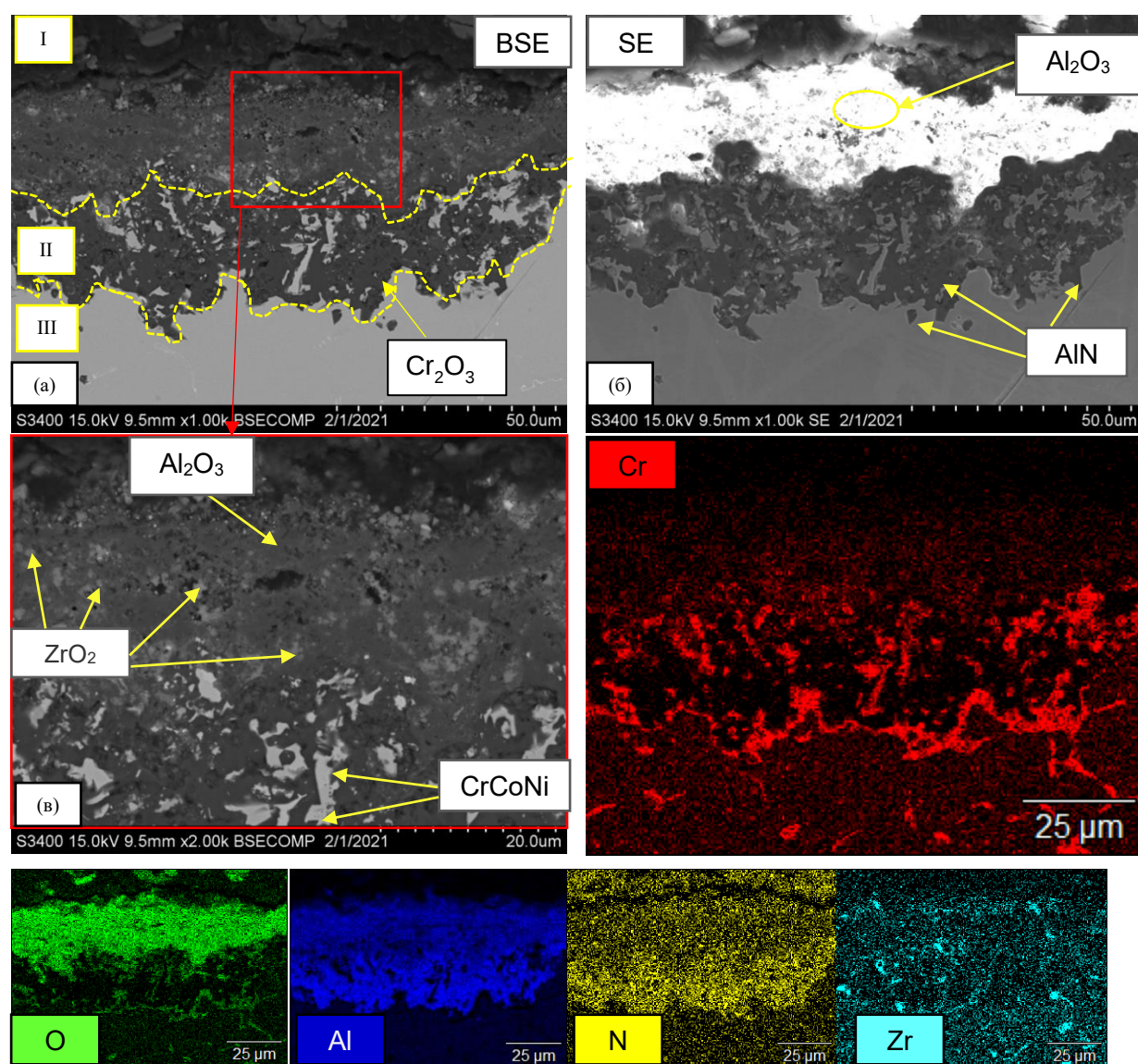


Рисунок 10 – Микроструктура (а), области анализа (б, в) и карта распределения элементов окисленного слоя сплава base+0,5%Zr

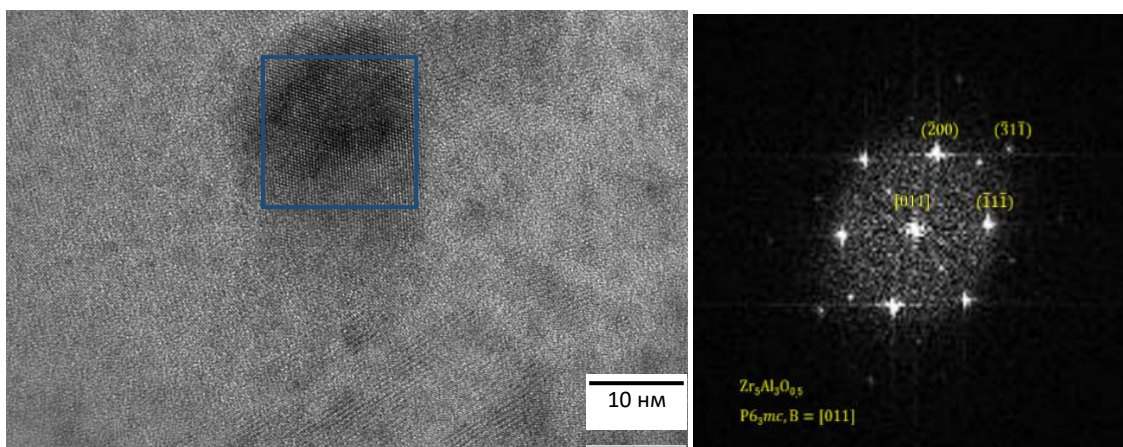


Рисунок 11 – ПЭМ-изображение фазы $Zr_5Al_3O_{0,5}$ с электронограммой вдоль оси зоны [011]

Узкофракционный порошковый прекурсор обрабатывался потоком термической плазмы электродугового разряда. Исследовалось влияние трех основных параметров: мощности плазмотрона и энтальпии плазменной струи ($I = 100; 125; 150$ А); состава плазмообразующего газа; скорости подачи порошка (1,5; 3; 6; кг/ч). В результате найден эффективный режим сфероидизации, на котором достигнута степень сфероидизации 95 % при содержании нанодисперсии 5%. Определены технологические характеристики сферического порошка: текучесть – 20,5 с, насыпная плотность – $3,95 \text{ г/см}^3$. На рисунке 12 представлен его гранулометрический состав: $D_{cp} = 14,8 \text{ мкм}$; $D_{10} = 10,5 \text{ мкм}$; $D_{50} = 14,5 \text{ мкм}$; $D_{90} = 19,7 \text{ мкм}$. Распределение частиц унимодальное и находится в диапазоне 8 – 27 мкм.

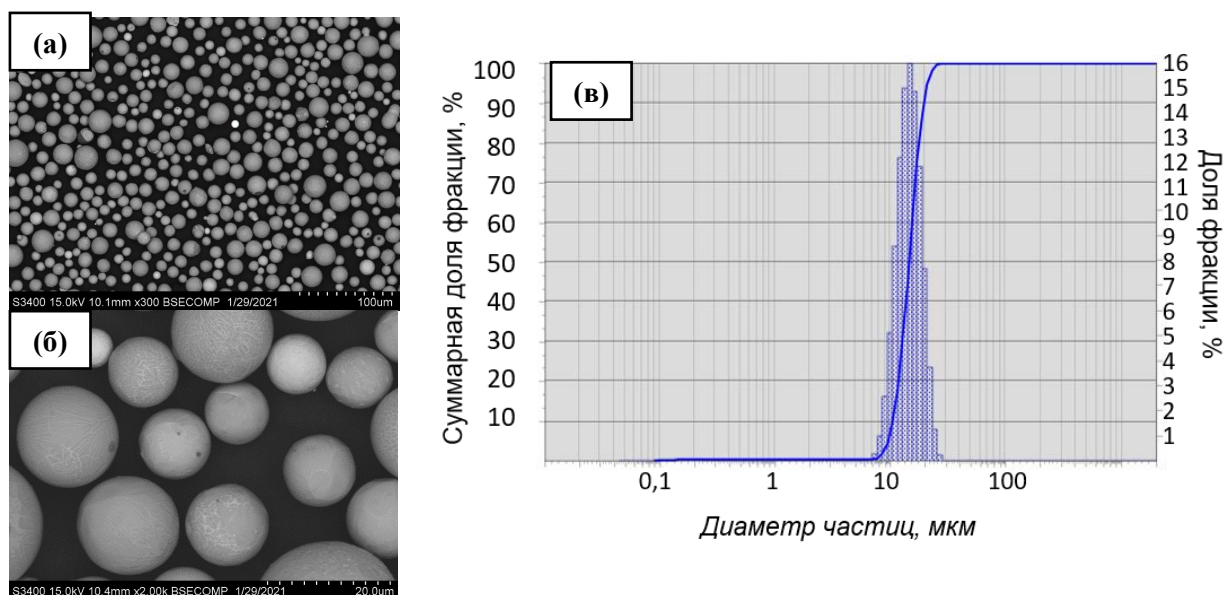


Рисунок 12 – Морфология (а, б), дифференциальное и интегральное распределение (в) сферического порошка β -сплава base+15%Mo, полученного при эффективном режиме обработки

Методом ГИП проведена консолидация сплава из порошка base+15%Mo. Исследуемые сплавы при комнатной температуре разрушались хрупко при достижении предела временного сопротивления. Кривые деформации сплава с 15% Mo, независимо от морфологии порошка, имели вязкий характер разрушения. При этом свойства находились на одном уровне (таблица 5). В диапазоне температур 800 - 1000 °С кривые деформации сплава с 15% Mo носят вязкий характер при достижении предела временного сопротивления.

Таблица 5 – Механические свойства на сжатие ГИП образцов из сплава base+15%Mo

Образец получен из	$T_{исп.}, ^\circ C$	$\sigma_B, \text{МПа}$	$\sigma_{0.2}, \text{МПа}$	$\varepsilon, \%$
Исходного порошка	20	1595	990	5,9
	800	460	446	24,4
	900	238	225	24,8
	1000	136	130	24,8
Сфероидизированного порошка	20	1489	903	6,9
	800	420	375	25,2
	900	260	240	25,2
	1000	136	123	24,8

Результаты исследований по влиянию подводимой к порошковому слою энергии ($VED = 63\text{-}189 \text{ Дж/мм}^3$) лазера на уровень остаточной пористости в компактных образцах из сплава base+15%Mo, представлено на рисунке 13 в виде гистограммы. Скорость сканирования от режимов А к D изменяли в интервале 400-700 мм/с. Сокращение интервала сканирования в диапазоне от 0,12 до 0,09 мм, как правило, приводило к уменьшению пористости в образцах (режимы В6-В3) за счет перекрытия треков и более равномерного переплава порошкового слоя. При оптимизации процесса СЛС был определен режим с остаточной пористостью менее 0,3 % (В3, $VED = 117 \text{ Дж/мм}^3$).

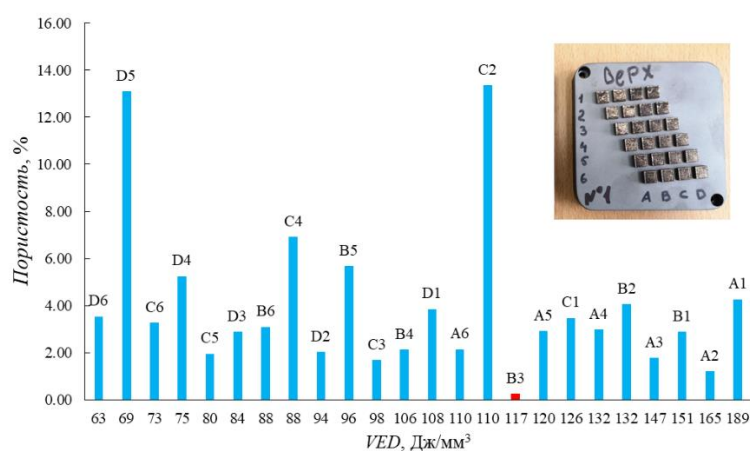


Рисунок 13 – Влияние подводимой энергии лазера при различных режимах СЛС на остаточную пористость образцов из сфероидизированного порошка

С целью диффузионного залечивания микротрещин, образовавшихся в результате термических и усадочных напряжений, СЛС образцы подвергались постобработке: ГИП + термообработка (ТО). Для изучения структурных особенностей фазового взаимодействия в сплаве base+15%Mo в состоянии СЛС+ГИП+ТО на атомно-кристаллическом уровне провели ПЭМ ВР исследования ультратонких фольг (Рисунок 14). На рисунке 14 а, б приведена структура сплава вблизи межфазных границ зерен NiAl / $\text{Cr}_3\text{Mo}_3\text{C}$ и $(\text{Mo}_{0.8}\text{Cr}_{0.2})_x\text{B}_y$ / $\text{Cr}_3\text{Mo}_3\text{C}$. Исследуемый материал имел аналогичную ГИП образцам микроструктуру. Термообработка способствовала дисперсионному твердению за счет выделения внутри ячеек NiAl наноразмерных (<215 нм) частиц избыточной (Cr,Mo) фазы (Рисунок 14 в). Появление карбидов $\text{Cr}_3\text{Mo}_3\text{C}$ в результате постобработки подтверждают ПЭМ изображения атомно-кристаллической структуры вдоль оси зоны $[\bar{1}12]$. Расчетное значение периода ГЦК решетки карбида составляет $a = 11,48$ Å. Отличительной особенностью фазового взаимодействия в сплаве base+15%Mo в состоянии СЛС+ГИП+ТО являлось формирование когерентных межфазных границ между боридом $(\text{Mo}_{0.8}\text{Cr}_{0.2})_x\text{B}_y$ и карбидом $\text{Cr}_3\text{Mo}_3\text{C}$ (Рисунок 14 г). Наличие субмикронных частиц боридов $(\text{Mo}_{0.8}\text{Cr}_{0.2})_x\text{B}_y$ с параметрами решетки $a = 6,05$ Å и $c = 6,48$ Å когерентных карбиду подтверждено полным сопряжением их атомных плоскостей на межфазной границе, что показывает ПЭМ ВР изображение атомно-кристаллической структуры в направлении $[01\bar{1}1]$ гексагональной фазы. Когерентная связь кристаллических решеток рассматриваемых фаз, предположительно, окажет положительное влияние на механические свойства материала за-счет роста прочности межфазных границ.

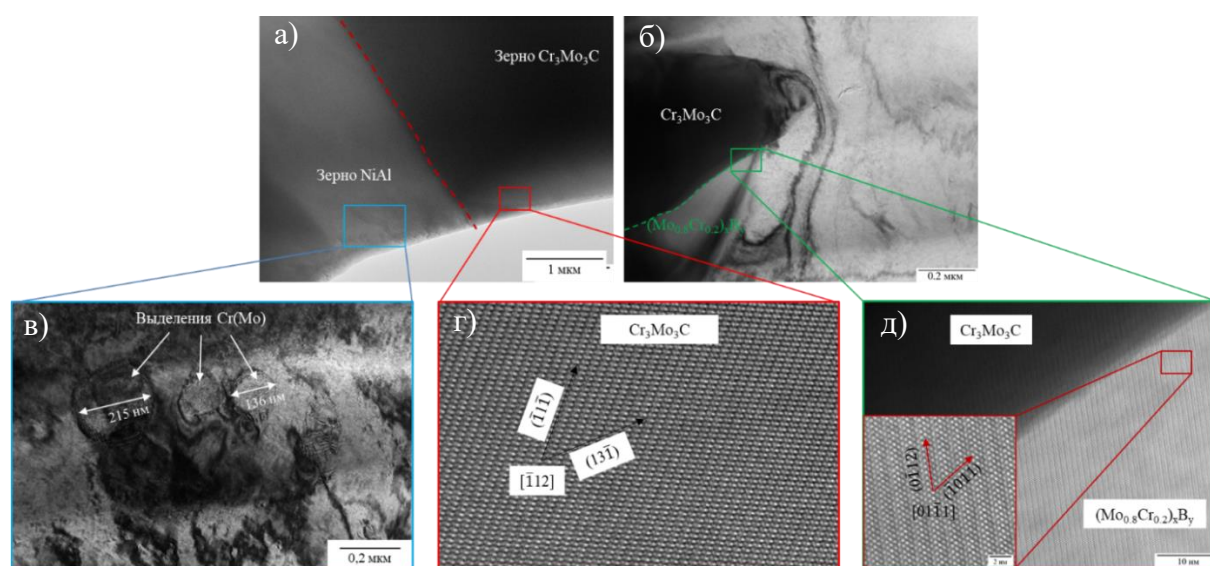


Рисунок 14 – Особенности структуры сплава base+15%Mo после СЛС+ГИП+ТО: а, б – ПЭМ границ раздела NiAl и Mo-содержащих фаз; в – ПЭМ внутренней структуры зерна

NiAl; г – атомно-кристаллическая структура $\text{Cr}_3\text{Mo}_3\text{C}$ вдоль оси зоны $[\bar{1}12]$; д – атомно-кристаллическая структура $\text{Cr}_3\text{Mo}_3\text{C} / (\text{Mo}_{0.8}\text{Cr}_{0.2})_x\text{B}_y$ вдоль оси зоны $[01\bar{1}1]$

Проведены механические испытания сплава base+15%Mo в состоянии СЛС+ГИП+ТО при температурах испытаний 20, 800, 900 и 1000 °С. При комнатной температуре кривая сжатия имела характерный участок деформационного упрочнения вплоть до напряжения разрушения, соответствующего пределу временного сопротивления (Рисунок 15 а). СЛС-образцы после ГИП+ТО показали рост временного сопротивления на 55,6% (до 2318 МПа) и на 7,8 % (до 960 МПа) условного предела текучести относительно образцов в состоянии ГИП. Изменение свойств стало следствием выделения когерентных высокодисперсных частиц избыточной (Cr, Mo) фазы, а также формированием более прочных когерентных межфазных границ между карбидными зёрнами и боридами. Следует отметить, что сплав в состоянии СЛС+ГИП+ТО в диапазоне температур 800-1000 °С имеет вязкий характер разрушения при достижении предела временного сопротивления (Рисунок 15 б).

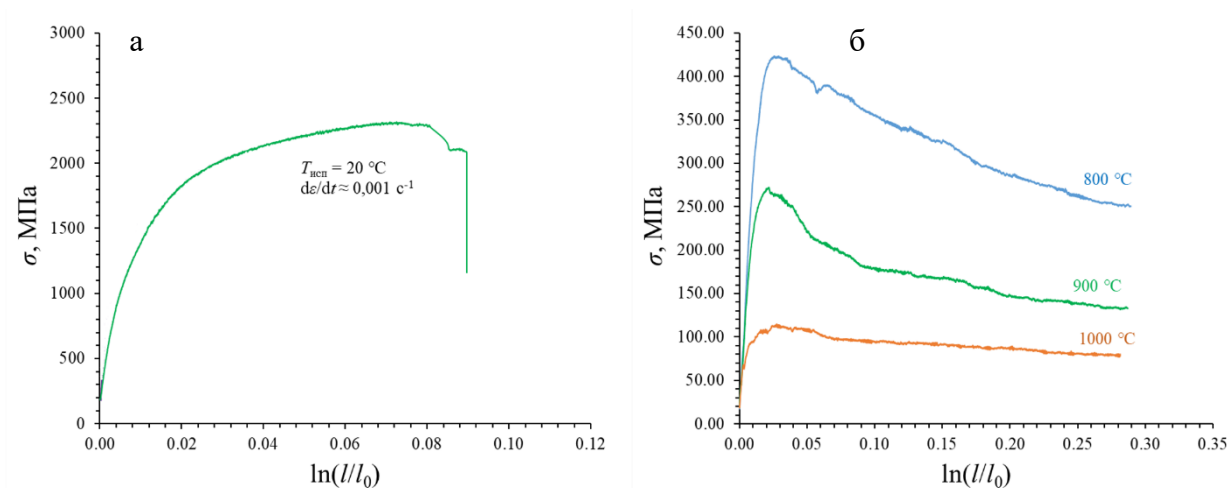


Рисунок 15 – Диаграммы сжатия сплава base+15%Mo в состоянии СЛС+ГИП+ТО: а – при температуре испытания 20 °С; б – и при температурах испытаний 800, 900 и 1000 °С

В пятой главе приведены исследования структуры и свойств сплавов, полученных по технологии элементного СВС, окислительная стойкость и оптимизация режимов плазменной сфероидизации и СЛС.

Получены сплавы на основе base- X , где X – легирующие элементы, содержание которых приведено в таблице 6.

Наилучшим сочетанием прочностных характеристик при 900 °С ($\sigma_{\text{пл}} = 443 \pm 9$ МПа, $\sigma_{0,2} = 595 \pm 7$ МПа и $\sigma_{\text{в}} = 607 \pm 9$ МПа) и пластичности ($\varepsilon_{\text{в}} = 7,2 \pm 0,4$ %) обладает сплав состава 4. Его характерная микроструктура приведена на рисунке 16 а. Показано, что

исключение молибдена приводит к увеличению доли упрочняющих ниобий-содержащих нановыделений на границах зерен β -фазы. На границах зерен были также обнаружены наноразмерные фазы Лавеса, Гейслера, оксида гафния и твердых растворов на основе тугоплавких элементов размером менее 200 нм. (Рисунок 16 б).

Таблица 6 – Содержание легирующих элементов в сплаве base

№ сплава	Содержание легирующих элементов, ат. %		
	Mo	Nb	Hf
Состав 1	2,0	1,0	0,3
Состав 2	2,0	1,0	0,9
Состав 3	2,0	1,0	1,5
Состав 4	-	1,0	0,9
Состав 5	4,0	1,0	0,9
Состав 6	6,0	1,0	0,9

При исследовании зерен β -фазы были обнаружены когерентные сферические частицы α -Cr размером до 30 нм (Рисунок 16 в), которые способствуют росту сопротивления пластической деформации матричной фазы под воздействием внешних напряжений за счет торможения подвижных дислокаций.

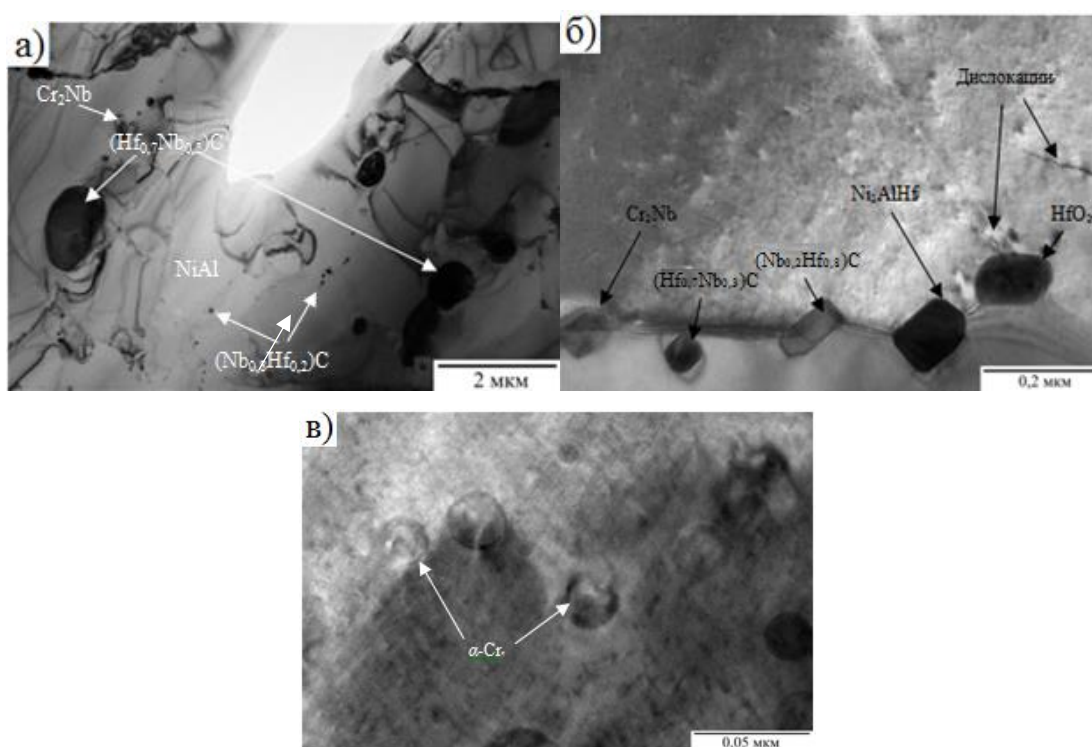


Рисунок 16 – Структура сплава состава 4 (а) и ПЭМ-изображения характерных упрочняющих частиц (б, в)

Проведена оценка влияния содержания молибдена на окислительную стойкость консолидированных СВС- сплавов. Кинетика окисления зависит от содержания молибдена, ниобия, гафния и размера зерен β -фазы. Частицы HfO_2 , расположенные на границах раздела зерен, блокируют поверхностную диффузию алюминия и кислорода. Характер окисления соответствует логарифмическому закону окисления. Прирост массы при 30 ч отжига для сплава $\text{base}+1\%\text{Nb}-0,9\%\text{Hf}$ составил $40,4 \text{ г/м}^2$.

На рисунке 17 приведена микроструктура окисленного слоя. Основной слой состоит из Al_2O_3 с включениями HfO_2 , CoNb_2O_6 , но в оксидном слое присутствуют поры, образованные в результате испарения летучих субоксидов ниобия и молибдена. Последние разрушают первичный слой Al_2O_3 , приводя к интенсивному окислению на начальном этапе. Более крупные включения ниобия в оксидном слое сплава образуют фазу CoNb_2O_6 . Оксид гафния HfO_2 равномерно распределен в виде субмикронных и наноразмерных включений по границам зерен, подавляя тем самым диффузию кислорода внутрь алюминида никеля. В образце под слоем Al_2O_3 отмечается тонкий защитный слой Cr_2O_3 .

При легировании молибденом образуются летучие оксиды MoO_3 , Mo_3O_4 , CoMoO_4 , которые разрушают целостность защитного слоя. С ростом концентрации молибдена увеличивается глубина проникновения кислорода и азота, и снижается высокотемпературная окислительная стойкость.

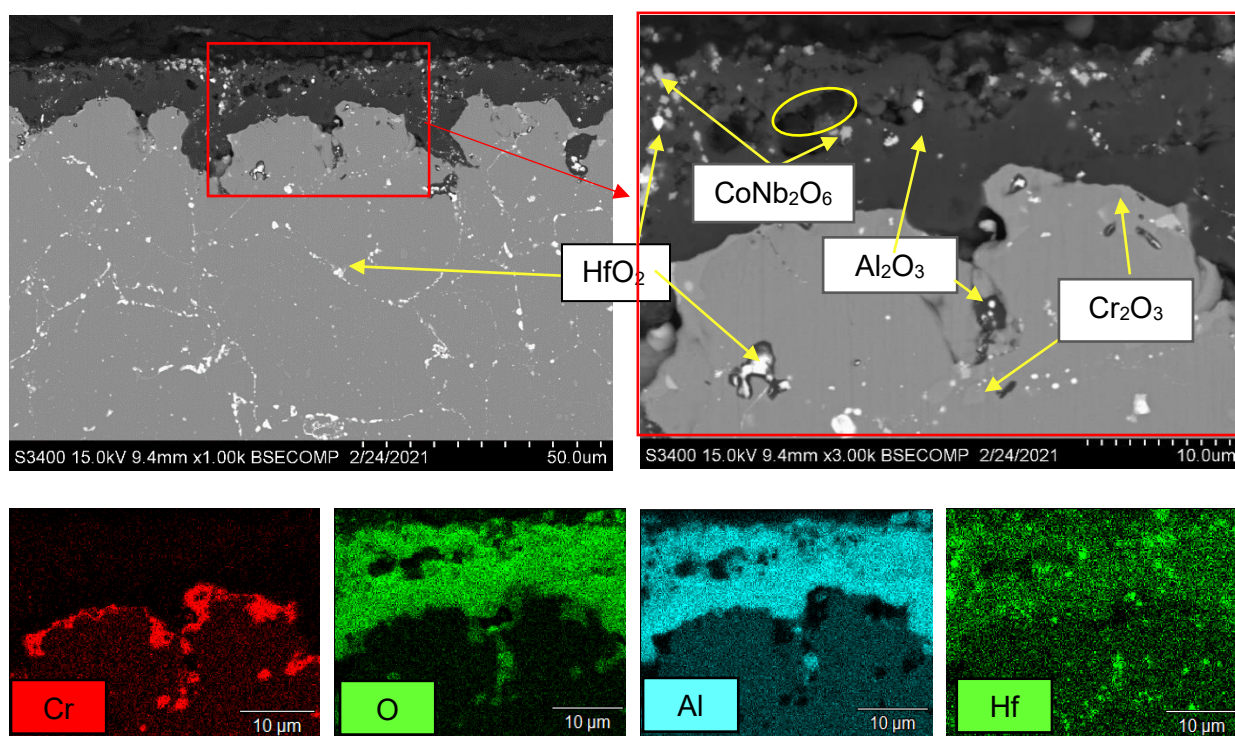


Рисунок 17 – Микроструктура и карта распределения элементов окисленного слоя в образце сплава $\text{base}+1\%\text{Nb}-0,9\%\text{Hf}$

Порошок оптимального состава сфероидизировали в потоке термической плазмы на электродуговой установке постоянного тока для дальнейшего применения в аддитивной технологии СЛС. В ходе экспериментов по оптимизации режимов оценивалось влияние расхода порошка ($V_{\text{п}} = 1,25 - 5$ кг/ч) и мощности плазмотрона $P = 14 - 25,5$ кВт (ток электрической дуги – $I_{\text{эд}} = 150 - 250$ А) на его свойства: степень сфероидизации (Φ , %), содержание конденсированных наночастиц ($M_{\text{нч}}$, масс. %) и текучесть. В оптимальных режимах плазменной обработки порошка сплава base+1%Nb-0,9%Hf была достигнута степень сфероидизации 98 %.

Микроструктура поперечного сечения частиц порошка после обработки в потоке термической плазмы показана на рисунке 18. Порошок имел характерную дендритную структуру зерен. Размер дендритных ячеек (поперечный срез ветвей дендритов) находился в диапазоне 1-5 мкм и имел прямую зависимость от диаметра частиц. Избыточное содержание хрома (предел растворимости в NiAl порядка 5 ат. %) и неравновесные условия кристаллизации расплава (скорость теплоотвода $\sim 10^6$ К/с) привели к ликвации и кристаллизации в междендритном пространстве непрерывных прослоек вырожденной $\text{Cr}(\text{Co})_{\text{e}}$ эвтектики. Толщина прослоек варьировалась от 300 до 500 нм. Внутри прослоек вырожденной эвтектики выделялись дисперсные частицы на основе тугоплавких элементов Hf и Nb размером менее 100 нм, как результат перекристаллизации через жидкую фазу.

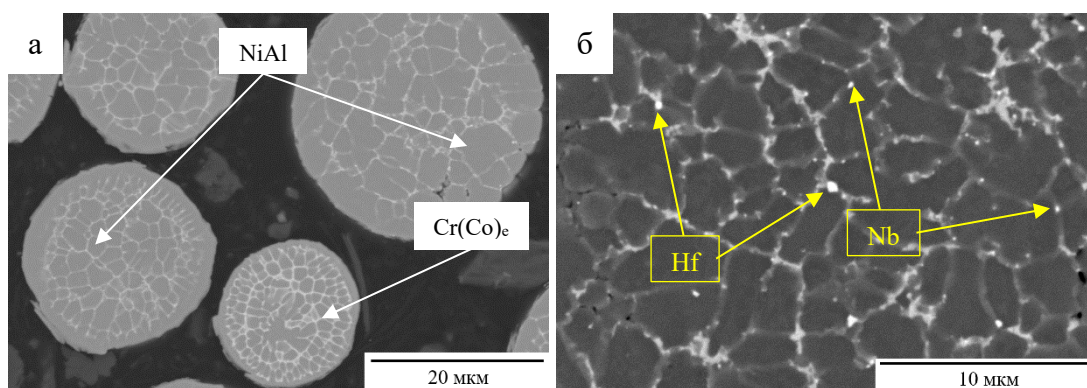


Рисунок 18 – Микроструктура сферического порошка сплава сплава base+1%Nb-0,9%Hf

Характерная микроструктура ГИП-образцов из сфероидизированного порошка сплава base+1%Nb-0,9%Hf приведена на рисунке 19. Сплав характеризуется мелкозернистой структурой (Рисунок 19 а, б) β -фазы (темный контраст) с выделениями избыточной α -Cr фазы субмикронного размера и дисперсных частиц на основе Nb и Hf (белый контраст), распределенных вдоль межзеренных границ. Сегрегация частиц Hf(Nb) на поверхности сфероидизированного порошка привела к наследованию их границ в консолидированном сплаве по причине замедления диффузионного роста зерен.

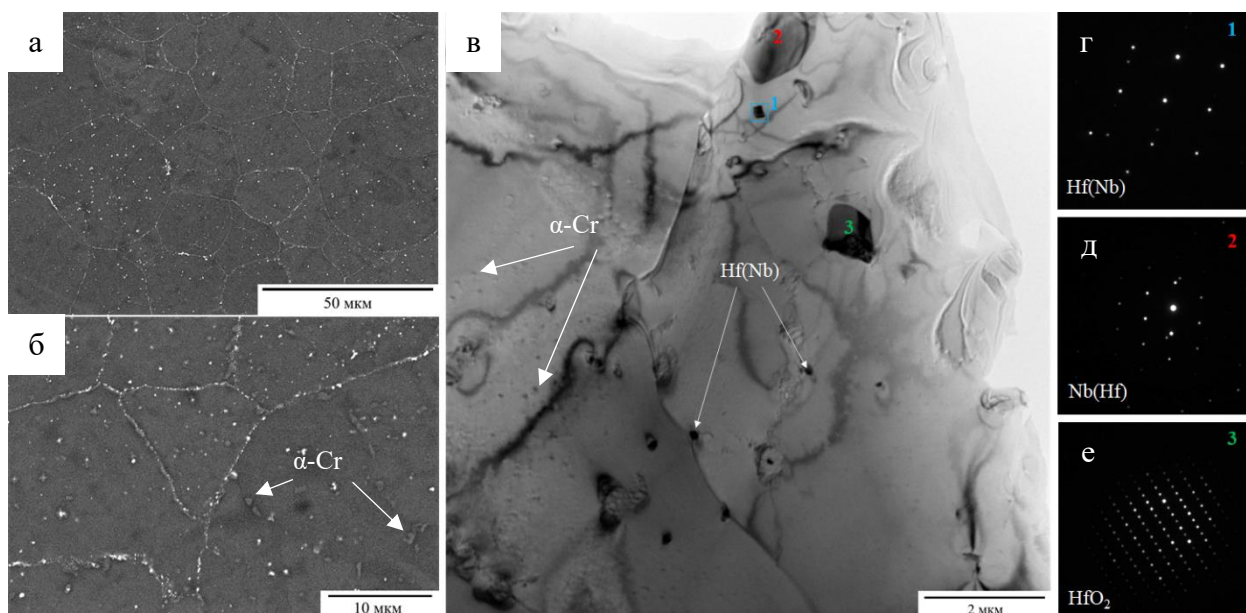


Рисунок 19 – Изображения микроструктуры сплава base+1%Nb-0,9%Hf, полученные методом: а, б – СЭМ; в – ПЭМ; г, д, е – электронограммы дисперсных частиц

На рисунке 19 в показана микроструктура сплава, снятая методом ПЭМ вдоль оси зоны [100]. Размер зерен составлял порядка 10 мкм. Вдоль межзеренных границ и в объеме зерен наблюдались дисперсные частицы твердых растворов Hf(Nb) и Nb(Hf), а также оксида гафния HfO₂ размером от 0,1 до 1,8 мкм. Обнаруженные частицы идентифицированы по параметрам электронограмм, представленных на рисунке 19 г, д, е.

Распределенные вдоль границ зерен упрочняющие частицы замедляют диффузионную ползучесть Кобла, препятствуя скольжению зернограницных дислокаций. Это приводит к повышению рабочей температуры сплава. Кроме того, когерентные нановыделения α-Cr в объеме зерна являются эффективными барьерами для скольжения матричных дислокаций. Результаты исследований показали наследственность иерархической структуры сплава: 1й – зерна β-фазы размером около 10 мкм; 2й – субмикронные частицы α-Cr и HfO₂ вдоль межзеренных границ; 3й – когерентные нановыделения α-Cr, Ni₂NbAl и (Hf, Nb) в объеме зерна.

Диаграммы деформации ГИП-образцов сплава base+1%Nb-0,9%Hf из сфероидизированного порошка приведены на рисунке 20 в сравнении со сплавом base+15%Mo, исследования которого приведены в Главе 4. Механические свойства сведены в таблицу 7. При 20 °С образцы разрушались хрупко при достижении предела временного сопротивления, после превышения σ_{0.2} равного 1480 МПа происходило деформационное упрочнение до напряжения разрушения – 2590 МПа эквивалентного временному сопротивлению при степени накопленной пластической деформации 19,7 %.

Таблица 7 – Механические свойства сплава base+1%Nb-0,9%Hf после ГИП

$T_{исп.}, ^\circ\text{C}$	$\sigma_B, \text{МПа}$	$\sigma_{0.2}, \text{МПа}$	$\varepsilon, \%$
20	2590	1480	19,7
800	847	576	21,3
900	497	410	24,0
1000	225	190	24,4

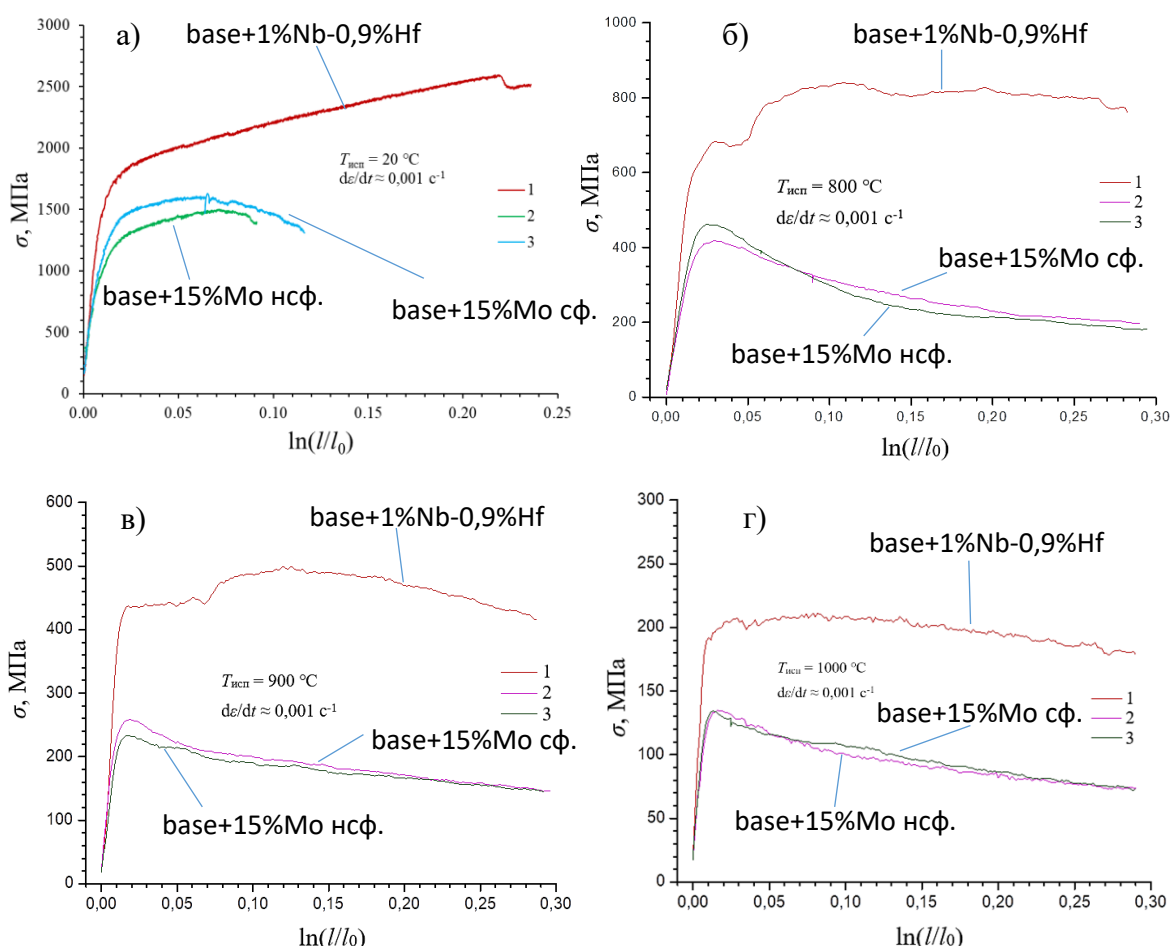


Рисунок 20– Диаграммы сжатия ГИП- образцов из сплавов base+1%Nb-0,9%Hf и base+15%Mo при температурах: а – 20; б – 800; в – 900; г – 1000 °С

В диапазоне температур 800 - 1000 °С кривые деформирования сплава base+1%Nb-0,9%Hf носят хрупко-вязкий характер разрушения (Рисунок 20 б-г). По уровню термомеханических свойств сплав base+15%Mo значительно уступает сплаву base+1%Nb-0,9%Hf ($\sigma_{0.2} = 240 \text{ МПа}$ при $T_{исп.} = 900^\circ\text{C}$ против 410 МПа).

Оптимизацию процесса СЛС при использовании порошков β -сплава, легированного 1%Nb + 0,9%Hf, проводили на установке SLM 280HL (SLM Solution, Германия). Результаты исследований влияния подводимой энергии лазера, равной $VED = 63-189 \text{ Дж/мм}^3$, представлено в виде гистограмм на рисунке 21. Исследования проводили аналогично

сплаву base+15%Mo. Образцы с остаточной пористостью менее 0,3 % из сфероидизированных порошков сплава сплава base+1%Nb-0,9%Hf были получены по режимам СЛС – А3 ($VED = 147 \text{ Дж/мм}^3$).

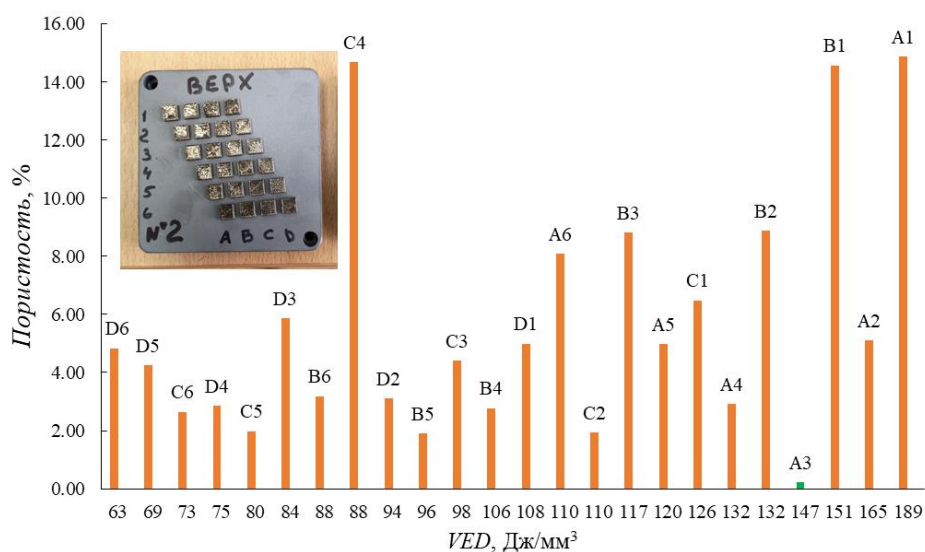


Рисунок 21 – Влияние подводимой энергии лазера при различных режимах СЛС на остаточную пористость образцов из сфероидизированных порошков base+1%Nb-0,9%Hf

В структуре обнаружены микротрещины шириной не более 1 мкм, образованные по причине низкой пластичности сплавов и высоких остаточных растягивающих напряжений в направлении векторов сканирования (вдоль треков). Количества дефектов структуры в виде микротрещин и пор было снижено, а уровень термомеханических свойств повышен за счет применения ГИП, и старения с последующим охлаждением на воздухе.

Структура сплава с добавкой 1%Nb + 0,9%Hf в состоянии СЛС+ГИП+ТО показана на рисунке 22. По сравнению с ГИП-образцами сплав имеет равномерное распределение выделений фаз Гейслера и Лавеса размером менее 0,5 мкм (Рисунок 22 а). Упрочняющие фазы Cr_2Nb и Ni_2AlHf размером 0,2 мкм преимущественно выделяются вдоль межзеренных границ, а фазы Co_2Nb и $(\text{Hf}_x\text{Nb}_y)\text{C}$ – внутри зерен матричной β -фазы (Рисунок 22 а, б). Подобное распределение упрочняющих фаз в структуре синтезированного материала и отсутствие наследственных границ порошковых частиц обеспечивает рост термомеханических свойств сплава. Рисунок 22 в, г подтверждает образование в образце СЛС+ГИП+ТО субмикронных некогерентных частиц двойного карбида $(\text{Hf}_x\text{Nb}_y)\text{C}$ с периодом решетки $a = 4,757 \text{ \AA}$, рассчитанным по параметрам атомно-кристаллической вдоль оси зоны [001]. Данные карбиды вносят существенный вклад в механические свойства сплава в интервале температур выше 900 °С.

При механических испытаниях при комнатной температуре кривые имели характерный участок деформационного упрочнения вплоть до напряжения разрушения, соответствующего пределу временного сопротивления. При этом формирование макрозерен в синтезированном материале состава 4 после комплексной постобработки привело к снижению пластичности на 54 % (до 9 %) и условного предела текучести на 22 % до 1150 МПа относительно ГИП образцов из аналогичного порошка (Рисунок 23 а, Таблица 8).

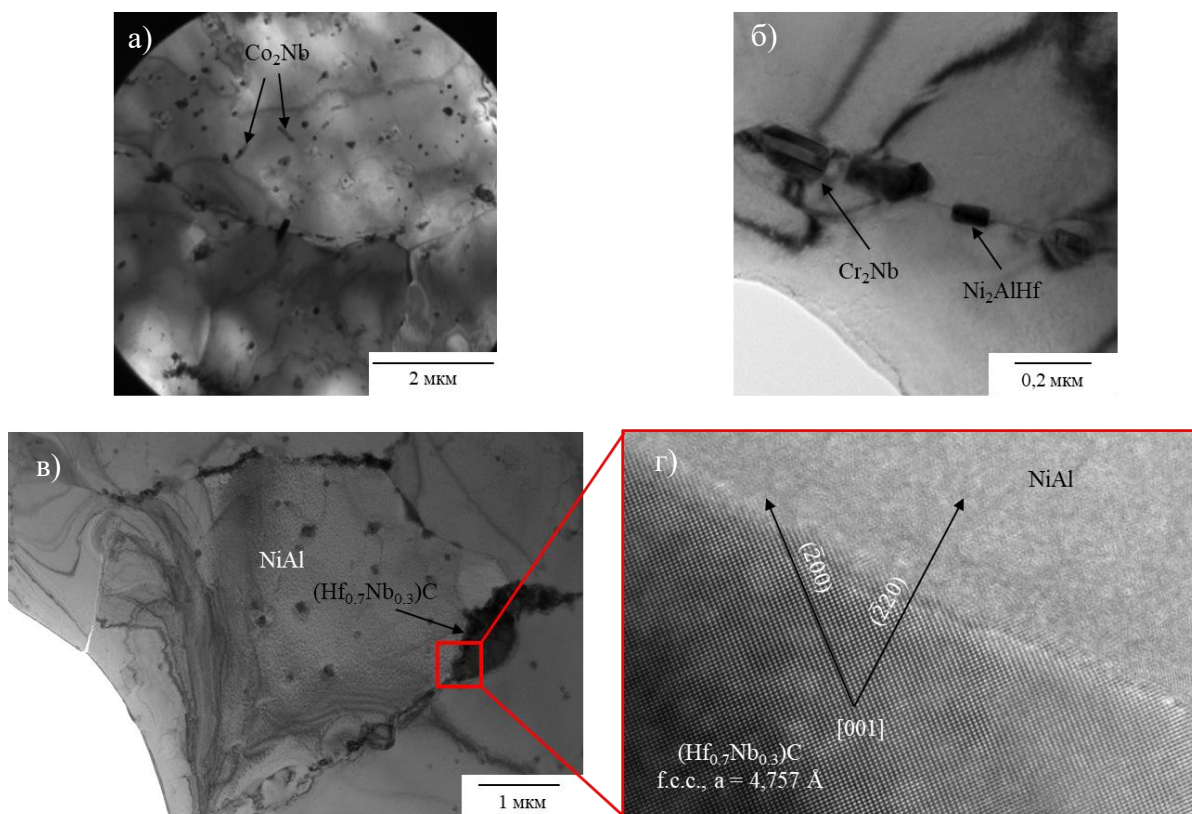


Рисунок 22 – Особенности структуры сплава base+1%Nb-0,9%Hf в состоянии СЛС+ГИП+ТО: а, б – ПЭМ структуры зерен с мелкодисперсными Hf- и Nb-содержащими фазами; в – карбид (Hf, Nb)C внутри зерна NiAl; г –ПЭМ ВР структура границы раздела NiAl / (Hf, Nb)C вдоль оси зоны [001]

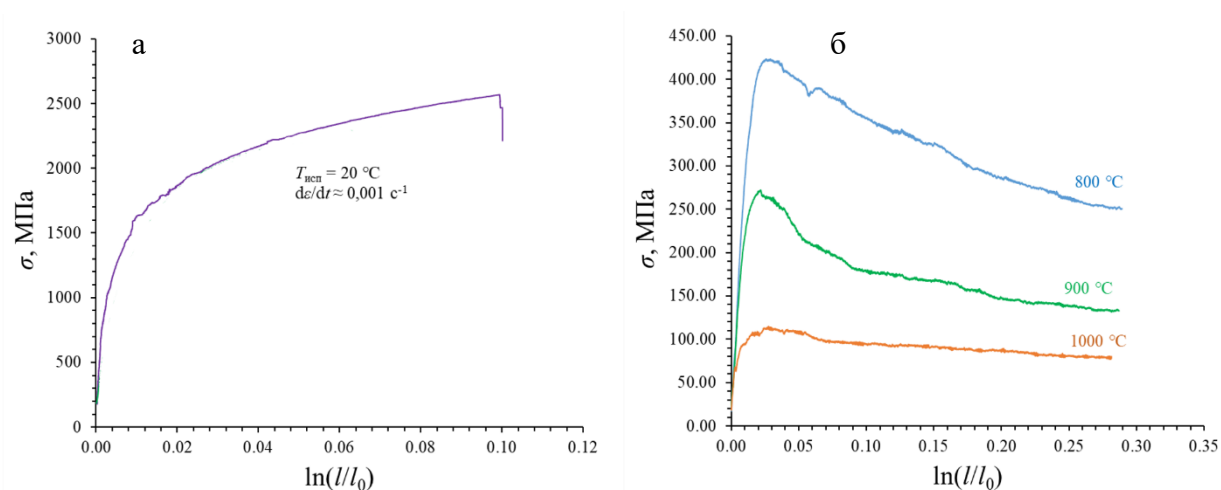


Рисунок 23 – Диаграмма сжатия сплава base+1%Nb-0,9%Hf в состоянии СЛС+ГИП+ТО:
а – при температуре испытания 20 °С; б – и при температурах испытаний 800, 900 и 1000 °С
Таблица 8 – Механические свойства образцов из сплава base+1%Nb-0,9%Hf в состоянии СЛС+ГИП+ТО

$T_{\text{исп.}}, ^\circ\text{C}$	$\sigma_{\text{в}}, \text{МПа}$	$\sigma_{0,2}, \text{МПа}$	$\varepsilon, \%$
20	2570	1150	9,0
800	868	786	19,0
900	575	498	28,0
1000	262	210	28,0

Кривые деформации образцов в состоянии СЛС+ГИП+ТО при температурах испытаний 800 и 900 °С демонстрировали хрупко-вязкое разрушение материала (Рисунок 23 б). Увеличение температуры испытаний до 1000 °С способствовало переходу к вязкому механизму разрушения материала. Сплав в состоянии СЛС+ГИП+ТО продемонстрировал повышенный уровень термомеханических свойств ($\sigma_{0,2}^{900} = 498 \text{ МПа}$) по сравнению с ГИП-образцами из того же порошка ($\sigma_{0,2}^{900} = 410 \text{ МПа}$), что обусловлено уменьшением размеров и повышением равномерности распределения дисперсных частиц термостабильных соединений.

In situ механические испытания на растяжение ультратонких ламелей при исследовании их структуры проводили непосредственно в колонне ПЭМ с помощью устройства Push-to-Pull. Это позволило установить количественное влияние термостабильных соединений на деформационное поведение сплава base+1%Nb-0,9%Hf в состоянии СЛС+ГИП+ТО.

Вдоль межзеренной границы первой ламели (Рисунок 24) распределены выделения фаз Лавеса Co_2Nb и Cr_2Nb , различающиеся по своей морфологии, и наночастицы фазы Гейслера Ni_2AlHf . Размер дисперсных интерметаллических фаз не превысил 0,2 мкм. Структура второй ламели была однофазной. При растяжении ламелей по мере увеличения приложенной нагрузки видимых изменений в структуре не наблюдалось вплоть до их разрушения. Диаграмма деформации ламели с частицами термостабильных фаз в координатах «нагрузка – перемещение» с микрофотографиями структуры ламели, соответствующими промаркированным участкам на кривой деформирования, показана на рисунке 25. Первый участок диаграммы соответствует зоне упругой деформации материала без заметного удлинения. При достижении 89 мкН произошла интенсивная пластическая деформация материала, сопровождающаяся падением нагрузки на 20 мкН и перемещением подвижной части устройства push-to-pull с 150 до 380 нм, что соответствует второму участку диаграммы. При этом удлинение образца, измеренное по микрофотографиям, составило 0,1 мкм (5 %). Третий участок характеризовался деформационным упрочнением сплава вплоть до

напряжения разрушения – 120 мкН при этом общее удлинение образца составило 0,23 мкм ($\delta_5 = 11,5 \%$). Разрушение ламели, содержащей дисперсные интерметаллические фазы, произошло при нагрузке 120 мкН, что соответствует временному сопротивлению $\sigma_B = 1870$ МПа. Напротив, однофазная ламель разрушилась при 70 мкН, что эквивалентно $\sigma_B = 1360$ МПа. Полученные результаты испытаний указывают на значительный вклад дисперсных фаз Лавеса и Гейслера.

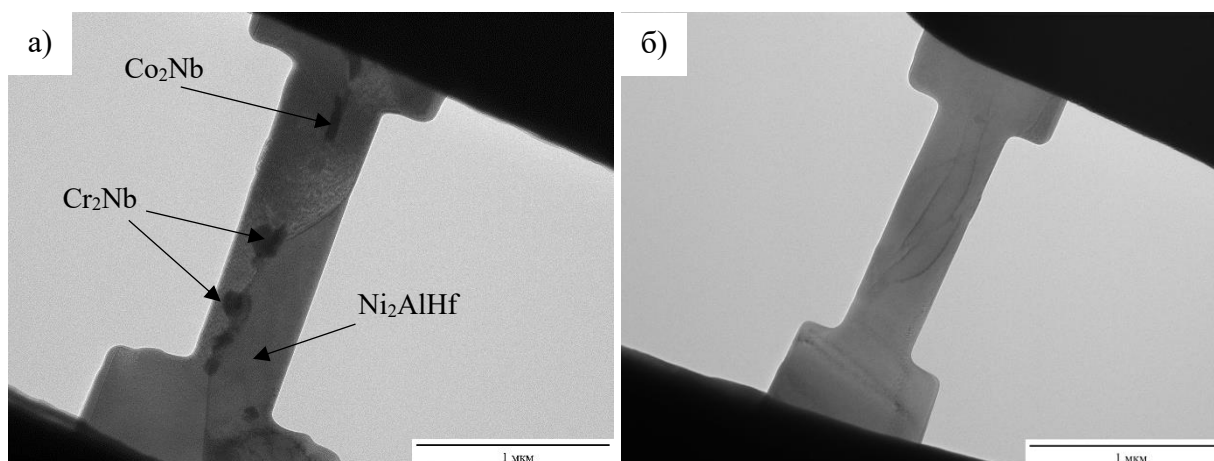


Рисунок 24 – Внешний вид ламелей для in-situ испытаний методом Push-to-Pull: а – с частицами термостабильных фаз Co_2Nb , Cr_2Nb , Ni_2AlHf ; б – однофазная структура

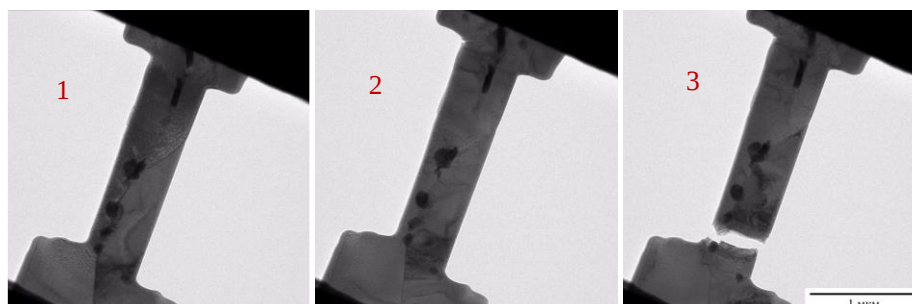
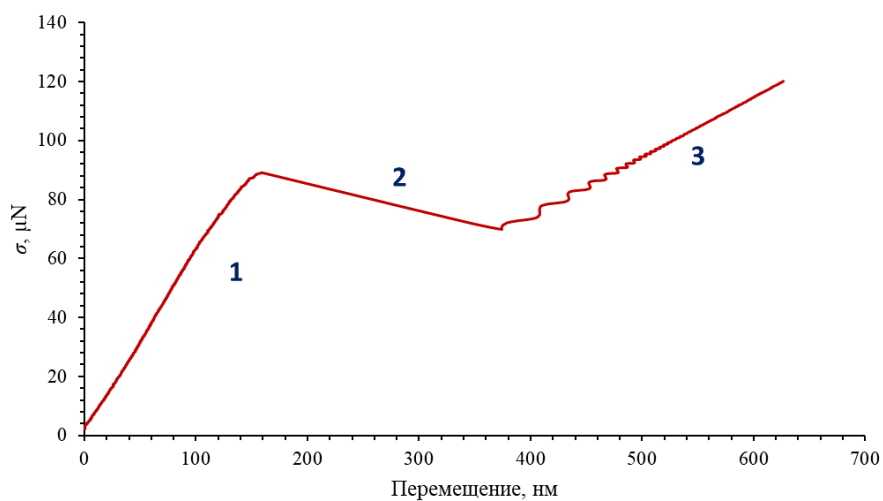


Рисунок 25 – Диаграмма деформации и микрофотографии ламели с дисперсными фазами Co_2Nb , Cr_2Nb , Ni_2AlHf

Результаты исследований показали, что мелкодисперсные фазы Лавеса Co_2Nb и Cr_2Nb , Гейслера Ni_2AlHf и карбиды $(\text{Hf}_x\text{Nb}_y)\text{C}$ повышают временное сопротивление деформации при растяжении с 1360 МПа до 1870 МПа. Скопления и конгломераты упрочняющих мелкодисперсных фаз являются концентраторами напряжений и приводят к преждевременному разрушению сплава вследствие локализации напряжений на границе раздела частиц.

В установленных оптимальных режимах процесса СЛС при плотности энергии лазера, подводимой к порошковому слою, 147 Дж/мм^3 построены модельные образцы теплонагруженных деталей (Рисунок 26). Показана принципиальная возможность производства сложнопрофильных изделий из никелевых в состоянии жаропрочных сплавов на основе моноалюминида никеля.

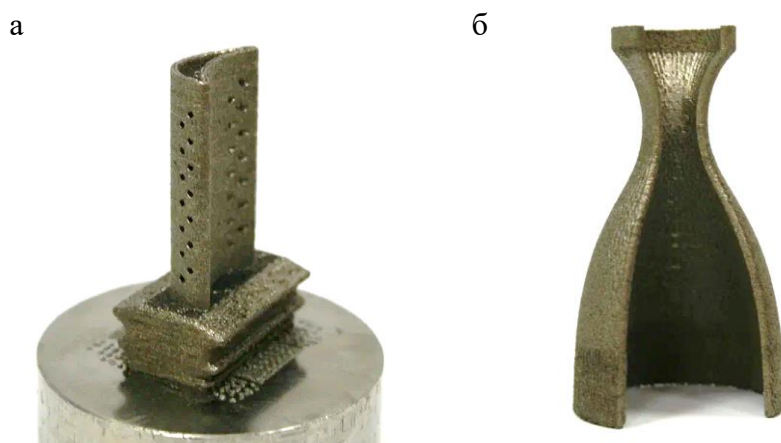


Рисунок 26 – Модельные образцы теплонагруженных деталей:
а – рабочая лопатка турбины; б – модель сопла ЖРД (б)

Основные выводы и результаты работы

1. Установлено, что при водопадном режиме обработки в шаровой вращающейся мельнице распыленных порошков никелевых жаропрочных сплавов марки ЭП648 и ВЖ159 происходит удаление и пластическая деформация сателлитов, что способствует овализации частиц, росту насыпной плотности на $0,73 \text{ г/см}^3$, плотности утряски на $0,62 \text{ г/см}^3$ и текучести на 4,5 с. На опытной партии порошка ВЖ159 проведена апробация способа механической обработки, в результате которой насыпная плотность увеличилась с $4,32$ до $4,91 \text{ г/см}^3$, плотность утряски – с $5,07$ до $5,48 \text{ г/см}^3$, текучесть – с 20 до 16 с;

2. В АО «Русполимет» на установке «ИЛИСТ-L» методом ПЛВ построены модельные образцы турбинной лопатки 5-й ступени с плотной литой бездефектной структурой и точным геометрическим соответствием цифровой модели. Разработанный

способ механической обработки распыленных порошков был рекомендован к применению на предприятиях Холдинга.

3. Исследовано влияние легирующих добавок (La, Mo, Zr, Ta, Re) на процесс горения и состав, структуру, свойства литых продуктов синтеза, полученных по технологии центробежной СВС-металлургии. В сплавах с молибденом и рением формируется ячеистая эвтектическая структура, а при концентрации молибдена 15% получена пластичная матрица с уровнем прочности: $\sigma_B = 1604 \pm 80$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1520 \pm 80$ МПа, $\varepsilon_{ПД} = 0,79\%$. Термическая обработка при $T = 1250$ °С, $t = 180$ мин увеличила характеристики прочности до значений: $\sigma_B = 1800 \pm 80$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1670 \pm 80$ МПа, $\varepsilon_{ПД} = 1,58\%$, что обусловлено выделениями фазы Cr(Mo) размером 150-400 нм на границах зерен β -фазы и размером 20 нм в теле дендритных ячеек.

4. Разработан сплав base+15%Mo, характеризующийся иерархической трехуровневой структурой: 1-й уровень образуют дендритные зерна β -NiAl с прослойками молибденсодержащих фаз $(\text{Ni, Co, Cr})_3\text{Mo}_3\text{C}$ и $(\text{Mo}_{0,8}\text{Cr}_{0,2})_x\text{V}_y$ и с размером ячеек до 50 мкм; 2-й – упрочняющие субмикронные выделения фазы (Cr,Mo), распределенные вдоль границ зерен; 3-й – когерентные нановыделения фазы (Cr,Mo) размером 10-40 нм в теле дендритов β -фазы. Наличие когерентных межфазных границ раздела зерен $(\text{Mo}_{0,8}\text{Cr}_{0,2})_x\text{V}_y$ и $\text{Cr}_3\text{Mo}_3\text{C}$ обеспечило повышенный уровень прочности сплава в состоянии СЛС+ГИП+ТО: $\sigma_B = 2318$ МПа, $\sigma_{0,2} = 970$ МПа, $\varepsilon_{ПД} = 7\%$

5. Легирующие элементы внедрения способствовали увеличению окислительной стойкости литых сплавов base-X при $T = 1150$ °С за счет образования дополнительных фаз. В сплаве с танталом в межзеренном пространстве образуется фаза Ta_2O_5 , которая снижает скорость и глубину окисления. При легировании цирконием установлена наибольшая жаростойкость: степень окисления за 30 ч составила 21 г/м². Цирконий-содержащий верхний слой $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Zr}_5\text{Al}_3\text{O}_{0,5}$ блокирует внешнюю диффузию кислорода и азота. Малые добавки гафния привели к образованию на границах зерен субмикронных и наноразмерных включений оксида гафния HfO_2 , которые подавляют зернограницную диффузию кислорода, а под слоем Al_2O_3 обнаружен защитный тонкий слой Cr_2O_3 . В сплавах с молибденом образуются летучие оксиды MoO_3 , Mo_3O_4 , CoMoO_4 , которые разрушают целостность защитного слоя и снижают жаростойкость.

6. Исследовано влияние гафния и молибдена на структуру и термомеханические свойства сплавов base-X, полученных элементным синтезом и последующим горячим изостатическим прессованием (ГИП). Сплав с добавкой 1% Nb и 0,9% Hf показал наиболее высокий уровень прочности при 900 °С: $\sigma_B = 615 \pm 9$ МПа, $\sigma_{0,2} = 488 \pm 7$ МПа, $\varepsilon = 62,2 \pm 1,4 \%$. Сочетание высокой прочности и пластичности обусловлено формированием

мелкозернистой гетерофазной структуры с упрочняющими выделениями фазы α -Cr, карбидов, фаз Лавеса и Гейслера. Методом ПЭМ установлена иерархическая структура данного сплава: 1-й уровень образуют зерна β -NiAl размером около 10 мкм; 2-й – субмикронные частицы α -Cr и HfO₂, расположенные на межзеренных границах; 3-й – когерентные нановыделения α -Cr, Ni₂NbAl, (Hf,Nb). Сплав, полученный из сфероидизированного порошка сочетанием СЛС+ГИП+ТО продемонстрировал высокий уровень жаропрочности ($\sigma_{0.2}^{900} = 498$ МПа) по сравнению с ГИП-образцами ($\sigma_{0.2}^{900} = 410$ МПа), что обусловлено меньшим размером зерен и повышенной равномерностью распределения упрочняющих термостабильных соединений.

Методом push-to-pull установлено, что в сплаве base+1%Nb-0,9%Hf упрочняющие фазы Лавеса Co₂Nb и Cr₂Nb, Гейслера Ni₂AlHf и карбида (Hf_xNb_y)C повышают временное сопротивление деформации при растяжении с 1360 МПа до 1870 МПа, а конгломераты этих фаз являются концентраторами напряжений и приводят к преждевременному разрушению сплава вследствие локализации напряжений на границе раздела зерен.

Статьи, опубликованные в журналах, рекомендованных ВАК и входящие в базы данных Web of Science и Scopus:

1. Sanin, V.V.; Kaplansky, Y.Y.; **Aheiev, M.I.**; Levashov, E.A.; Petrzhik, M.I.; Bychkova, M.Y.; Samokhin, A.V.; Fadeev, A.A.; Sanin, V.N. Structure and Properties of Heat-Resistant Alloys and Fabrication of Powders for Additive Manufacturing // Materials, 2021, Vol. 14, 3144. <https://doi.org/10.3390/ma14123144>.

2. Санин В.В., **Агеев М.И.**, Капланский Ю.Ю., Петржик М.И. Влияние легирующих добавок молибдена и рения на структуру и свойства литого сплава NiAl-Cr-Co // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия, 2021, Т. 15, №3, С. 43-61. DOI 10.17073/1997-308X-2021-3-43-61.

Sanin, V.V.; **Aheiev, M.I.**; Kaplansky, Y.Y.; Petrzhik, M.I. Influence of Molybdenum and Rhenium Dopants on the Structure and Properties of NiAl-Cr-Co Cast Alloy // Russian Journal of Non-Ferrous Metals, 2021, Vol. 62(6), p. 740-755. <https://doi.org/10.3103/S1067821221060171>.

3. **Агеев М.И.**, Санин В.В., Швындина Н.В., Капланский Ю.Ю., Левашов Е.А. Кинетика и механизм окисления никелевых сплавов // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия, 2022, Т. 16, №3, С. 4-24. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2022-3-4-23>.

4. Sanin, V.V.; **Aheiev, M.I.**; Kaplanskii, Y.Y.; Loginov, P.A.; Bychkova, M.Y.; Levashov, E.A. The Effect of Dopants on Structure Formation and Properties of Cast SHS Alloys

Based on Nickel Monoaluminide // Materials, 2023, Vol. 16, 3299.
<https://doi.org/10.3390/ma16093299>.

5. Капланский Ю.Ю., **Агеев М.И.**, Бычкова М.Я., Фадеев А.А., Левашов Е.А. Влияние размера пятна лазера на структуру и свойства жаропрочного сплава CompoNiAl-M5-3, полученного селективным лазерным сплавлением // Известия вузов. Черная металлургия, 2023, №66(2), С. 184–190. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-184-190>.

6. Yu. Yu. Kaplanskii, **M.I. Aheiev**, M.Ya. Bychkova, E.A. Levashov. Thermomechanical properties and the deformation mechanism of nickel monoaluminide-based alloys produced by LPBF in combination with gasostatic treatment and aging // Materials Science & Engineering A, 2023, Vol. 882, 145460. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145460>.

Результаты интеллектуальной деятельности:

«Ноу-хау»: Левашов Е.А., Санин В.В., Капланский Ю.Ю., **Агеев М.И.**, Петржик М.И., Бычкова М.Я. Ноу-хау: Состав иерархически-структурированного жаропрочного сплава на основе моноалюминид никеля и способ получения узкофракционного порошка сочетанием методов центробежного СВС-лития и плазменной сфероидизации. Зарегистрировано в депозитарии НИТУ «МИСИС» № 10-732-2021 ОИС от 02 июля 2021 г.

Публикации в материалах научно-технических конференций:

1. **Агеев М.И.**, Демченко А.И., Снижко О.А., Руденко Д.О., Андрейко А.И., Санин В.В., Левашов Е.А. Опыт производства порошков жаропрочных никелевых сплавов методом газовой атомизации и компактных заготовок из них в условиях ООО «Гранком» - ПАО «Русполимет». В сборнике: Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, сварка. Сборник докладов 12-го Международного симпозиума. Минск, 2021. С. 120-125, ISBN: 978-985-08-2702-9.

2. Санин В.В., **Агеев М.И.**, Капланский Ю.Ю., Санин В.Н., Самохин А.В. Левашов Е.А. Получение узкофракционных порошков перспективных жаропрочных сплавов на основе моноалюминид никеля и их применение в технологиях ГИП и СЛС. В сборнике: Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, сварка. Сборник докладов 12-го Международного симпозиума. Минск, 2021. С. 113-118, ISBN: 978-985-08-2702-9.

3. Демченко А.И., Явтушенко П.М., Снижко О.А., Руденко Д.О., Андрейко А.И., **Агеев М.И.** Производство инструментальных заготовок из металлического порошка в условиях ООО «Гранком» - ПАО «Русполимет». В сборнике: Новые материалы и

технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, сварка. Сборник докладов 12-го Международного симпозиума. Минск, 2021. С. 168-177, ISBN: 978-985-08-2702-9.

4. **Агеев М.И.** Исследование режимов синтеза методом СВС-металлургии и последующей сфероидизации узкофракционного порошка интерметаллидного сплава. Сборник тезисов работ международной молодежной научной конференции XLVII Гагаринские чтения 2021. – М.: Издательство «Перо», 2021. – Мб. [Электронное издание]. С. 926, ISBN: 978-5-00189-126-0.

5. **Агеев М.И.**, Демченко А.И., Руденко Д.О., Андрейко А.И., Левашов Е.А. Опыт производства порошков жаропрочного никелевого сплава ВЖ159 методом газовой атомизации и компактных заготовок из них в условиях ООО «Гранком» - ПАО «Русполимет». Тезисы докладов Международной научной конференции «Современные материалы и передовые производственные технологии», Санкт-Петербург, Россия, 21-23 сентября 2021, с. 26-27, ISBN: 978-5-7422-7586-2.

6. Санин В.В., **Агеев М.И.**, Левашов Е.А. Механизм окисления сплавов на основе NiAl, полученных методом центробежной СВС-металлургии. Сборник тезисов Девятой Международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», Москва, НИТУ «МИСиС», 22-26.11.2021, с. 151, ISBN 978-5-907227-96-5.

7. Левашов Е.А., Капланский Ю.Ю., **Агеев М.И.**, Санин В.В., Башкиров Е.А. Структура и свойства жаропрочных никелевых сплавов на основе моноалюминиды никеля и их применение в аддитивных технологиях. Сборник тезисов Девятой Международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», Москва, НИТУ «МИСиС», 22-26.11.2021, с. 111, ISBN 978-5-907227-96-5.

8. **Агеев М.И.**, Пацера Е.И., Левашов Е.А. Применение методов механической обработки порошков для овализации и уменьшения доли сателлитов // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: материалы 15-й Международной научно-технической конференции, посвященной, Минск, 14–16 сентября 2022 года. – Минск: Беларуская навука, 2022. – С. 142-144, ISBN: 978-985-08-2851-4.

9. Левашов Е.А., Погожев Ю.С., Потанин А.Ю., Курбаткина В.В., Пацера Е.И., Астапов А.Н., Капланский Ю.Ю., Санин В.В., **Агеев М.И.** Перспективные материалы для высокотемпературных областей применения (обзор) // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: материалы 15-й Международной научно-технической конференции, посвященной, Минск,

14–16 сентября 2022 года. – Минск: Беларуская навука, 2022. – С. 43-45, ISBN: 978-985-08-2851-4.

10. Санін В.В., **Агеев М.И.**, Левашов Е.А. Кинетика и механизм окисления жаропрочных никелевых сплавов // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: материалы 15-й Международной научно-технической конференции, посвященной, Минск, 14–16 сентября 2022 года. – Минск: Беларуская навука, 2022. – С. 311-315, ISBN: 978-985-08-2851-4.