

Федеральное государственное автономное учреждение высшего образования  
«Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Капланский Юрий Юрьевич

ПОЛУЧЕНИЕ УЗКОФРАКЦИОННЫХ СФЕРИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ЖАРОПРОЧНЫХ  
СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИДА НИКЕЛЯ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В  
ТЕХНОЛОГИИ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

Специальность 05.16.06

Порошковая металлургия и композиционные материалы

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:

Доктор технических наук, профессор

Е. А. Левашов

Москва, 2020

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность работы.

Переход от жаропрочных сталей к никелевым суперсплавам в производстве сопловых и роторных лопаток ступеней среднего и высокого давления для газотурбинных установок наземного и воздушного применения позволил повысить степень сжатия компрессора до 35:1 и температуру сгорания воздушно-газовой смеси на входе в турбину с 1173 до 1700 К, что снизило выбросы  $\text{NO}_x$  и увеличило тепловую эффективность с 29 до 44 % в простом цикле. Данный эффект создает предпосылки дальнейшего повышения температуры энергоносителя в турбинных установках и обуславливает необходимость создания принципиально новых жаропрочных сплавов, способных заменить используемые высоколегированные никелевые суперсплавы.

В качестве альтернативы никелевым суперсплавам рассматриваются легкие интерметаллические сплавы на основе моноалюминиды никеля ( $\text{NiAl}$ ) с рабочей температурой до 1000 °С. Данные материалы обладают превосходной теплопроводностью ( $\lambda \approx 50\text{-}90 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$ ), относительно низкой плотностью ( $<6,5 \text{ г}/\text{см}^3$ ), высокой температурной стабильностью и стойкостью к окислению. Применение указанного класса жаропрочных сплавов для деталей и узлов горячего тракта газотурбинных установок в перспективе приведет к уменьшению выбросов парниковых газов, повышению тепловой эффективности и удельной мощности, снижению центробежных нагрузок и момента инерции ротора. Тем не менее, промышленное применение большинства литых  $\text{NiAl}$ -сплавов ограничено их низкой пластичностью и трещиностойкостью при нормальных условиях.

В последние годы предложены различные составы и способы производства литых жаропрочных сплавов на основе  $\text{NiAl}$  с улучшенными эксплуатационными свойствами, что достигается путем уменьшения размера структурных составляющих и формирования иерархических многоуровневых структур с упорядоченным распределением упрочняющих выделений, в том числе Гейслера и Лавеса. Из литературы известна высокая эффективность легирования  $\text{NiAl}$ -сплавов хромом в количестве до 30 ат. % для повышения пластичности и трещиностойкости за счет формирования гетерофазных эвтектических структур с характерными выделениями вдоль границ зерен избыточной вязкой фазы типа  $\text{Cr}(\text{Mo}/\text{Co})$ , препятствующей транскристаллитному разрушению под воздействием внешних напряжений. Однако литейные технологии зачастую приводят к формированию грубой дендритной структуры зерен  $\text{NiAl}$ , появлению дефектов роста и ликвации, что значительно снижает пластичность и ударную вязкость, делая материал

восприимчивым к зарождению и распространению микротрещин. Это исключает использование фрезерной обработки литых деталей для соблюдения необходимых допусков, и тем самым, ограничивает применение традиционных литейных технологий.

Одним из перспективных методов получения высоколегированных жаропрочных NiAl-сплавов в виде литых полуфабрикатов и порошков является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС). Данный метод позволяет синтезировать химически однородные соединения и композиты при высокой энергоэффективности и относительно низкой себестоимости продукта. С использованием методов СВС получен широкий спектр in-situ дисперсионно-упрочненных карбидами, оксидами и нитридами жаропрочных сплавов в системах NiAl-WC, NiAl-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и NiAl-AlN, обладающих повышенным сопротивлением высокотемпературной ползучести при температурах более 1273 К. Тем не менее, синтезированные сплавы имели недостаточную пластичность при нормальных условиях и, как следствие, низкую технологичность.

Осуществить технологический прорыв в промышленном освоении новых жаропрочных сплавов для нужд энергетики и авиационной техники позволяют современные аддитивные технологии (селективное лазерное сплавление, селективное электронно-лучевое сплавление) и горячее изостатическое прессование при использовании узкофракционных сферических порошков. Поэтому разработка технологий получения сферических порошков из перспективных NiAl- сплавов и передовых производственных технологий послойного синтеза изделий сложной геометрии является актуальной научно-технической задачей, решение которой позволит реализовать промышленный потенциал интерметаллидных материалов для теплонагруженных элементов газотурбинных установок и значительно расширить номенклатуру жаропрочных порошковых сплавов.

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

- Соглашение о предоставлении субсидии № 14.578.21.0260 от «26» сентября 2017 г. в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы» по теме: «Разработка функциональных металлических сферических микропорошков из материалов нового поколения для получения деталей сложной формы с использованием аддитивных технологий».

- 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», 2019-2022.

- Проект № 0718-2020-0034 «Разработка иерархически структурированных дискретно-армированных и дисперсно-упрочненных термостабильных материалов для теплонагруженных узлов перспективной ракетно-космической техники», выполняемых коллективами научных лабораторий образовательных организаций высшего образования в рамках государственного задания Минобрнауки России в сфере науки по созданию лаборатории «In situ диагностики структурных превращений».

**Целью работы является** разработка эффективных способов получения сферических узкофракционных порошков жаропрочных сплавов на основе моноалюминида никеля с иерархической структурой и их апробация в технологии селективного лазерного сплавления (СЛС).

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

1. Получение с помощью технологии плазменного центробежного распыления электродов в стальной оболочке двух типов сферических порошков: из композиционного сплава с пластичной (Fe, Ni)Al матрицей и из иерархически-структурированного сплава CompoNiAl-M5-3 состава NiAl-12Cr-6Co-0,25Hf (ат. %).

2. Изучение влияния параметров процессов горячего изостатического прессования (ГИП) и СЛС при использовании сферических композиционных и интерметаллидных порошков на микроструктуру и механические свойства компактных материалов.

3. In-situ исследования методами просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМ ВР) и дифракции электронов процессов нуклеации упрочняющих фаз и эволюции структуры при нагреве исследуемых материалов.

4. Исследование влияния термической обработки на структуру и деформационное поведение сплавов при испытаниях на высокотемпературную ползучесть. Экспериментально-расчетная оценка действующих механизмов деформации и рабочих температур эксплуатации сплавов. Разработка практических рекомендаций по применению порошков в технологиях ГИП и СЛС.

5. Исследование влияния режимов смешивания и механического активирования (МА) на масштаб гетерогенности реакционной смеси порошков из расчета образования сплава CompoNiAl-M5-3 и на химическую однородность продуктов СВС.

6. Отработка режимов механического измельчения продуктов синтеза и воздушной классификации, обеспечивающих получение химически однородного микропорошка заданного состава с распределением частиц по размерам в диапазоне 20-45 мкм.

7. Разработка оптимальных параметров процесса сфероидизации синтезированного узкофракционного порошка в потоке термической плазмы для его последующего применения в технологии СЛС. Исследование состава, структуры и свойств порошка.

8. Исследование влияния параметров процесса СЛС на пористость, шероховатость поверхности и микроструктуру компактного материала. Получение моделей роторной лопатки турбины высокого давления и анализ внутренних дефектов методом рентгеновской микрокомпьютерной томографии (МКТ).

9. Изучение влияния параметров процесса ГИП и термической обработки на микроструктуру и термомеханические свойства СЛС- материала. Оценка доминирующего механизма пластического течения и рабочей температуры изделий. Выдача рекомендаций по применению в технологии СЛС сферических порошков  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$ .

### **Научная новизна**

1. Установлены два механизма формирования в сплаве  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$  выделений упрочняющих наночастиц  $\alpha\text{-Cr}$ : (1) гомогенная нуклеация и рост зон Гинье-Престона из пересыщенного твердого раствора по механизму спинодального превращения в интервале температур 250-450 °С; (2) гетерогенная нуклеация и рост нанокристаллитов на дислокационных петлях в интервале 750 – 850 °С.

2. Установлен эффект уменьшения скорости деформации, увеличения сопротивления ползучести в интервале температур 773-1073 К, двукратного роста показателей пластичности и прочности при комнатной температуре при переходе от литейных технологий получения сплава  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$  к ГИП узкофракционных сферических порошков в результате уменьшения на порядок размера зерен и формирования иерархической многоуровневой структуры с упорядоченным распределением дисперсных выделений  $\alpha\text{-Cr}$  в матрице и фазы Гейслера состава  $\text{Ni}_2\text{AlHf}$  вдоль межзеренных границ.

3. Показано, что термическая обработка жаропрочного сплава  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$ , полученного по технологии ГИП из порошка размером 110-180 мкм, увеличивает пластичность при комнатной температуре на 56 % и сопротивление вязкопластическому течению более, чем на 100 МПа при 973 К, в результате уменьшения на порядок размера когерентных выделений избыточной  $\text{Fe}(\text{Cr})$  фазы, увеличения их объемной доли и образования частиц ТПУ  $\sigma\text{-FeCr}$  фазы по границах зерен.

4. Установлено, что одним из эффективных механизмов роста сопротивления ползучести в сплаве  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$  является ингибирование роста субзерен частицами  $\sigma$ -фазы и гафния вследствие закрепления матричных дислокаций на их границах. Обосновано возникновение пороговых напряжений при деформации сплава в результате

локального подъема дислокаций  $a/2[\bar{1}11]$  над высокодисперсными когерентными выделениями избыточной фазы.

5. Установлено, что ГИП обработка сложнопрофильных СЛС изделий приводит к смене доминирующего механизма вязкопластического течения путем скольжения дислокаций на их переползание, что увеличивает рабочую температуру на 80-85 °С за счет устранения текстуры роста зерен и выделения высокодисперсных частиц избыточной  $\alpha$ -Cr фазы.

### **Практическая значимость**

1. Разработан способ получения узкофракционных сферических порошков регламентированного фракционного состава из жаропрочных иерархически-структурированных сплавов на основе алюминидов никеля, патент РФ № 2681022 от 26.06.2018, Бюллетень изобретения № 7 от 01.03.2019.

2. Установлены оптимальные технологические режимы СЛС, обеспечивающие воспроизводимое построение сложнопрофильных моделей роторной лопатки турбины высокого давления из сплава CompoNiAl-M5-3 с минимальной остаточной пористостью и отсутствием микротрещин. В депозитарии НИТУ «МИСиС» зарегистрировано ноу-хау № 05-340-2018 от 19 июля 2018 г «Технологический процесс изготовления методом селективного лазерного сплавления (СЛС) изделий сложной формы из узкофракционных сферических порошков жаропрочного никелевого сплава на основе моноалюминидов никеля». Результаты интеллектуальной деятельности переданы по лицензионным договорам промышленному партнеру АО «Полема» для промышленного освоения и коммерциализации.

3. Получен новый сплав  $Ni_{27}Fe_{26}Al_{32}Cr_{10}Co_5$  дисперсионно-твердеющего типа для ответственных деталей паровых турбинных установок с повышенной на 200 К рабочей температурой (973 К при нагрузке 100 МПа) по сравнению с жаропрочными мартенситными 9-12 %Cr сталями X22CrMoV 12 1 и X18CrMoVNbV 91.

4. Во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» зарегистрированы технологические условия ТУ 24.45.30-041-11301236-2020 «Узкофракционные СВС-порошки из жаропрочных сплавов на основе моноалюминидов никеля». Разработана технологическая инструкция ТИ 48-11301236-2019 на процесс изготовления узкофракционных СВС-порошков из сплавов на основе моноалюминидов никеля.

5. В АО «Композит» (г. Королев) проведены испытания моделей роторной лопатки турбины высокого давления из сплава CompoNiAl-M5-3, изготовленных методом СЛС, на соответствие геометрических размеров, механических и теплофизических свойств, остаточной пористости. По результатам испытаний составлен Акт № 0111-258. Учитывая общий уровень механических характеристик, в сочетании с улучшенными физическими

свойствами и пониженной плотностью, разработанный материал может быть рекомендован для изготовления теплонагруженных изделий, в том числе сопловых лопаток двигательных установок, камер сгорания и других изделий ракетно-космической техники.

**Теоретическую значимость** имеет экспериментально подтвержденная и теоретически обоснованная доминантная роль механизма локального подъема дислокаций над высокодисперсными когерентными выделениями избыточной фазы при деформации ползучести сплава  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_6$ , а также предложенная регрессионная модель ползучести, позволяющая спрогнозировать скорость деформации и рабочую температуру сплава в зависимости от приложенного напряжения.

### **Достоверность полученных результатов**

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

### **Апробация работы**

Основные результаты и положения диссертации докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях: 15 Международный симпозиум по самораспространяющемуся высокотемпературному синтезу (СВС-2019, Россия, Москва, 16-20 сентября 2019); 13-ая международная научно-техническая конференция «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка» (НОМАТЕХ-2018, Беларусь, Минск, 16–18 мая 2018); VII Международная конференция "Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества" (ФНМ2018, Россия, Суздаль, 1-5 октября 2018); Международная научная конференция «Современные материалы и передовые производственные технологии» (СМПШТ-2019, Санкт- Россия, Петербург, 25-28 июня 2019); 11-й Международный симпозиум «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы, сварка» (Беларусь, Минск, 10-12 апреля 2019); Восьмая Международная конференция «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» (Россия, Москва, 5-8 ноября 2019); VIII Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (Россия, Москва, 19-22 ноября 2019); VII Всероссийской конференции по наноматериалам «НАНО-2020» (Россия, Москва, 18-22 мая 2020)

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

1. Взаимосвязь структуры и термомеханического поведения при испытаниях на осадку и высокотемпературную ползучесть жаропрочных сплавов  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$  и  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$ , полученных с помощью ГИП и СЛС из сферических порошков дисперсностью менее 180 мкм.

2. Закономерности влияния режимов термической обработки сплава  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$  на эволюцию структуры, термомеханическое поведение и механизмы упругого взаимодействия между когерентными наноразмерными выделениями избыточной фазы и подвижными матричными дислокациями, контролирующими скорость вязкопластического течения.

3. Технологические режимы механического активирования реакционных смесей для получения методом СВС сплава  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$ , измельчения и классификации порошков и их последующей сфероидизации в потоке термической плазмы, обеспечивающие получение химически однородных порошковых материалов для технологий СЛС.

4. Технологические особенности лазерного синтеза моделей роторной лопатки турбины высокого давления при использовании сфероидизированного узкофракционного порошка жаропрочного сплава  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$ .

5. Результаты комплексных исследований влияния режимов постобработки на структуру и термомеханические свойства СЛС-моделей роторной лопатки при испытаниях на осадку и высокотемпературную ползучесть в интервале температур 873-1373 К.

## **Публикации**

По материалам диссертации имеется 22 публикации, в том числе 7 статей в журналах из перечня ВАК и входящих в базы данных Scopus, Web of Science, 13 тезисов докладов в сборниках трудов международных конференций, 1 “Ноу-хау” зарегистрировано в депозитарии НИТУ «МИСиС» и 1 патент Российской Федерации.

## **Структура и объем работы**

Диссертационная работа состоит из введения, 7 глав, общих выводов, списка использованных источников и 8 приложений. Диссертация изложена на 252 страницах, содержит 34 таблицы, 125 рисунков. Список использованной литературы содержит 229 источников.



## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** описана актуальность проблемы, сформулированы основные задачи, обоснована ее научная новизна и практическая значимость.

**В первой главе** проведен анализ научно-технической литературы, в котором рассмотрены способы получения и термомеханические свойства поликристаллического моноалюминида никеля. Показано, что NiAl представляет промышленный интерес при создании нового класса легких жаропрочных сплавов для различных технических применений, в частности, для теплонагруженных деталей паровых и газовых турбин с целью повышения их тепловой эффективности, уменьшения удельного веса и выбросов парниковых газов. Однако промышленное применение NiAl ограничено его высокой хрупкостью. Проведен анализ влияния легирующих добавок и производственных технологий на однородность структуры и уровень механических свойств перспективных NiAl сплавов. Показана возможность повышения пластичности и высокотемпературной прочности поликристаллического NiAl при формировании мелкозернистой (<20 мкм) гетерофазной структуры с упрочняющей вязкой фазой. Легирование NiAl тугоплавкими элементами Mo, Cr, Hf, Nb и Ti способствует одновременному росту пластичности и сопротивления ползучести в результате упрочнения матрицы высокодисперсными выделениями фаз Гейслера и Лавеса.

Рассмотрены ключевые аспекты теорий деформации ползучести жаропрочных дисперсионно-твердеющих сплавов для определения регрессионных моделей, достоверно описывающих скорость ползучести материала, и оценки доминирующих механизмов вязкопластического течения.

Анализ влияния производственных литейных технологий на однородность структуры и уровень механических свойств перспективных сплавов на основе NiAl показал перспективность применения методов ГИП и СЛС в промышленном освоении жаропрочных сплавов на основе NiAl для нужд энергетики и авиационно-космической техники.

Проведен обзор аддитивных производственных процессов СЛС. Показано, что синтезированные материалы обладают мелкозернистой структурой и высокой химической однородностью, благодаря быстрой кристаллизации расплава, что положительно влияет на свойства материала. Особенностью процесса лазерного синтеза является кристаллографическая текстура и эпитаксиальный рост кристаллов вдоль оси z по причине высокого температурного градиента, что обуславливает анизотропию механических свойств в разных сечениях. Показан положительный эффект применения операций отжига и ГИП на стабилизацию микроструктуры и устранение анизотропии прочности и пластичности в СЛС- деталях.

Проведен обзор способов получения узкофракционных сферических порошков на основе NiAl для технологии СЛС. Показано, что одним из эффективных способов получения порошков дисперсностью 20-45 мкм является сфероидизация в потоке термической плазмы. Анализ показал перспективность метода МА СВС для производства химически однородных порошков при сравнительно низкой себестоимости продукта.

Из анализа литературы выбрана технологическая схема получения сферических порошков фракции 20-45 мкм из сплава на основе NiAl, включающая МА СВС из элементов с получением пористых спеков, их переработку до состояния порошка и последующую плазменную сфероидизацию. Универсальность технологии позволяет получать сферические порошки из высоколегированных сплавов различного гранулометрического состава, в том числе субмикронные для аддитивных и МІМ технологий.

В работе также использована вторая технология получения двух типов сферических порошков дисперсностью менее 180 мкм (композиционных и интерметаллидных) с помощью плазменного центробежного распыления электродов в стальной оболочке. Данный способ выбран, как один из перспективных для получения высококачественных сферических порошков из оксидного сырья, применяемых в производстве деталей с помощью горячего изостатического прессования.

По результатам обзора в качестве основного объекта исследований и получения сферического узкофракционного порошка для горячего изостатического прессования и СЛС выбран иерархически-структурированный сплав CompoNiAl-M5-3, обладающий высоким потенциалом улучшения свойств в интервале температур 298 – 1173 К путем оптимизации микроструктуры.

**Во второй главе** дано описание используемых в работе материалов, методик исследования и оборудования. В зависимости от технологии получения сферических порошков в качестве исходных материалов использовали промышленно выпускаемые в Российской Федерации высокочистые порошки никеля ПНК-УТЗ (ГОСТ 9722-97), алюминия ПА-4 (ГОСТ 6058-73), хрома ПМ-ЭРХ-0 (ТУ 14-22-164-2002), кобальта ПК-1у (ГОСТ 9721-79), гафния ГФМ-2 (ТУ 48-4-176-85-97), оксида никеля ОСЧ 8-2 (ТУ 6-09-02-439-87), оксида хрома ЧДА (ТУ 6-09-4272-84), оксида кобальта ЧДА (ГОСТ 4467-79), прутки гафния ГФИ-1 (ТУ 48-4-502-88) и функциональные добавки гексафтороалюмината натрия КА (ГОСТ 10561-80) и оксида алюминия 25А (ГОСТ 28818-90).

Ранее апробированный процесс получения сферических порошков включает операции синтеза литого полуфабриката из оксидного сырья с применением центробежной СВС-металлургии, вакуумно-индукционный переплав (ВИП) полуфабрикатов с отливкой

длинномерных электродов в стальной трубе и последующее плазменное центробежное распыление (ПЦР) электродов.

Механически активированные смеси реагентов (NiO, Al, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Hf) и функциональных добавок (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>) проводили в планетарной центробежной мельнице (ПЦМ) «Активатор-4М» при центробежном ускорении 150g в течение 20 мин. Синтез литого полуфабриката проводили в цилиндрическом графитовом тигле диаметром 80 мм на радиальной центробежной машине при значении перегрузки – 50±5g. В результате были получены химически однородные слитки сплава CompoNiAl-M5-3 массой 300-400 г. Бездефектные электроды ( $d = 72$  мм,  $l = 650$  мм) в стальной оболочке изготовлены путем переплава СВС- полуфабрикатов в ВИП марки ВИПИ-5-18 с разливкой расплава в предварительно нагретый до 700 °С трубчатый кристаллизатор из Ст3, установленный в графитовой изложнице. Стальная оболочка обеспечила необходимую прочность литых электродов при ПЦР. Изготовленные электроды подвергали распылению в среде аргона на установке УЦРТ-6 при частоте вращения 17000 мин<sup>-1</sup>. Сферические порошки разделяли с помощью магнитной сепарации на интерметаллидные (немагнитные) и железосодержащие порошки. Сферические порошки классифицировали методом ситового анализа по ГОСТ 18318-94 с выделением фракций дисперсностью до 180 мкм.

Разработка эффективного способа получения сферических порошков дисперсностью 20-45 мкм включала эксперименты по оптимизации режимов МА СВС смеси реагентов, измельчения продуктов синтеза, классификации и сфероидизации порошка в потоке термической плазмы. Параметрические исследования процесса МА реакционной смеси реагентов (Ni, Al, Cr, Co, Hf) проводили с использованием шаровой валковой мельницы (ШВМ) марки «WiseMix SBML» и ПЦМ марок «Pulverisette 5/2», «МПП-1» и «Активатор-4М». Отличительной особенностью МА в ПЦМ «Активатор-4М» и ШВМ являлось применение аргона в качестве инертной среды. Смеси в ШВМ готовили по схеме с предварительным МА порошков хрома и гафния в ПЦМ «Активатор-4М» для увеличения их удельной поверхности.

Реакционные смеси формовали в стальных цилиндрических пресс-формах с внутренним диаметром 35 и 78 мм на гидравлическом прессе ДА-1532Б для получения прессовок с пористостью ~40 %. Синтез из элементов проводили в режиме послойного горения на промышленном реакторе марки СВС-30 в среде аргона. Пористые спеки подвергали размолу в щековой дробилке VEB LKS5 и ПЦМ «Активатор-4М» с последующей воздушной классификацией на установке центробежного типа Гольф-2 для получения порошка фракции 20-45 мкм. Эксперименты по оптимизации параметров сфероидизации проводили на промышленной индукционно-плазменной установке ТЕКSPHERO 200 (Tekna Plasma Systems Inc., Канада) Гранулометрический состав

порошков определяли методом дифракции лазерного луча в жидкости по ASTM B822 - 17 на приборе ANALYSETTE 22 MicroTec plus. Химический состав порошков определяли по методу масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС) на квадрупольном спектрометре iCAP RQ. Текучесть порошков измеряли по ASTM-B213 2017 с помощью расходомера Холла с диаметром отверстия 2,5 мм. Насыпная плотность измерялась в соответствии с ИСО 3923-1: 2018. Содержание примесей кислорода и азота измеряли по методу восстановительного плавления по ASTM E1019 - 18 на приборе Leco TC-600.

Компактные образцы получали с помощью ГИП в формообразующей оснастке на газостате HIRP-70/150-200-1300 при давлении газа в рабочей камере – 145 МПа и температуре изотермической выдержки – 1250 °С.

Процесс лазерного синтеза на подложке проводили на СЛС- машине SLM 280HL (SLM Solution, Германия) с одним YLR-волоконным лазером номинальной мощностью 400 Вт. При использовании композиционного порошка сплава  $Ni_{27}Fe_{26}Al_{32}Cr_{10}Co_5$  фракции 110-180 мкм варьировали мощность лазера ( $P$ ) и скорость сканирования ( $v$ ) в интервалах 200 – 325 Вт и 250 – 600 мм/сек. Постоянные параметры: толщина порошкового слоя  $t = 0,16$  мм, интервал сканирования  $h = 0,12$  мм, диаметр пятна лазерного луча  $d = 0,08$  мм.

Параметры лазерного синтеза моделей роторной лопатки турбины при использовании сфероидизированного порошка (20-45 мкм) из сплава CompoNiAl-M5-3 оптимизировали по мощности лазера и скорости сканирования в интервалах 175 – 330 Вт и 200 – 500 мм/с. Постоянные параметры:  $t = 0,05$  мм;  $h = 0,11$  мм;  $d = 0,08$  мм, нагрев подложки до 100 °С. Совокупность влияния технологических параметров СЛС на свойства компактного материала оценивали через показатель объемной плотности энергии лазерного луча,  $VED = P/(v \cdot h \cdot t \cdot d)$ , [Дж/мм<sup>3</sup>]. В ходе экспериментов применяли стратегию двунаправленного сканирования – 90° шахматная доска с поворотом на 20°.

Взаимосвязь микроструктуры и способов получения исследуемых сплавов изучали на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) модель S-3400N фирмы "Hitachi", оснащенном энергодисперсионным спектрометром NORAN System 7 X-ray Microanalysis System.

Кристаллическую структуру сплавов изучали на просвечивающем электронном микроскопе высокого разрешения (ПЭМ ВР) и дифракции электронного луча на многоцелевом аналитическом электронном микроскопе JEM-2100 (Jeol, Япония). Фольги изготавливали методом ионного травления на прецизионной установке двухлучевого ионного травления PIPS II System (Gatan, Inc., США).

Пористость и плотность компактных образцов из исследуемых жаропрочных сплавов определяли методом гидростатического взвешивания по ГОСТ 25281-82.

Анализ распределения дефектов (закрытой пористости) в объеме трехмерных физических объектов, полученных путем лазерного синтеза на подложке из сферических порошков, проводили методом микрокомпьютерной томографии по ASTM E1441 - 19 с использованием рентгеновского томографа ХТ Н 225 ST Nikon Metrology (Nikon, Япония). Термомеханическое поведение в интервале 500 – 1100 °С при испытаниях на осадку и высокотемпературную ползучесть изучали в вакууме  $\sim 10^{-3}$  Па на испытательном комплексе Gleeble System 3800 (Dynamic Systems Inc., США).

В третьей главе представлены результаты исследований влияния структуры на термомеханическое поведение сплавов  $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}\text{Al}$ -М5-3 и  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$ , полученных из распыленных порошков с помощью ГИП и СЛС. Порошки имели идеальную сферическую форму (фактор неравноосности композиционного порошка  $\Phi_n = 1,05 \pm 0,02$  и интерметаллидного  $1,027 \pm 0,03$ ), сателлиты отсутствовали (Рисунок 1 (а, в)). Текучесть и насыпная плотность интерметаллидного порошка дисперсностью 40-160 мкм ( $D_{50} = 114$  мкм) составляли 28 с и  $4,0 \text{ г/см}^3$ , композиционного (110-180 мкм,  $D_{50} = 142$  мкм) – 25 с и  $4,2 \text{ г/см}^3$ , соответственно. Химический анализ показал, что состав интерметаллидного порошка соответствует сплаву  $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}\text{Al}$ -М5-3; композиционного – составу  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$  с малой ( $\sim 0,1$  ат. %) добавкой гафния. Концентрация примесей кислорода и азота в порошках не превышала 0,0074 и 0,00061 масс. %, соответственно.

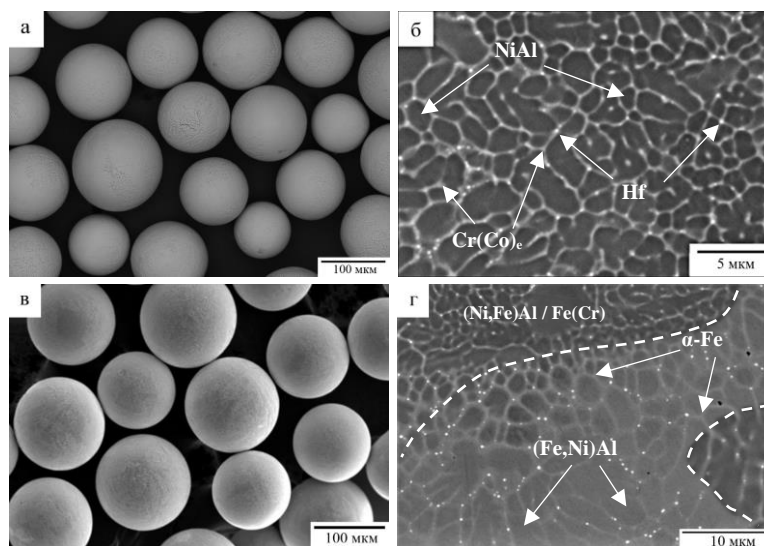


Рисунок 1 – Морфология и микроструктура ПЦР- порошков: интерметаллидного (а, б) и композиционного (в, г)

Интерметаллидный порошок имел характерную дендритную структуру зерен NiAl с тонкими (400-500 нм) прослойками вырожденной  $\text{Cr}(\text{Co})_\epsilon$  эвтектики, образованную в неравновесных условиях кристаллизации капель расплава при ПЦР электрода (Рисунок 1б). В  $\text{Cr}(\text{Co})_\epsilon$  фазе выделялись частицы гафния ( $\leq 150$  нм) в результате перекристаллизация

через жидкую фазу. Независимо от скорости кристаллизации капли, а также скорости вращения электрода, композиционный порошок имел схожую структуру зерен и состоял из пластичной матрицы (Fe,Ni)Al с высоким (42 ат. %) содержанием Fe и включений (Ni,Fe)Al размером 20-80 мкм с долей растворенного Fe менее 5 ат. % (Рисунок 1г).

Сплав CompoNiAl-M5-3, полученный с помощью ГИП из центробежно-распыленного порошка дисперсностью 40-160 мкм, обладал повышенным уровнем механических свойств при нормальных условиях испытаний на осадку:  $E = 180 \pm 0,5$  ГПа;  $\sigma_b = 2420 \pm 96$  МПа  $\sigma_{0,2} = 1253 \pm 25$  МПа и  $\sigma_{тщ} = 960 \pm 12$  МПа,  $\varepsilon = 14,7 \pm 1$  % по сравнению с литым состоянием (ВИП- электроды:  $\sigma_b = 1720 \pm 100$  МПа,  $\varepsilon \approx 8$  %).

Литой сплав со средним размером дендритных ячеек 100 мкм и колоний 5 мм, имел пониженную пластичность и прочность. Напротив, ГИП сплав (рисунок 2 а, б) обладает однородной, мелкозернистой структурой, состоящей из темно-серых и серых зерен NiAl с равномерно распределенными выделениями  $\alpha$ -Cr и дисперсными включениями (белая фаза) гафния. Размер зерен NiAl матрицы находился в диапазоне 15 – 40 мкм. Наследования структуры порошка не наблюдалось, что обусловлено рекристаллизацией дендритных зерен и диффузионным перераспределением хрома в сплаве при температуре консолидации 1250 °С. Распределенные вдоль границ зерен крупные (2 – 5 мкм) включения  $\alpha$ -Cr неправильной формы были образованы в результате сегрегации вырожденной Cr(Co)<sub>e</sub> эвтектики. Округлые выделения  $\alpha$ -Cr (<1 мкм) в объеме зерен образовывались при распаде пересыщенного твердого раствора хрома в NiAl. Наноразмерные (100-500 нм) частицы Hf выделялись иррегулярно в крупных включениях  $\alpha$ -Cr.

Методами ПЭМ установлено наличие субзерен с высокодисперсными (~40 нм) когерентными зернами фазы  $\alpha$ -Cr (рисунок 2в). Когерентность подтверждается характерным деформационным контрастом Эш-Брауна и данными электронограмм с зоны скопления избыточных выделений (рисунок 2г). Вдоль субзеренных границ преимущественно выделялись некогерентные частицы хрома размером 250 нм по причине снижения свободной межфазной энергии при гетерогенном зародышеобразовании избыточной фазы на дефектах (рисунок 2 в, д).

Исходя из результатов структурных исследований, улучшение пластичности и прочности сплава CompoNiAl-M5-3 при переходе от литейных технологий к ГИП узкофракционных сферических порошков обусловлено уменьшением на порядок размера зерен и формированием иерархической трехуровневой структуры: 1й уровень – зерна NiAl размером менее 40 мкм с некогерентными микронными частицами  $\alpha$ -Cr вдоль межзеренных границ; 2й – упрочняющие субмикронные частицы  $\alpha$ -Cr и Hf внутри зерен NiAl; 3й – субзерна с когерентными высокодисперсными выделениями  $\alpha$ -Cr диаметром менее 45 нм.

Компактные образцы исследуемого сплава были испытаны на высокотемпературную ползучесть при напряжениях 150, 200, 250 и 300 МПа в интервале 600 – 925 °С для оценки рабочей температуры сплава (рисунок 3 а). Скорость ползучести аппроксимировали модифицированным уравнением Аррениуса. Установлено доминирующее действие одновременно двух механизмов накопления пластической деформации в сплаве: скольжение и переползание дислокаций, что подтверждено результатами оценки энергии активации ползучести  $Q_c = 320$  кДж/моль и степенного показателя напряжения матрицы  $n = 4,3$ . Скорость установившейся ползучести достоверно описана регрессионной моделью вида  $[\dot{\epsilon} = 1,60E-03 \cdot \sigma^{4,3} \cdot \exp(-320E+3/(8,31 \cdot T))]$ . С помощью предложенной модели спрогнозирована рабочая температура сплава (до 890 °С), при которой деформация ползучести за 100 000 часов при напряжении 100 МПа не превышает 1 %.

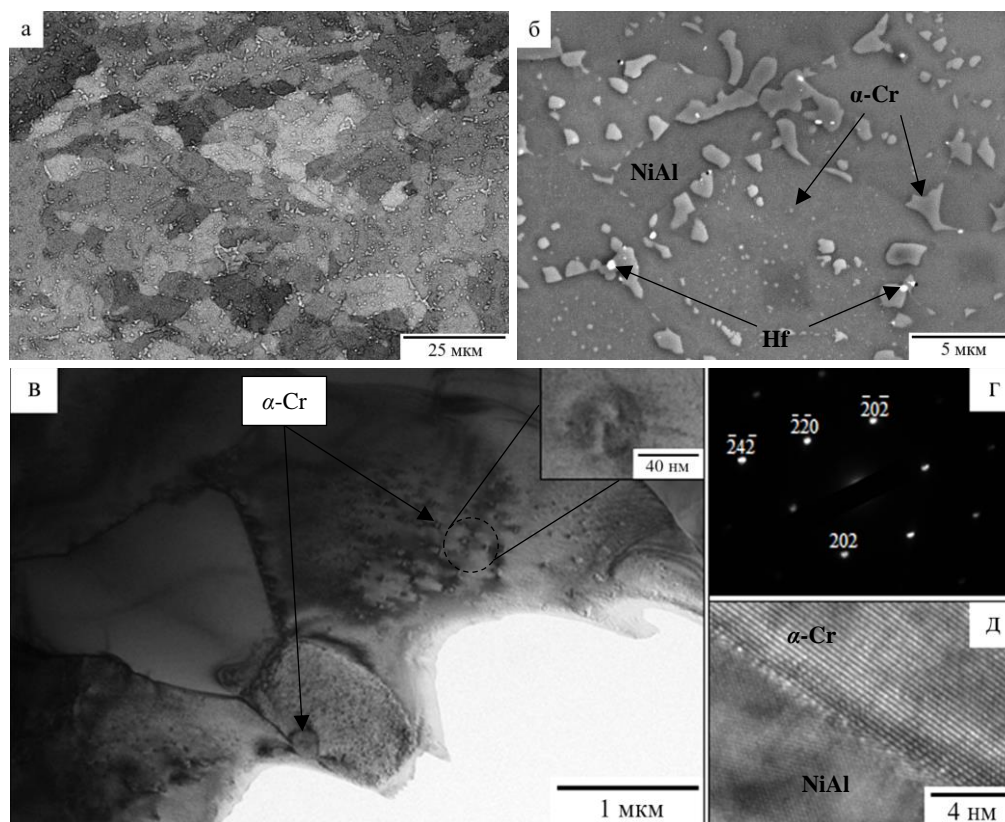


Рисунок 2 – Структура сплава Co<sub>90</sub>NiAl-M5-3 после ГИП: СЭМ микрофотографии (а, б); ПЭМ изображение тонкой структуры (в); электронограмма с границы раздела NiAl / α-Cr (г) и ПЭМ ВР структура частицы α-Cr на границе зерна

Установлены зависимости предела текучести сплава на осадку в интервале температур 700 – 1100 °С при различных скоростях деформации (рисунок 3 б). С ростом скорости деформации ( $d\epsilon/dt = 0,001 - 0,1$  с<sup>-1</sup>) при постоянной температуре наблюдается упрочнение сплава, обусловленное увеличением скорости образования линейных дефектов и ограниченным по времени процессом разупрочнения. Компактные образцы Co<sub>90</sub>NiAl-M5-3 значительно превосходят свойства Inconel 718 по уровню сопротивления пластической

деформации при 1000 °C и  $d\varepsilon/dt = 0,001 \text{ c}^{-1}$  ( $\sigma_{0.2} = 165 \text{ МПа}$  против 85 МПа). Установлен рост высокотемпературной прочности сплава  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$  на 100-110 МПа при 750 °C относительно литого состояния в результате уменьшения размера зерен и формирования иерархической структуры с упорядоченным распределением упрочняющих фаз.

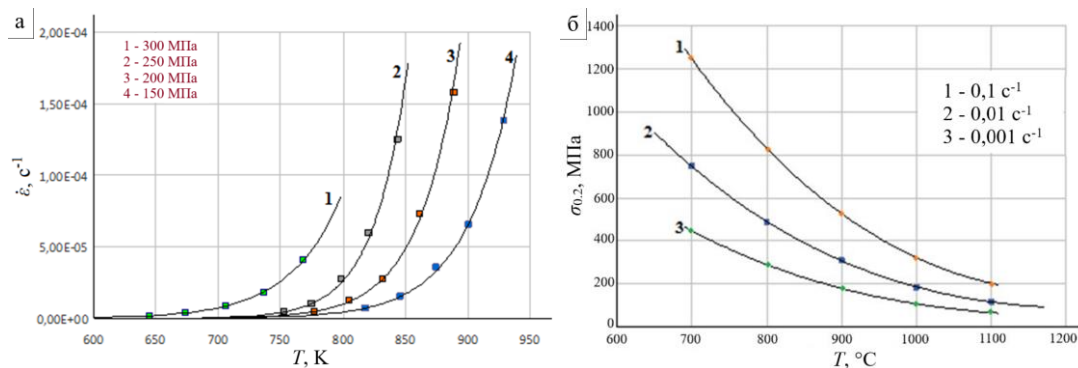


Рисунок 3 – Температурные зависимости скорости установившейся ползучести (а) и условного предела текучести (б)

В работе проведены *in-situ* исследования эволюции тонкой структуры сплава  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$  методами ПЭМ ВР при нагреве в колонне электронного микроскопа. В диапазоне 350 – 450 °C установлено гомогенное зарождение и рост зон Гинье-Престона (ГП) (предвыделений  $\alpha\text{-Cr}$ ) диаметром  $<5 \text{ нм}$  по механизму спинодального распада пересыщенного твердого раствора. Впервые продемонстрирована стадийность гетерогенного зародышеобразования ГП-зон на дефектах кристаллической структуры NiAl-сплавов (рисунок 4).

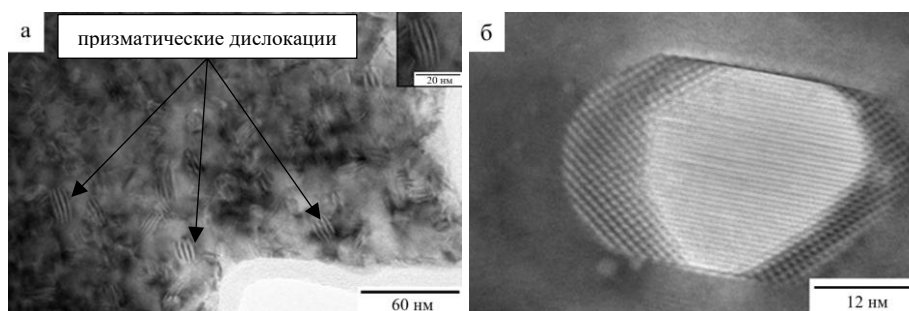


Рисунок 4 - Структурные особенности формирования нанокристаллитов хрома в сплаве  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$  при температурах: (а) 750 °C; (б) 850 °C

На первой стадии при нагреве фольги до 750 °C образуются дислокационные петли с дефектом упаковки призматического типа длиной 10 – 25 нм в результате коллапса дискообразных кластеров вакансий (рисунок 4а). Затем происходит зарождение на дислокационных петлях тонкопластинчатых ГП-зон в интервале 750–850 °C, что соответствует второй стадии. Завершающая стадия (~850 °C) – диффузионный рост



предвыделений и образование нанокристаллитов  $\alpha$ -Cr размером 20–50 нм (рисунок 4б). Изначально нанокристаллиты имели пластинчатую структуру, так как при этом энергия упругой деформации минимальна. Полученные результаты указывают на целесообразность проведения операции старения для сплавов типа CompoNiAl-M5-3 при 850 °С.

По технологии ГИП (1250 °С, 145 МПа) и последующей термической обработки по схеме закалка с 1150 °С в воду с последующим старением при 850 °С получен дисперсионно-твердеющий жаропрочный сплав Ni<sub>27</sub>Fe<sub>26</sub>Al<sub>32</sub>Cr<sub>10</sub>Co<sub>5</sub>. Рисунок 5 демонстрирует характерные особенности структуры полученного сплава. Установлено образование вдоль границ зерен (Ni,Fe)Al упрочняющих частиц (0,5-2,5 мкм) ТПУ  $\sigma$ -FeCr фазы (параметры ячейки:  $a = 8,528 \text{ \AA}$  и  $c = 4,686 \text{ \AA}$ ) состава Fe<sub>1.01</sub>Cr<sub>0.99</sub> (рисунок 5а). Наиболее вероятным механизмом образования  $\sigma$ -фазы является перестройка ОЦК кристаллической решетки  $\alpha$  феррита при диффузии атомов хрома. Старение сплава способствовало выделению в теле зерна когерентных высокодисперсных частиц (20-120 нм) избыточной  $\alpha$ -Fe(Cr) фазы ( $a = 2,828 \text{ \AA}$ ). Средний размер и объемная доля выделений вторичной  $\alpha$  фазы составляли порядка 87 нм и 32 %, соответственно. Выделения  $\alpha$ -Fe в состаренном сплаве имели сферическую форму, тогда как в ГИП- образцах данная фаза выделялась в виде субмикронных кубоидов вдоль (Ni, Fe)Al  $\langle 100 \rangle$ . Причиной изменения морфологии являлось снижение энергии когерентных деформаций с уменьшением их размера. В структуре были обнаружены наноразмерные (5-20 нм) выделения  $\alpha$  фазы (рисунок 5в, г). Кристаллическая структура матрицы характеризовалась высокой плотностью краевых дислокаций  $a/2[\bar{1}\bar{1}0]$  с одинаковыми экстраплоскостями, что подтверждает ОФТ- фильтрация кристаллической структуры (область А, рисунок 5 в). ПЭМ ВР изображение (рисунок 5г) демонстрирует наличие упругих деформаций от  $a/2\langle 101 \rangle$  дислокаций несоответствия на межфазной границе с наночастицей (<5 нм) Fe(Cr). Наличие полукогерентных границ может быть объяснено гетерогенным образованием выделений в зонах скопления дислокаций.

Сплав Ni<sub>27</sub>Fe<sub>26</sub>Al<sub>32</sub>Cr<sub>10</sub>Co<sub>5</sub> после старения показал повышенный уровень сопротивления деформации и превосходную пластичность для интерметаллидных сплавов:  $E = 150 \pm 3 \text{ ГПа}$ ,  $\sigma_b = 2325 \pm 55 \text{ МПа}$ ,  $\sigma_{0.2} = 1031 \pm 34 \text{ МПа}$  и  $\varepsilon = 25 \pm 0,8 \%$  по сравнению с исходным состоянием ( $\sigma_b = 1765 \pm 50 \text{ МПа}$ ,  $\sigma_{0.2} = 872 \pm 21 \text{ МПа}$  и  $\varepsilon = 16 \pm 0,8 \%$ ).

Из полученных данных следует, что в результате уменьшения размера когерентных выделений Fe(Cr), увеличения их объемной доли и образования частиц  $\sigma$ -FeCr фазы по границам зерен термическая обработка повышает предел прочности на 24 %, предел текучести на 18 % и пластичность на 56 %. Оптимизация структуры обеспечила высокий уровень термомеханических свойств при 750 °С и воздействии сжимающих напряжений:  $E = 92 \text{ ГПа}$ ;  $\sigma_{0.2} = 409 \text{ МПа}$ ;  $\sigma_b = 463 \text{ МПа}$  и  $\varepsilon = 44,9 \%$ .

Полученный сплав  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$  при одинаковых условиях испытаний ( $T_{\text{исп}} = 873 - 1373 \text{ K}$  and  $d\varepsilon/dt \approx 0,001, 0,01 \text{ c}^{-1}$ ) значительно превосходит по сопротивлению деформации промышленные жаропрочные стали: 42CrMo, 28CrMnMoV, 3Cr23Ni8Mn3N, FB2 и 15-5 PH, применяемые для теплонагруженных деталей турбин.

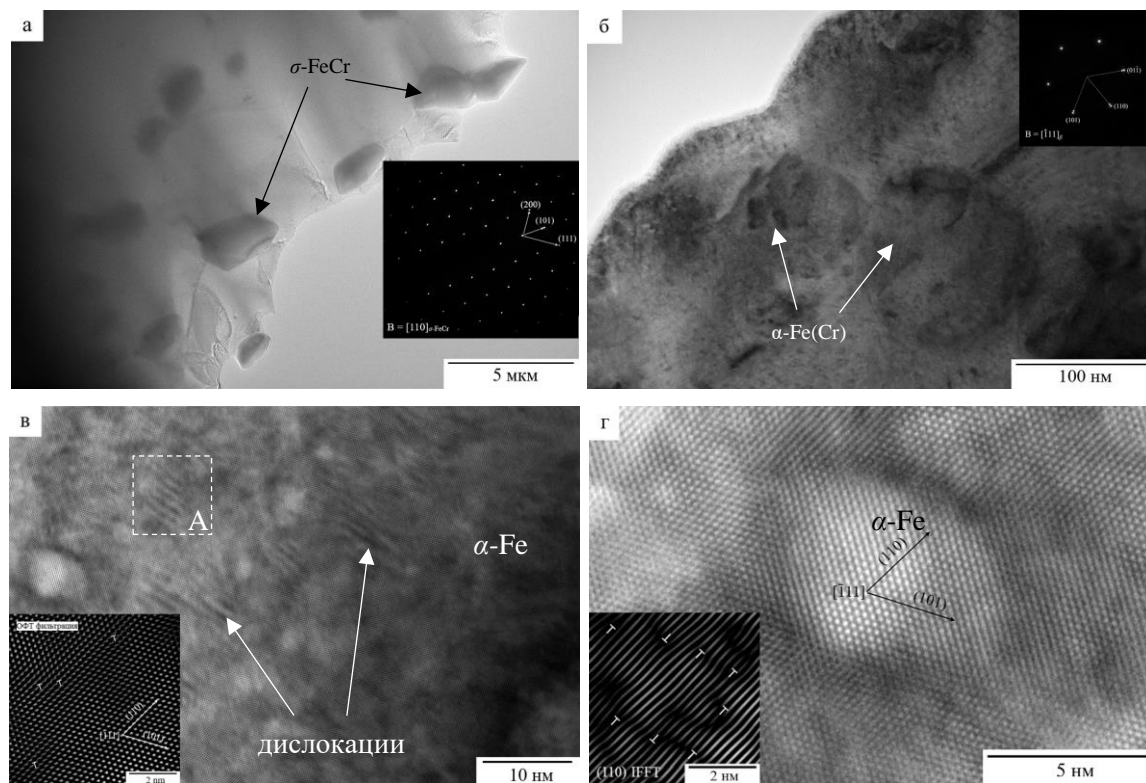


Рисунок 5 – ПЭМ изображение структуры состаренного сплава  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$  со вставкой электронограммы с  $[110]_{\sigma\text{-FeCr}}$  (а); ПЭМ изображение внутренней структуры зерна со вставкой электронограмма от когерентной частицы  $\alpha\text{-Fe}$  (б);  $[\bar{1}11]$  ПЭМ ВР изображение матрицы с нановыделениями  $\alpha$  фазы, окруженными дислокациями (в). ОФТ- фильтрация области, обозначенной буквой А, в виде вставки на рисунке 5(в). ПЭМ ВР изображение полукогерентной наночастицы  $\alpha\text{-Fe}$  с соответствующей вставкой ОФТ- фильтрации по плоскости  $(110)$  (б)

На рисунке 6 (а) показаны результаты испытаний сплава  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$  после старения на высокотемпературную ползучесть. Установлено, что деформация ползучести сплава ( $Q_c = 335 \text{ кДж/моль}$  при  $n = 8,2$ ) в интервале  $500\text{-}923 \text{ }^\circ\text{C}$  контролируется механизмом локального подъема матричных дислокаций над когерентными выделениями  $\alpha\text{-Fe}(\text{Cr})$ . Это подтверждено теоретическим расчетом критических напряжений для возможных механизмов деформации сплава, вызывающих пороговые напряжения при  $600, 700$  и  $800 \text{ }^\circ\text{C}$ , эквивалентные  $94, 70$  и  $33 \text{ МПа}$ , соответственно. Локальный подъем дислокации над когерентным выделением  $\alpha\text{-Fe}$  диаметром  $70 \text{ нм}$  показан на рисунке 6(б). Вблизи линии дислокации наблюдались поля упругих напряжений, приводящие к искажениям кристаллической решетки (рисунок 6в). Вставка ОФТ по плоскости  $(\bar{1}11)$  на рисунке 6(в) демонстрирует высокую (около  $3,51 \cdot 10^{11} \text{ м}^{-2}$ ) плотность краевых дислокаций  $a/2[\bar{1}11]$ ,

образованных экстраплоскостями преимущественно одного знака. При оцененной плотности дислокаций на напряжение течения сплава будет оказывать влияние их упругое взаимодействие, приводящее к торможению / замедлению подвижных дислокаций.

С использованием уравнения Аррениуса определена регрессионная модель ползучести [ $\dot{\epsilon} = 5,08E-8 \cdot \sigma^{8,3} \cdot \exp(-335E+3/(8,31 \cdot T))$ ], достоверно описывающая деформационное поведение сплава. Согласно расчетам, температурная область применения сплава ограничена 700 °С. Таким образом, предполагаемая рабочая температура сплава Ni<sub>27</sub>Fe<sub>26</sub>Al<sub>32</sub>Cr<sub>10</sub>Co<sub>5</sub> на 100-200 °С выше, чем у жаропрочных мартенситных 9-12 %Cr сталей (X22CrMoV 12 1, X18CrMoVNbV 91), что дает основание рекомендовать предложенный сплав к применению для теплонагруженных деталей паровых турбинных установок.

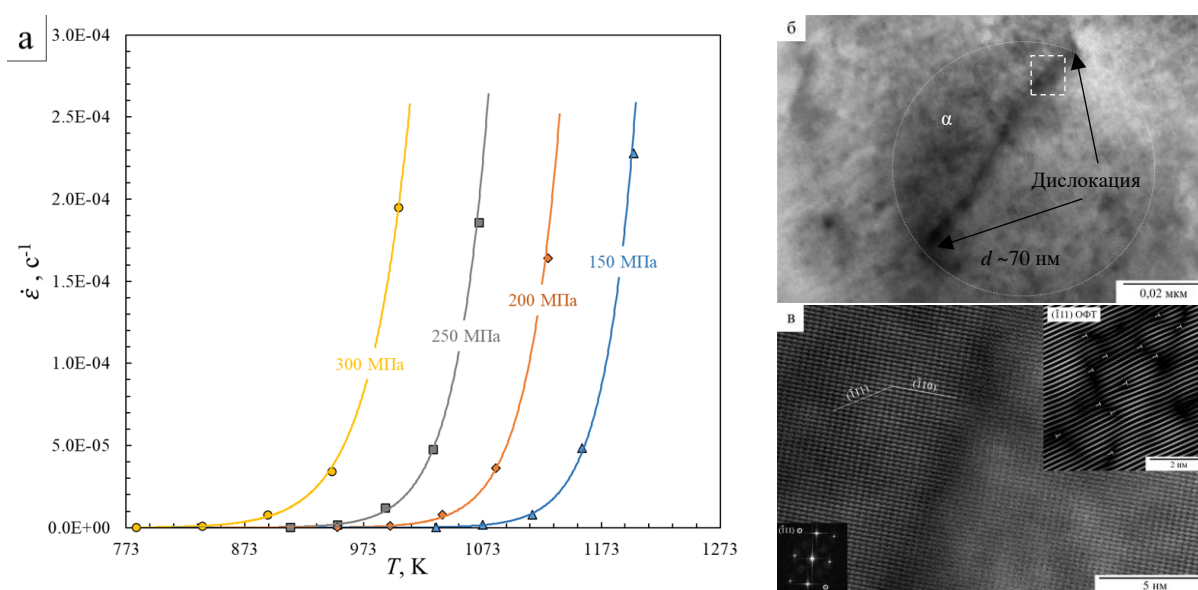


Рисунок 6 – Температурная зависимость скорости ползучести состаренного сплава Ni<sub>27</sub>Fe<sub>26</sub>Al<sub>32</sub>Cr<sub>10</sub>Co<sub>5</sub> (а). Взаимодействие дислокация-выделение по механизму переползания (б). ПЭМ ВР изображение фрагмента дислокации над выделением из области, обозначенной пунктирной линией (в). Соответствующая ОФТ структуры по плоскости (111), показывающая ядра дислокаций (вставка в правом верхнем углу). ФТ решетки с границы раздела NiAl/α-Fe, подтверждающая когерентность фаз (вставка в нижнем левом углу)

При использовании композиционного порошка фракции 110-180 мкм проведены параметрические исследования процесса СЛС и установлена экспериментальная зависимость пористости выращенного материала (кубики 10x10x10 мм) от объемной плотности энергии лазера  $VED$  в интервале 391 – 846 Дж/мм<sup>3</sup> (рисунок 7а).

Найдены оптимальные режимы процесса СЛС (режим А1,  $VED = 846$  Дж/мм<sup>3</sup>), обеспечивающие синтез трехмерных образцов с пористостью не более 0,02 % при отсутствии микротрещин и непролагов. Трехмерная МКТ- визуализация (рисунок 7б) образца, полученного по оптимальному режиму, демонстрирует преимущественное распределение пор в приповерхностных слоях (контуре). В объеме материала пор не наблюдалось.

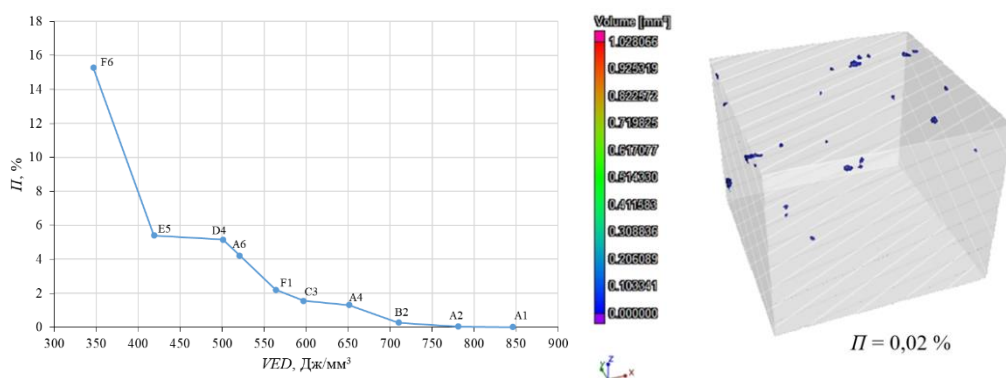


Рисунок 7 - Зависимость пористости материала от объемной плотности энергии лазерного луча (а) и МКТ- визуализация распределения пор в СЛС- образце (режим А1)

Механические свойства СЛС- сплава  $Ni_{27}Fe_{26}Al_{32}Cr_{10}Co_5$  в условиях сжатия достигли следующих значений:  $\sigma_b = 1490 \pm 34$  МПа,  $\sigma_{0.2} = 1470 \pm 25$  МПа и  $\varepsilon = 4$  %. Старение СЛС- образцов при  $850$  °С (3 часа) повысило пластичность  $\varepsilon$  до 6 % и прочность  $\sigma_b$  до  $1520 \pm 27$  МПа за счет сегрегации внутри зерен NiAl избыточной фазы  $\alpha$ -Fe(Cr) в виде выделений с нерегулярно удлиненной морфологией, образующих «лабиринт» (рисунок 8а). Наилучшим сочетанием пластичности и прочности ( $\varepsilon = 8,0$  %,  $\sigma_b = 1650 \pm 41$  МПа и  $\sigma_{0.2} = 926 \pm 17$  МПа) обладали образцы после старения при  $1250$  °С в течение 3 часов. Дополнительное увеличение прочности сплава обусловлено формированием характерных когерентных кубоидов  $\alpha$ -Fe(Cr) фазы субмикронного размера (рисунок 8б).

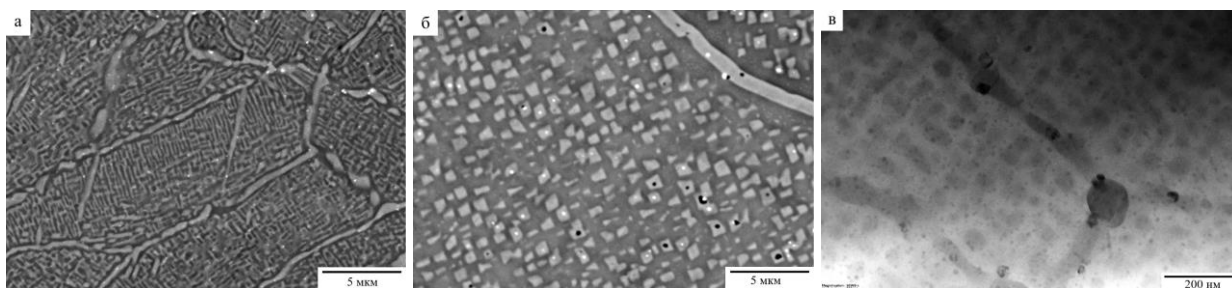


Рисунок 8 – Микроструктура СЛС- образцов сплава  $Ni_{27}Fe_{26}Al_{32}Cr_{10}Co_5$  после старения при  $850$  °С, 3 ч (а);  $1250$  °С, 3 ч (б); ПЭМ структура при нагреве фольги до  $850$  °С (в)

С помощью in-situ исследований в колонне электронного микроскопа структурных превращений в СЛС-образцах при нагреве до  $850$  °С установлено, что на начальной стадии вторичная  $\alpha$ -фаза зарождается в виде сферических предвыделений (рисунок 8в), вследствие низкой энергии когерентных деформаций относительно межфазной энергии при размере выделений менее 100 нм.

Полученные результаты показали перспективность применения композиционного порошка сплава  $Ni_{27}Fe_{26}Al_{32}Cr_{10}Co_5$  в аддитивном производстве СЛС.

В четвертой главе приведены результаты исследований по разработке эффективного способа МА СВС с последующим размолотом и классификацией продуктов горения для получения микропорошка жаропрочного сплава CompoNiAl-M5-3.

Процесс МА реакционной смеси реагентов (Ni, Al, Cr, Co, Hf) проводили при различных параметрах работы мельниц (таблица 1).

Таблица 1 – Режимы механического активирования реакционной смеси

Мельница	№ режима	Время МА, мин	Центробежное ускорение	Отношение масс размольных тел к материалу	Среда			
ПЦМ «МПП-1»	1	3	28	10:1	воздух			
	2	9						
ПЦМ «Pulverisette 5/2»	3	15	22		10:1	воздух		
	4	30						
МЦМ «Активатор-4М»	5	9	150			10:1	Аргон, 0,4 МПа	
	6	12						
ШВМ «WiseMix SBML»	7	480	Режим перекачивания	6:1				Аргон, 0,4 МПа
ШВМ + ПЦМ	8	Смешивание реагентов по режиму №7 с предварительным МА порошков Cr и Hf по режиму №6						

Исследовано влияние масштаба гетерогенности смесей на структурную и химическую однородность продуктов СВС. Установлено, что наиболее эффективным способом МА реагентов для синтеза однородных по составу и структуре микропорошков сплава CompoNiAl-M5-3 является приготовление реакционной смеси в ШВМ по схеме с предварительным МА порошков хрома и гафния в ПЦМ«Активатор-4М» (таблица 1, режим 8). Микроструктура композиционных частиц многокомпонентной реакционной смеси и продуктов СВС с соответствующими ЭДС картами распределения элементов показаны на рисунке 9. Легирующие элементы равномерно распределены в объеме NiAl матрицы. Химический состав продуктов синтеза (41,57Ni-40,30Al-11,99Cr-5,90Co-0,24Hf, ат. %) по данным ИСП-МС анализа соответствовал сплаву CompoNiAl-M5-3. Содержание примесей кислорода и азота не превышало 0,096 и 0,0025 масс. %, соответственно.

В оптимальном режиме МА СВС были получены пористые спеки сплава CompoNiAl-M5-3 диаметром ~78 мм и массой 700-800 г каждый, которые последовательно измельчали с использованием щековой дробилки (до крупности 1-3 мм) и ПЦМ в порошок размером менее 100 мкм. Целевую фракцию 20-45 мкм выделяли из общей массы порошка методом ситового анализа по ГОСТ 18318-94 с последующей воздушной классификацией на установке центробежного типа Гольф-2 при частоте ротора – 20 Гц и 12 Гц для удаления частиц фракций -20 и +45 мкм, соответственно.

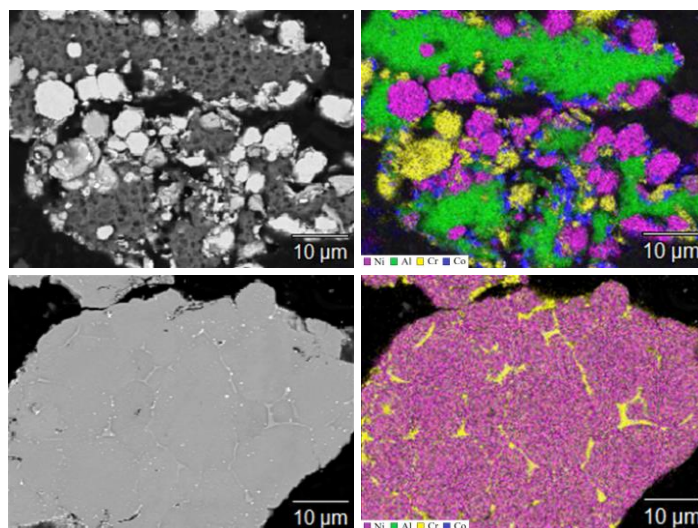


Рисунок 9 – Микроструктура и распределение элементов в реакционной смеси (а, б) и синтезированном порошке (в, г) сплава CompoNiAl-M5-3 при МА реагентов по режиму 8

В результате получен узкофракционный порошок с квантилями распределения частиц осколочной морфологии по размерам  $D_{10} = 19 \pm 1$  мкм;  $D_{50} = 35 \pm 1$  мкм и  $D_{90} = 54 \pm 3$  мкм (рисунок 10а, б). Порошок имел однородную мелкозернистую структуру NiAl матрицы с распределенными в ней выделениями  $\alpha$ -Cr диаметром  $< 250$  нм и межзеренными прослойками вырожденной эвтектики толщиной 0,5-1,5 мкм. Средний размер зерен матрицы составлял 10 мкм. Гафний выделялся по границам зерен в виде дисперсных частиц размером менее 0,5 мкм. Текучесть порошка составляла 38 сек, насыпная плотность – 2,35 г/см<sup>3</sup>.

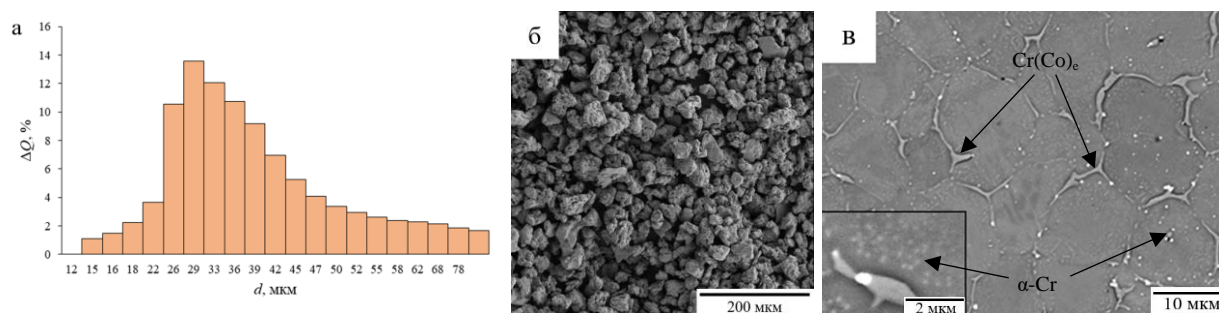


Рисунок 10 – Гранулометрический состав (а), морфология (б) и микроструктура (в) СВС порошка

**В пятой главе** представлены результаты параметрических исследований процесса плазменной сфероидизации узкофракционного СВС-порошка CompoNiAl-M5-3 на промышленной индукционно-плазменной установке ТЕKSPHERO 200, проведенные совместно с Институтом металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН и АО «Полема». В ходе исследований оценивали влияние мощности плазматрона ( $P_{пл}$ , кВт) и расхода порошка ( $V_p$ , кг/ч) на его свойства: степень сфероидизации ( $\Phi$ , %), содержание конденсированных наночастиц ( $M_{пч}$ , масс. %), granulometricкий состав, химический состав, текучесть, насыпная плотность.

Увеличение мощности плазматрона  $P_{пл}$  до 150 – 160 кВт при одновременном снижении расхода порошка  $V_{п} = 10 – 7$  кг/ч способствовало увеличению степени сферичности  $\Phi = 80,0 – 97,8$  % и улучшению технологических свойств порошка (рисунок 11а). При этом неизбежно увеличивается доля испаренного материала  $M_{нч} = 4 – 6$  %. Показатели текучести и насыпной плотности порошка были улучшены с 28 с и  $2,35$  г/см<sup>3</sup> до 19 с и  $4,1$  г/см<sup>3</sup>. Дальнейшее повышение мощности на плазматроне до 170 кВт при  $V_{п} = 7$  кг/ч ухудшает степень сфероидизации и повышает показатель  $M_{нч}$  до 8 %. Наибольшая эффективность плазменной обработки порошка до степени сфероидизации порядка 98 % была достигнута при  $P_{пл} = 160$  кВт и  $V_{п} = 7$  кг/ч. Используя оптимальные параметры плазменной сфероидизации получен узкофракционный ( $D_{10} = 11$  мкм;  $D_{50} = 38$  мкм и  $D_{90} = 50$  мкм) сферический микропорошок сплава  $Co_{mp}NiAl-M5-3$ , не содержащий сателлитов. Химический анализ полученного порошка (41,31Ni; 40,76Al; 11,79Cr; 5,92Co; 0,22Hf, ат. %) показал, что плазменная сфероидизации не приводит к заметному изменению состава сплава. Кроме того, отмечен эффект рафинирования в процессе плазменной сфероидизации порошка по примесям: 0,08 масс. %  $O_2$  и 0,0012 масс. %  $N_2$ .

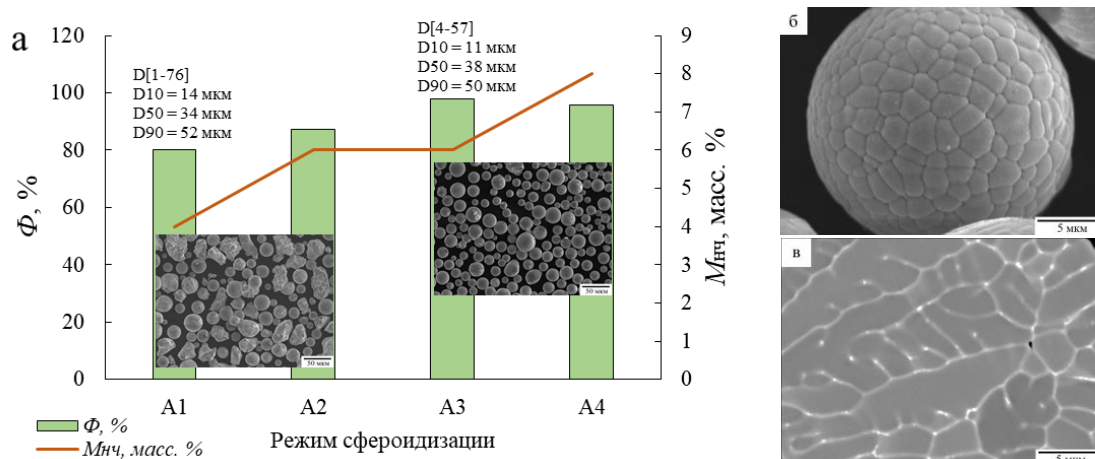


Рисунок 11 – (а) Влияние режимов плазменной обработки на степень сфероидизации, морфологию, долю наночастиц и технологические свойства порошка. Микроструктура поверхности (б) и поперечного сечения (в) частиц, полученных в режиме А3

Порошок имел характерную дендритную структуру зерен NiAl с размером ячеек  $0,5 – 2$  мкм (рисунок 11б, в). Вдоль границ зерен были образованы прослойки вырожденной  $Cr(Co)_e$  эвтектики толщиной  $<400$  нм, внутри которых выделялись дисперсные частицы гафния размером не более 100 нм. Полученный в оптимальных режимах узкофракционный сферический микропорошок использовался в технологиях ГИП и СЛС для получения компактных материалов и моделей роторной лопатки турбины.

**В шестой главе** представлены результаты исследования взаимосвязи структуры и термомеханических свойств иерархически-структурированного жаропрочного сплава CompoNiAl-M5-3, полученного с помощью ГИП из сфероидизированного микропорошка.

В структуре компактных образцов установлено образование вдоль границ зерен NiAl фазы Гейслера Ni<sub>2</sub>AlHf в виде ограниченных наночастиц размером <250 нм (рисунок 12а). Размер зерен NiAl составлял 8 – 25 мкм. Подтверждено образование внутри зерен NiAl упрочняющих когерентных выделений  $\alpha$ -Cr (ОЦК,  $a = 2,89 \text{ \AA}$ ) диаметром менее 100 нм (рисунок 12б). Характерной особенностью являлось выделение внутри вторичной  $\alpha$ -Cr фазы субмикронного размера частиц (<500 нм) гафния, что показывает рисунок 12(б, в). Образование упрочняющей фазы Ni<sub>2</sub>AlHf (L<sub>21</sub>,  $a = 6,79 \text{ \AA}$ ) в полученном сплаве подтверждается данными ПЭМ ВР изображения (рисунок 12 г) кристаллической структуры ограниченной гафний-содержащей наночастицы. Фаза Гейслера образовалась путем трансформации наноразмерных частиц Hf, свободных от хрома, в результате диффузии атомов гафния в кристаллическую решетку NiAl. Межфазная энергия для Ni<sub>2</sub>AlHf/Cr примерно в два раза выше, чем для Ni<sub>2</sub>AlHf/NiAl границы раздела. Поэтому выделения наночастиц Ni<sub>2</sub>AlHf происходит на границе или в объеме зерен, что способствует уменьшению свободной энергии. In-situ исследования эволюции структуры сплава при нагреве позволили выявить процесс фрагментация субмикронных (~700 нм) выделений  $\alpha$ -Cr на нанокристаллиты размером 30-70 нм в интервале 650 – 850 °С. Данный процесс обусловлен увеличением скорости растворения  $\alpha$ -фазы в матричной фазе, что быстрее приводит систему к минимуму свободной энергии Гиббса.

Компактные образцы сплава CompoNiAl-M5-3 имели улучшенные механические свойства на сжатие ( $E = 180 \pm 5 \text{ ГПа}$ ,  $\sigma_b = 2870 \pm 67 \text{ МПа}$ ,  $\sigma_{0.2} = 1131 \pm 24 \text{ МПа}$  и  $\varepsilon = 16,8 \pm 0,5\%$ ) по сравнению с литым состоянием и ГИП-образцами из центробежно-распыленных порошков. Значительный рост прочностных свойств обусловлен уменьшением размера зерен NiAl и упрочняющих выделений  $\alpha$ -Cr, Hf, а также образованием вдоль межзеренных границ термостабильных наночастиц фазы Гейслера (Ni<sub>2</sub>AlHf).

Результатом оптимизации структуры исследуемого сплава стало дополнительное улучшение термомеханических свойств в условиях глубокой осадки при 750 °С ( $E = 138 \text{ ГПа}$ ,  $\sigma_b = 682 \text{ МПа}$ ,  $\sigma_{0.2} = 455 \text{ МПа}$  и  $\varepsilon = 57\%$ ) относительно образцов из ПЦР-порошков ( $\sigma_b = 615 \text{ МПа}$ ). Построена зависимость высокотемпературной ползучести на установившейся стадии от температурно-силовых условий испытания в интервале 25-1100 °С при сжимающих напряжениях эквивалентных 298, 247, 196 и 145 МПа (рисунок 13). Определена регрессионная модель деформации ползучести  $[\dot{\varepsilon} = 6,33E-04 \cdot \sigma^{4.2} \cdot \exp(-318E+3/(8,31 \cdot T))]$  согласно которой, температурная область применения сплава ограничивается 940 °С. Полученные значения



энергии активации ползучести и степенного показателя напряжения матрицы ( $Q_c = 318 \pm 35$  кДж/моль и  $n = 4,2$ ) для образцов из сфероидизированного микропорошка указывают на главенствующую роль механизмов скольжения и переползания дислокаций в процессе деформации.

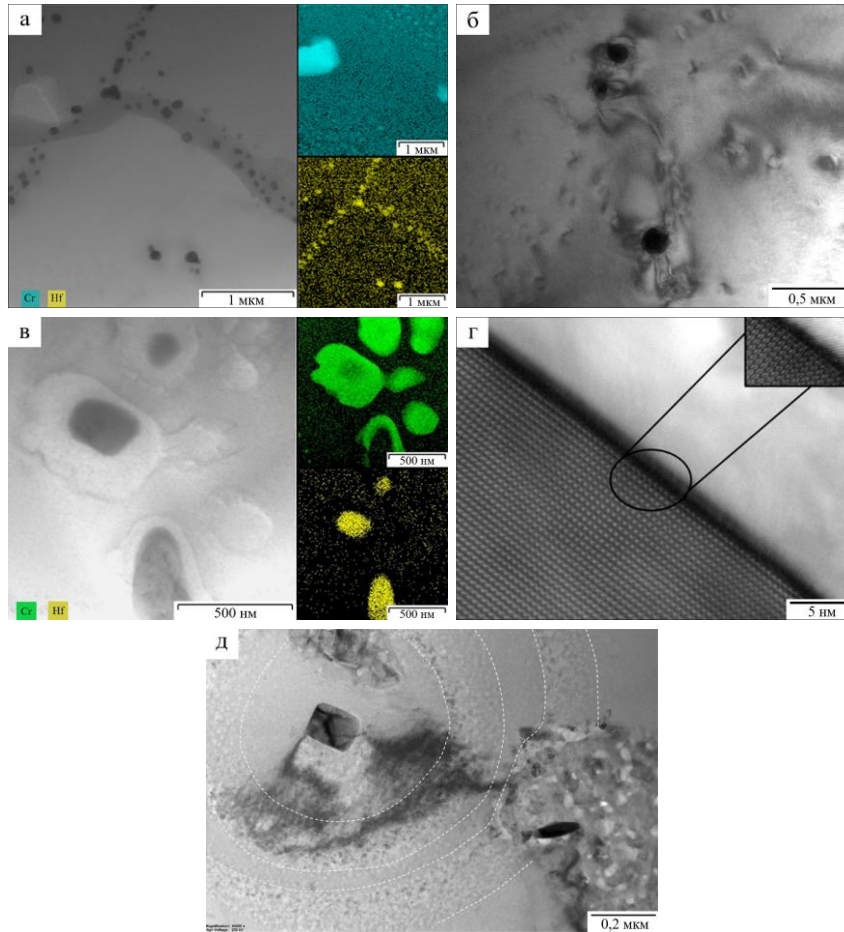


Рисунок 12 – Структура и распределение упрочняющих фаз в образцах ComroNiAl-M5-3 (а-в). Изображение кристаллической структуры наночастицы  $Ni_2AlHf$  (г). Процесс фрагментации зерен  $\alpha$ -Cr на нанокристаллиты при 750 °С.

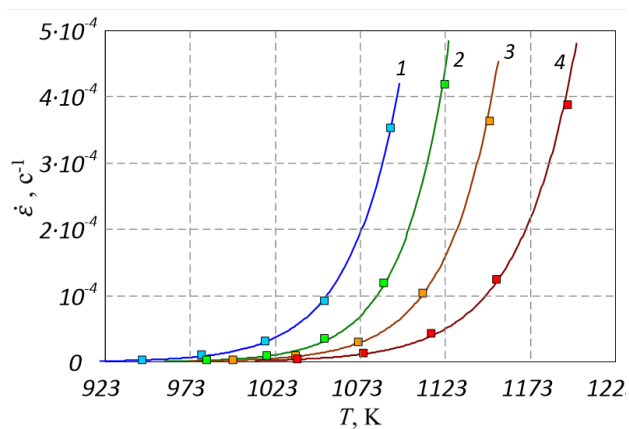


Рисунок 13 – Температурная зависимость скорости ползучести для ГИП- образцов сплава ComroNiAl-M5-3

Полученные результаты показывают, что формирование мелкозернистой (<30 мкм) структуры с упрочненной высокодисперсными выделениями  $\alpha$ -Cr матрицей при условии равномерного распределения вдоль межзеренных границ тугоплавких наночастиц гафния и  $Ni_2AlHf$  позволяет достичь одновременного повышения пластичности при нормальных условиях и сопротивления высокотемпературной ползучести.

**В седьмой главе** представлены результаты разработки технологического режима процесса лазерного синтеза моделей роторной лопатки турбины высокого давления при использовании сфероидизированного микропорошка сплава CompoNiAl-M5-3.

Получены экспериментальные данные о влиянии параметров СЛС при подводимой энергии лазера в интервале 994 – 2557 Дж/мм<sup>3</sup> на структуру и пористость компактного материала. Найдены оптимальные параметры СЛС ( $VED = 1500$  Дж/мм<sup>3</sup>), обеспечивающие воспроизводимое выращивание моделей роторной лопатки турбины с уровнем остаточной пористости  $0,94 \pm 0,30$  % (рисунок 14а, б). Трехмерная МКТ- визуализация (рисунок 14в) модели лопатки, полученной по оптимальному режиму, показывает распределение пор в материале и позволяет оценить их объем. Поры преимущественно наблюдались в приповерхностном слое, а их объем не превышал 0,006 мм<sup>3</sup>.

Проведен комплекс исследований по изучению влияния ГИП моделей лопатки после отжига (1150 °С, 1,5 часа) на структуру и термомеханическое поведение синтезированного материала. Детали после старения имели характерную текстуру зерен (рисунок 15 а). Преимущественное направление роста зерен совпадало с вектором остаточных упругих деформаций, вызванных градиентом термических напряжений вдоль оси z. Размер зерен составлял 10 – 45 мкм в продольном направлении и 3 – 10 мкм - в поперечном. В структуре обнаружены равномерно распределенные вдоль границ и внутри зерен NiAl выделения  $\alpha$ -Cr размером менее 1,5 мкм, внутри которых присутствуют частицы гафния.

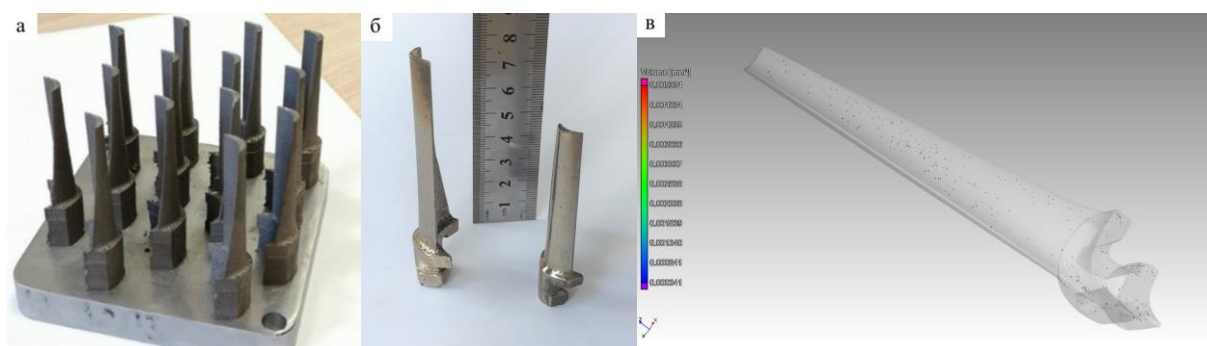


Рисунок 14 – Построенные СЛС- модели роторной лопатки (а, б) и МКТ- визуализация дефектов (в)

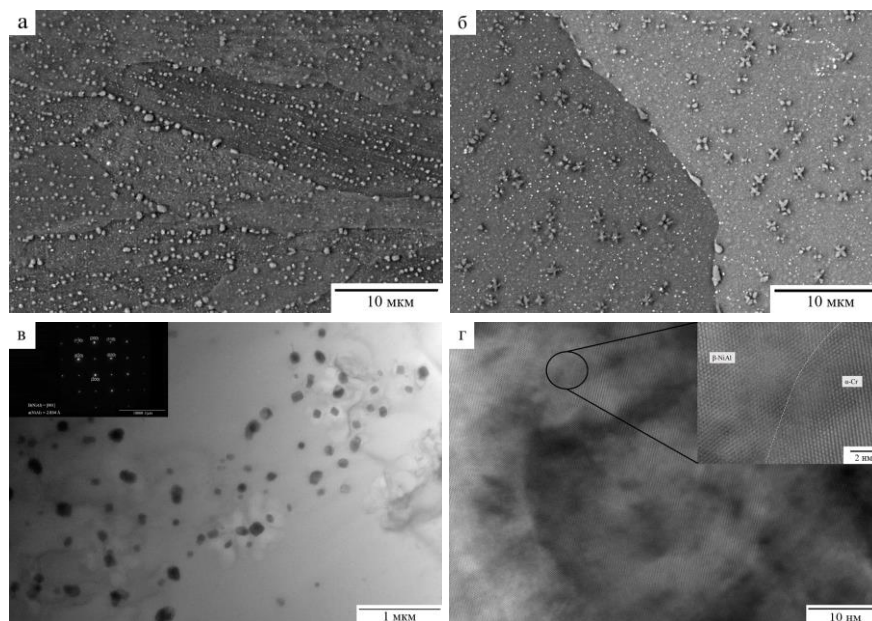


Рисунок 15 – Структура СЛС- модели роторной лопатки из сплава CompoNiAl-M5-3 после отжига при 1150 °С (а) и ГИП при 1250 °С (б-г)

После ГИП обработки лопатки при 1250 °С сплав приобрел однородную крупнозернистую (200-450 мкм) структуру матрицы с распределенными в ней субмикронными выделениями  $\alpha$ -Cr и наночастицами (<180 нм) гафния, повышающими сопротивление ползучести (рисунок 15 б, в). Выделения  $\alpha$ -фазы размером 0,8 – 1,5 мкм внутри зерен имели морфологию «четырехконечной звезды» с ориентацией вдоль NiAl  $\langle 011 \rangle$ , соответствующую минимальной энергии когерентной деформации решеток на межфазной границе. ПЭМ ВР исследования кристаллической структуры подтвердили формирование внутри зерен NiAl матрицы когерентных высокодисперсных (<50 нм) выделений  $\alpha$ -Cr фазы, улучшающих пластичность и высокотемпературную прочность сплава (рисунок 15 г).

Для образцов сплава, полученных по технологиям ГИП, СЛС + отжиг (1150 °С, 1,5 часа) и СЛС + ГИП, проведены термомеханические испытания по схеме одноосного сжатия в интервале температур 600–1100 °С. На рисунке 16(а) приведены температурные зависимости сопротивления деформации ( $S$ , МПа) при  $d\varepsilon/dt = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ . Сплав после ГИП по сравнению с СЛС- образцом показал небольшое преимущество в интервале 1023-1223 К. Лучшим сопротивлением деформации во всем интервале температур обладали СЛС- образцы после ГИП-обработки. Например, при температуре 1073 К сопротивление деформации сплава составило 390 МПа против 260-270 МПа для образцов, полученных по технологиям ГИП и СЛС+ термообработка.

Используя данные о скорости ползучести сплава, были построены зависимости предельно допустимых температур [К], обеспечивающих условную работоспособность деталей в течение 100 000 часов до момента накопления пластической деформации не более

1 % при  $d\varepsilon/dt = 10^{-4} \text{ c}^{-1}$  в интервале напряжений 100 – 350 МПа (рисунок 16 б). Установлено, что при одинаковом уровне сжимающих напряжений (например, 200 МПа) предельно допустимое значение температуры эксплуатации сплава сравнения после СЛС + ГИП при заданных граничных условиях на 80-85 К превышает тот же показатель для образцов, полученных по технологиям СЛС + старение и ГИП в формообразующей оснастке. Значительное улучшение термомеханических свойств СЛС- деталей (лопаток) после газостатической обработки обусловлено выделением упрочняющих наночастиц избыточной фазы в сплаве, препятствующих скольжению дислокаций, а также замедлением диффузионной ползучести Кобла при увеличении на порядок размера зерна.

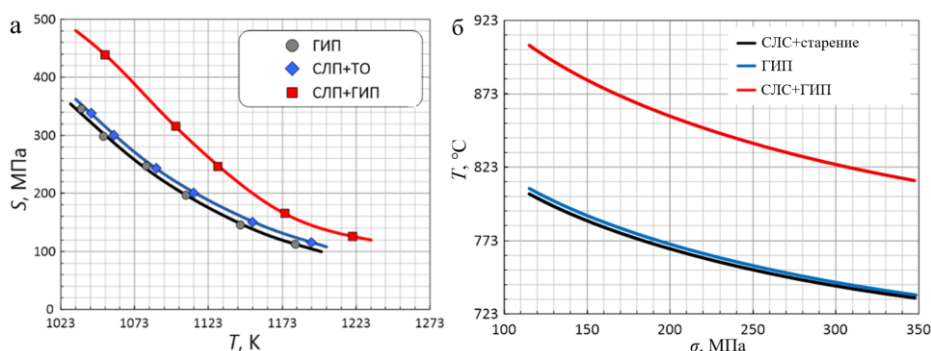


Рисунок 16 – Температурная зависимость сопротивления деформации (а) и предельно допустимые температурно-силовые условия эксплуатации деталей (б) из сплава  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$

Таким образом, для повышения эксплуатационных характеристик теплонагруженных СЛС- деталей из сплавов на основе моноалюминида никеля, условия работы которых предполагают воздействие высоких температур и напряжений, необходимо применение операции постобработки по технологии горячего изостатического прессования.

### Основные выводы и результаты работы

1. С помощью технологии ПЦР электродов в стальной оболочке получены однородные по структуре порошки дисперсностью до 180 мкм из сплава на основе моноалюминида никеля состава  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$  и композиционные состава  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$ . Порошки характеризуются отсутствием сателлитов и газовых пор, содержанием кислорода и азота 0,0074 и 0,00061 масс. %, соответственно.

2. Из композиционного сферического порошка состава  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$  по технологии ГИП с последующей термообработкой получен новый сплав дисперсионно-твердеющего типа. За счет уменьшения размера когерентных выделений  $\alpha$ -фазы, увеличения их объемной доли и образования вдоль границ зерен частиц  $\sigma$ -FeCr

термообработка позволила увеличить сопротивление пластическому течению при 973 К более, чем на 100 МПа.

3. Обоснована доминантная роль механизма локального подъема дислокаций над когерентными выделениями  $\alpha$ -Fe(Cr) при деформации ползучести сплава  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$  в интервале 773 – 1200 К. Согласно оценкам, рабочая температура сплава ограничена 700 °С, что на 100-200 °С выше, чем для жаропрочных мартенситных сталей с 9-12 % Cr. По результатам термомеханических испытаний полученный сплав может рассматриваться в качестве перспективного для ответственных деталей паровых турбинных установок.

4. Оптимизированы параметры процесса СЛС трехмерных объектов при использовании крупнозернистого композиционного порошка сплава  $\text{Ni}_{27}\text{Fe}_{26}\text{Al}_{32}\text{Cr}_{10}\text{Co}_5$  с уровнем остаточной пористости 0,02 – 0,08 % при отсутствии микротрещин и дефектов плавления.

5. Установлено, что сплав  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$  обладает иерархической структурой: 1й уровень образуют зерна NiAl размером менее 40 мкм с некогерентными микронными частицами  $\alpha$ -Cr вдоль межзеренных границ; 2й – упрочняющие субмикронные частицы  $\alpha$ -Cr, Hf и  $\text{Ni}_2\text{AlHf}$  внутри зерен NiAl; 3й – субзерна с когерентными нановыделениями  $\alpha$ -Cr диаметром менее 45 нм.

6. Обнаружены два механизма образования наночастиц  $\alpha$ -Cr внутри зерен NiAl: (1) спинодальный распад пересыщенного твердого раствора при 250-450 °С, приводящий к сегрегации зон Гинье-Престона и их последующему преобразованию в  $\alpha$ -Cr наночастицы размером 25-170 нм; (2) гетерогенное зародышеобразование и рост нанокристаллитов  $\alpha$ -Cr длиной 7 – 40 нм на призматических дислокационных петлях в интервале 750 – 850 °С.

7. Увеличение пластичности и прочности до значений  $\varepsilon = 14,7 \pm 1 \%$  и  $\sigma_{\text{в}} = 2420 \pm 96$  МПа в случае ГИП- образцов  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$  из центробежно-распыленных порошков по сравнению с литым состоянием ( $\sigma_{\text{в}} = 1720 \pm 96$  МПа,  $\varepsilon \approx 8 \%$ ) по причине уменьшения на порядок размера зерен и образования наноразмерных выделений  $\alpha$ -Cr в матрице и фазы Гейслера  $\text{Ni}_2\text{AlHf}$  вдоль межзеренных границ.

8. Изучены термомеханические свойства сплава  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$  в интервале температур 600 – 925 °С, при напряжениях 150, 200, 250 и 300 МПа, в результате чего установлена область применения сплава, ограничиваемая температурой 890 °С.

9. Разработана комбинированная технология получения узкофракционных сферических микропорошков сплава  $\text{CoCrNiAl-M5-3}$ , включающая МА СВС из элементов с получением пористых спеков, их переработку в порошок и последующую плазменную сфероидизацию. Использование данных порошков в технологии ГИП

позволило повысить рабочую температуру до 940 °С в результате измельчения структуры и образования вдоль межзеренных границ термически-стабильных наночастиц фазы Гейслера состава Ni<sub>2</sub>AlHf.

10. Установлены оптимальные технологические режимы СЛС применительно к сферическому микропорошку фракции 20-45 мкм из жаропрочного сплава CompoNiAl-M5-3, обеспечивающие воспроизводимое построение моделей роторной лопатки турбины высокого давления с уровнем остаточной пористости  $0,94 \pm 0,30$  % и отсутствием микротрещин. Постобработка СЛС- деталей с помощью ГИП способствует увеличению рабочей температуры на 80-85 °С в результате устранения кристаллографической текстуры роста зерен, гомогенизации сплава и выделения частиц избыточной фазы, что сопровождается увеличением эффективной энергии активации ползучести и сменой доминирующего механизма накопления пластической деформации в состаренном материале на переползание дислокаций над выделениями.

11. В АО «Композит» (г. Королев) проведены испытания моделей роторной лопатки турбины высокого давления из сплава CompoNiAl-M5-3, изготовленных методом СЛС, на соответствие геометрических размеров, механических и теплофизических свойств, остаточной пористости. В результате испытаний установлено, что макетные образцы роторной лопатки по геометрическим размерам полностью соответствуют исходной 3D-модели и не содержат критических внутренних дефектов в виде трещин и несплавлений. Учитывая общий уровень механических характеристик в сочетании с улучшенными физическими свойствами и пониженной плотностью, разработанный материал может быть рекомендован для изготовления теплонагруженных изделий, в том числе сопловых лопаток двигательных установок, камер сгорания и других изделий ракетно-космической техники.

#### **Список основных публикаций по теме диссертации**

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

1. **Yu.Yu. Kaplanskii**, E.A. Levashov, A.V. Korotitskiy, P.A. Loginov, Z.A. Sentyurina, A.B. Mazalov, Influence of aging and HIP treatment on the structure and properties of NiAl-based turbine blades manufactured by laser powder bed fusion // Additive Manufacturing 31 (2020) 100999. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100999>

2. **Yu.Yu. Kaplanskii**, P.A. Loginov, A.V. Korotitskiy, M.Y. Bychkova, E.A. Levashov, Influence of heat treatment on the structure evolution and creep deformation behavior of a

precipitation hardened B2-(Ni, Fe)Al alloy // Materials Science and Engineering: A, 786 (2020) 139451. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139451>

3. **Yu.Yu. Kaplanskii**, A. V. Korotitskiy, E.A. Levashov, Z.A. Sentyurina, P.A. Loginov, A. V. Samokhin, I.A. Logachev, Microstructure and thermomechanical behavior of Heusler phase Ni<sub>2</sub>AlHf-strengthened NiAl-Cr(Co) alloy produced by HIP of plasma-spheroidized powder, Materials Science and Engineering: A, 729 (2018) 398-410. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.087>

4. **Yu.Yu. Kaplanskii**, Z.A. Sentyurina, P.A. Loginov, E.A. Levashov, A. V. Korotitskiy, A.Y. Travyanov, P. V. Petrovskii, Microstructure and mechanical properties of the (Fe,Ni)Al-based alloy produced by SLM and HIP of spherical composite powder, Materials Science and Engineering: A, 743 (2019) 567–580. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.104>

5. **Yu.Yu. Kaplanskii**, A.A. Zaitsev, E.A. Levashov, P.A. Loginov, Z.A. Sentyurina, NiAl based alloy produced by HIP and SLM of pre-alloyed spherical powders. Evolution of the structure and mechanical behavior at high temperatures, Materials Science and Engineering: A, 717 (2018) pp. 48-59. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.057>

6. Y. V. Tsvetkov, A. V. Samokhin, N. V. Alekseev, A.A. Fadeev, M.A. Sinaiskii, E.A. Levashov, **Yu.Yu. Kaplanskii**, Plasma Spheroidization of Micropowders of a Heat-Resistant Alloy Based on Nickel Monoaluminide, Doklady Chemistry, 483 (2018) 312–317. Doi: <https://doi.org/10.1134/S0012500818120030>

7. V.V. Kurbatkina, E.I. Patsera, E.A. Levashov, **Yu.Yu. Kaplanskii**, A. V. Samokhin, Fabrication of Narrow-Fraction Micropowders of NiAl-Based Refractory Alloy CompoNiAl-M5-3, International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis, 27 (2018) 236-244. Doi: <https://doi.org/10.3103/S1061386218040027>

#### **Патенты и свидетельства «Ноу-Хау»:**

1. Левашов Е.А., Самохин А.В., Алексеев Н.В., Фадеев А.А., **Капланский Ю.Ю.**, Синайский М.А., Рупасов С.И. Способ получения узкофракционных сферических порошков из жаропрочных сплавов на основе алюминиды никеля. Патент РФ № 2681022 от 26.06.2018, опубликован 01.03.2019, бюл. изобр. № 7

2. Левашов Е.А., **Капланский Ю.Ю.**, Пацера Е.И., Бычкова М.Я. Технологический процесс изготовления методом селективного лазерного плавления (СЛП) изделий сложной формы из узкофракционных сферических порошков жаропрочного никелевого сплава на основе моноалюминиды никеля. Зарегистрировано в депозитарии Ноу-хау НИТУ «МИСиС» № 05-340-2018 19 июля 2018 г.

**Публикации в материалах научно-технических конференций:**

1. Е.А. Левашов, **Ю.Ю. Капланский**, Ж.А. Сентюрин, А.В. Коротичский. Перспективные жаропрочные никелевые сплавы на основе моноалюминиды никеля и их применение в аддитивных технологиях // Сборник тезисов Восьмой Международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», г. Москва, Россия, 2019, с. 45

2. **Ю.Ю. Капланский**, Е.И. Пацера, А.В. Коротичский, Е. А. Левашов. Перспективные жаропрочные сплавы на основе NiAl и их применение в аддитивных технологиях // Тезисы докладов Междунар. научной конф. "Современные материалы и передовые производственные технологии" (СМПТТ-2019), г. Санкт-Петербург, Россия, 2019, с. 84

3. **Ю.Ю. Капланский**, А.В. Коротичский, Е.А. Левашов, Е.И. Пацера. Влияние ГИП на микроструктуру и термомеханические свойства ответственных деталей, изготовленных методом СЛС из сферических порошков на основе NiAl // Сборник тезисов VIII Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», г. Москва, Россия, 2019, с. 393

4. А. Самохин, Ю. Цветков, Н.Алексеев, А. Фадеев, М. Синайский, Е. Левашов, **Ю. Капланский**. Плазменная сфероидизация микропорошков жаропрочного сплава на основе моноалюминиды никеля // Доклады Академии наук, г. Москва, Россия, 2018, Т. 483 № 4, с. 403-408.

5. Е.А. Левашов, **Ю.Ю. Капланский**, В.В. Курбаткина, Е.И. Пацера, А.В. Самохин, А.А. Фадеев, Д.А. Мартынов, А.В. Гурских, А.Н. Чупеева. Новое поколение жаропрочных никелевых сплавов с иерархической структурой и их применение в аддитивных технологиях // Сборник тезисов 13-й Международной научно-технической конференции НОМАТЕХ: Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: материалы. г. Минск, Беларусь, 2018, с. 62-66

6. Е.А. Левашов, **Ю.Ю. Капланский**. Создание инновационных жаропрочных сплавов на основе моноалюминиды никеля и опыт их применения в аддитивных технологиях // Сборник докладов 11-го Международного симпозиума «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы, сварка», г. Минск, Беларусь, 2019, с. 292-298

7. **Yu.Yu. Kaplanskii**, E.A. Levashov, Zh.A. Sentyurina, P.A. Loginov, A.V. Korotitskiy, E.I. Patsera. Production of spherical micropowder of the high-temperature strength NiAl- based alloy using combustion synthesis and their application in the selective laser melting technology // Сборник тезисов XV INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON SELF-PROPAGATION HIGH-TEMPERATURE SYNTHESIS – September, 16-20, 2019, Moscow, Russia. p. 153.



8. Е.А. Левашов, **Ю.Ю. Капланский**, Е.И. Пацера, П.А. Логинов, А.В. Самохин, Д.А. Мартынов, А.Б. Мазалов. Жаропрочные сплавы на основе NiAl и их применение в аддитивных технологиях // Сборнике материалов Международной научно-технической конференции «Актуальные проблемы порошкового материаловедения», посвященной 85-летию со дня рождения академика В.Н. Анциферова. Под редакцией А.А. Ташкинова. г. Пермь, Россия, 2018, с. 38-42.

9. **Ю.Ю. Капланский**, Е.А. Левашов, Е.И. Пацера, А.В. Самохин. Получение сферических микропорошков из перспективного сплава на основе NiAl и их применение в технологии селективного лазерного плавления // Сборник материалов VII международной конференции с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества», (ФНМ2018), г. Суздаль, Россия, 2018, с. 250-251.

10. **Ю.Ю. Капланский**, Е.А. Левашов, Е.И. Пацера, Ж.А. Сентюрина, Д.А. Мартынов, А.Б. Мазалов, А.В. Самохин. Получение сферических порошков из перспективного сплава на основе NiAl для аддитивных технологий послойного синтеза // Сборнике материалов V Международной конференции «Аддитивные технологии: настоящее и будущее», г. Москва, 2019, с. 176-185.

11. **Ю.Ю. Капланский**, Е.А. Левашов, А.В. Коротицкий, М.Я. Бычкова. Влияние термической обработки на эволюцию структуры и механические свойства дисперсионно-твердеющего сплава на основе B<sub>2</sub>-(Ni, Fe)Al // Сборник материалов VII Всероссийской конференции по наноматериалам «НАНО2020», г. Москва, Россия, 2020, с. 230-231

12. Е.И. Patsera, V.V. Kurbatkina, Е.А. Levashov, **Yu.Yu. Kaplanskii**, A.V. Samokhin. Obtaining close cut fraction spherical micropowder of heat-resistant alloy based on nickel monoaluminide // Сборник тезисов международной конференции «Explosive Production of New Materials: Science, Technology, Business, and Innovations 14th International Symposium» (EPNM-2018), г. Санкт-Петербург, Россия, 2018, с. 164-166.

13. Е.И. Patsera, V.V. Kurbatkina, Е.А. Levashov, **Yu.Yu. Kaplanskii**, A.V. Samokhin. MASHS Technology for spherical powder of a heat proof NiAl based alloy production for additive technologies // Сборник тезисов международной конференции «Fundamental Bases of Mechanochemical Technologies The Book of Abstracts of the V International Conference». г. Новосибирск, Россия, 2018, с. 84.