#### **ЛИТЕЙНОЕ ПРОИЗВОДСТВО / FOUNDRY**

УДК 669.245.018.44 : 66.091.3-977 https://doi.org/10.17073/0021-3438-2024-1-24-41 Hayчная статья Research article



## Особенности структуры и свойства жаропрочных никелевых β-сплавов, полученных методом центробежного СВС-литья

В.В. Санин<sup>1,2</sup>, М.И. Агеев<sup>1</sup>, П.А. Логинов<sup>1</sup>, М.Я. Бычкова<sup>1</sup>, Е.С. Шукман<sup>2</sup>, Л.Ю. Межевая<sup>1,2</sup>, В.Н. Санин<sup>3</sup>, Т.А. Лобова<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» Россия, 119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1

<sup>2</sup> **АО «Гиредмет» им. Н.П. Сажина** Россия, 111524, г. Москва, ул. Электродная, 2, стр. 1

<sup>3</sup> Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова РАН Россия, 142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 8

🖂 Максим Игоревич Агеев (aheievmi@gmail.com)

Аннотация: По технологии центробежной СВС-металлургии при разных технологических режимах и дополнительных металлургических передлах (вакуумный индукционный переплав и вакуумный дуговой переплав) получен сплав: base-2,5Mo-1,5Re-1,5Ta-0,2Ti. Исследовано влияние режимов на содержание неметаллический включений и примесей, особенности структуры, механические свойства при сжатии, кинетику и механизм окисления при температуре 1150 °С в течение 30 ч. С ростом центробежного ускорения доля неметаллических включений (балльность) снижается с 5 до 1-2 ед. Наилучшее сочетание свойств по соотношению прочности, предела текучести и остаточной деформации имеет сплав, полученный в условиях перегрузки g = 50:  $\sigma_{\rm B} = 1640 \pm 20$  МПа,  $\sigma_{0.2} = 1518 \pm 10$  МПа. При значениях перегрузки g = 20+300 состав продуктов синтеза соответствует расчетным значениям. Суммарное содержание примесей составляет 0,15 ± 0,02 %, что находится в области допустимых значений. С увеличением центробежной силы уменьшается содержание газовых примесей: кислорода – до 0,018 %, азота – до 0,0011 %. Структура сплавов характеризуется образованием в матрице глобулярных и строчечных включений твердого раствора на основе Cr. В межзеренном пространстве присутствуют включения (Cr)<sub>Ni,Mo,Co</sub>, (Cr)<sub>Mo,Re</sub> и (Cr)<sub>Re,Mo</sub> толщиной 2-8 мкм. На границах зерен образуется фаза Ni(Al,Ti), обеспечивающая рост сопротивления пластической деформации и повышение прочности сплава. Механизм окисления сплавов, полученных по разным режимам, отличается. Существенное влияние на кинетику окисления оказывает размерный фактор структурных составляющих. Прирост массы CBC-образцов составляет 70 ± 10 г/м<sup>2</sup>. Процесс окисления происходит по межфазным границам NiAl в глубь образца. С помощью просвечивающей электронной микроскопии идентифицированы фазы, содержащие микродобавки Ті, которые снижают содержание в интерметаллидной фазе растворенных азота и кислорода до значения  $\Sigma_{O,N} = 0,0223$  мас.%.

Ключевые слова: жаропрочные никелевые сплавы, центробежное CBC-литье, центробежное ускорение, вакуумный индукционный переплав (ВИП), вакуумный дуговой переплав (ВДП), неметаллические включения, содержание газовых примесей, жаростойкость, кинетика окисления.

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 19-79-10226, https://rscf.ru/project/19-79-10226/

Для цитирования: Санин В.В., Агеев М.И., Логинов П.А., Бычкова М.Я., Шукман Е.С., Межевая Л.Ю., Санин В.Н., Лобова Т.А. Особенности структуры и свойства жаропрочных никелевых β-сплавов, полученных методом центробежного CBC-литья. Известия вузов. Цветная металлургия. 2024;30(1):24–41. https://doi.org/10.17073/0021-3438-2024-1-24-41

<sup>© 2024</sup> г. В.В. Санин, М.И. Агеев, П.А. Логинов, М.Я. Бычкова, Е.С. Шукман, Л.Ю. Межевая, В.Н. Санин, Т.А. Лобова

## Structural characteristics and properties of heat-resistant nickel β-alloys produced via the centrifugal SHS-casting method

V.V. Sanin<sup>1,2</sup>, M.I. Aheiev<sup>1</sup>, P.A. Loginov<sup>1</sup>, M.Ya. Bychkova<sup>1</sup>, E.S. Shukman<sup>2</sup>, L.Yu. Mezhevaia<sup>1,2</sup>, V.N. Sanin<sup>3</sup>, T.A. Lobova<sup>1</sup>

<sup>1</sup> National University of Science and Technology "MISIS"

4 Bld. 1 Leninskiy Prosp., Moscow 119049, Russia

<sup>2</sup> JSC "Giredmet" n.a. N.P. Sazhin

1 Bld. 2 Elektrodnaya Str., Moscow 111524, Russia

<sup>3</sup> Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science of the Russian Academy of Sciences 8 Akademican Osip'yan Str., Chernogolovka, Moscow Region 142432, Russia

Maksym I. Aheiev (aheievmi@gmail.com)

Abstract: Employing centrifugal self-propagating high-temperature synthesis (SHS) metallurgy, complemented by advanced metallurgical processes such as vacuum induction melting (VIM) and vacuum arc remelting (VAR), yielded the alloy formulation denoted as base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2Ti. This study investigates the effects of various technological modes and additional metallurgical treatments on the alloy's impurity and non-metallic inclusion content, structural characteristics, mechanical behavior under compression, and its oxidation mechanisms and kinetics when exposed to temperatures of 1150 °C for 30 h. With increasing centrifugal acceleration, the proportion of non-metallic inclusions (number of points) drops from 5 to 1–2 points. The best combination mechanical properties, including  $\sigma_{ucs} = 1640 \pm 20$  MPa,  $\sigma_{vs} = 1640 \pm 20$  MPa,  $\sigma_{vs}$ = 1518  $\pm$  10 MPa, and residual deformation were observed in alloys processed under conditions of increased gravitational force (g = 50). Within a centrifugal force range of  $g = 20 \div 300$ , the composition of the synthesis products aligned with the theoretical expectations. The total content of impurities is  $0.15 \pm 0.02$  %, with a decrease in gas impurities—oxygen and nitrogen levels reduced to 0.018 % and 0.0011 %, respectively. The structural analysis of the alloys revealed the presence of globular and streaked inclusions of a chromium-based solid solution embedded within the matrix. Inclusions with thickness of 2-8 µm are present in the intergranular space: (Cr)<sub>Ni.Mo.Co</sub>, (Cr)<sub>Mo.Re</sub> and (Cr)<sub>Re.Mo</sub>. The formation of the Ni(Al,Ti) phase at grain boundaries was identified, contributing to an enhancement in plastic resistance and overall strength of the alloy. Oxidation mechanisms varied across different processing modes, with the size of structural components significantly influencing oxidation kinetics. The weight gain observed in SHS samples was  $70 \pm 10$  g/m<sup>2</sup> with oxidation predominantly occurring along the NiAl interphase boundaries and penetrating into the depth of the sample. TEM facilitated the identification of phases enriched with Ti microadditions, reducing the levels of dissolved nitrogen and oxygen within the intermetallic phase to a combined weight percentage ( $\Sigma_{0,N}$ ) of 0.0223 wt.%.

**Keywords:** heat-resistant nickel alloys, centrifugal SHS-casting, centrifugal acceleration, SHS, vacuum induction melting (VIM), vacuum arc remelting (VAR), nonmetallic inclusions, gas impurity content, heat resistance, oxidation kinetics.

Acknowledgments: This research was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 19-79-10226, https://rscf.ru/project/19-79-10226/

**For citation:** Sanin V.V., Aheiev M.I., Loginov P.A., Bychkova M.Ya., Shukman E.S., Mezhevaia L.Yu., Sanin V.N., Lobova T.A. Structural characteristics and properties of heat-resistant nickel β-alloys produced via the centrifugal SHS-casting method. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 2024;30(1):24–41. https://doi.org/10.17073/0021-3438-2024-1-24-41

#### Введение

Жаропрочные интерметаллидные никелевые сплавы находят широкое применение в двигателестроении. К их недостаткам относятся относительно низкие механическая прочность и пластичность при комнатной температуре, что приводит к недостаточной технологичности при механической обработке и риску разрушения [1—9]. С целью повышения вязкости разрушения в сплавы вводят различные пластифицирующие добавки, например Cr, Co, Mo, Ta, Re, Zr [3—12]. Важным требованием к материалам горячего тракта также является окислительная стойкость поверхности при высоких температурах и термоциклических воздействиях [3—6; 13—15].

Один из известных методов получения литых и порошковых материалов на основе  $\beta$ -сплавов — самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) и его технологические типы: элементный синтез [8—10] и центробежное СВС-литье [12; 16; 17]. По обоим направлениям ведутся работы, нацеленные на оптимизацию состава и режимов получения сплавов серии CompoNiAl на основе NiAl—Cr—Co (далее — base) [12].

С целью повышения вязкости разрушения при низких температурах для изучаемых сплавов проводят исследования по микролегированию различными элементами. Для литых СВС-сплавов base + X (где X — La, Mo, Ta, Re, Zr) в работах [11; 12; 16; 18; 19] было установлено, что Мо и Re способствуют формированию ячеистой эвтектической структуры. Введение 15 % Мо позволило увеличить механические свойства —  $\sigma_{\rm B} = 1604 \pm$  $\pm$  80 МПа,  $\sigma_{0,2}$  = 1520  $\pm$  80 МПа,  $\epsilon$  = 0,79 %, а отжиг при t = 1250 °C,  $\tau = 180$  мин способствовал их дополнительному повышению:  $\sigma_{\rm B}$  — на 12 %,  $\sigma_{0.2}$  — на 10 %, є — на 100 %. Рений в количестве 1,5 % модифицировал структуру сплава base + 15Mo1,5Re, что привело к улучшению механических свойств:  $\sigma_{\rm B} = 1682 \pm 60 \text{ M}\Pi a, \sigma_{0,2} = 1538 \pm 60 \text{ M}\Pi a, \epsilon = 0,87 \%.$ В результате дополнительного отжига произошло увеличение  $\sigma_{\rm B}$  на 20 %,  $\sigma_{0,2}$  на 7 %,  $\epsilon$  на 640 %. Была установлена иерархическая трехуровневая структура сплава base + 15 % Мо: 1-й уровень образуют дендритные зерна β-NiAl с прослойками молибденсодержащих фаз (Ni,Co,Cr)<sub>3</sub>Mo<sub>3</sub>C и  $(Mo_{0.8}Cr_{0.2})_x B_v$  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. Легирующие элементы внедрения способствовали росту окислительной стойкости β-сплава за счет образования дополнительных фаз [11]. Сплав с добавкой циркония показал лучший результат по жаростойкости, степень окисления за 30 ч составила 21 г/м<sup>2</sup>. Цирконий-содержащий сплошной верхний слой Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + + Zr<sub>5</sub>Al<sub>3</sub>O<sub>0.5</sub> блокирует внешнюю диффузию кислорода и азота, тем самым повышая жаростойкость [18].

Оптимальным составом на сегодняшний день является сплав base—2,5Мо—1,5Re—1,5Та—0,2Ті с прочностными свойствами  $\sigma_{\rm B} = 1644 \pm 30$  МПа,  $\sigma_{0,2} = 1518 \pm 25$  МПа и суммарным привесом при окислении 52 г/м<sup>2</sup> [19].

Не менее важным требованием к жаропрочным сплавам является низкая концентрация примесей. Примесные металлические и газовые элементы, неметаллические включения снижают механические, технологические свойства и жаростойкость сплавов [20]. Одно из технологических решений применение методов традиционной металлургии в качестве рафинирующих воздействий на сплав. Ранее в работе с базовым сплавом (base) [16] было установлено положительное влияние вакуумного индукционного переплава (ВИП) и последующих режимов термообработки (TO) на его свойства. При использовании технологии ВИП возможно загрязнение сплава неметаллическими включениями за счет взаимодействия металла с футеровочными материалами, поэтому дополнительно представляет интерес изучение структуры и свойств сплавов после вакуумного дугового переплава (ВДП), осуществляемого в медном охлаждаемом кристаллизаторе.

Целью настоящей работы являлось исследование влияния параметров синтеза (CBC-M) и дополнительного передела (ВИП, ВДП, ТО) на структурные параметры сплава base—2,5Mo—1,5Re— 1,5Ta—0,2Ti, его механические свойства и стойкость к высокотемпературному окислению (жаростойкость).

#### Материалы и методы исследований

Синтез сплавов осуществляли на радиальной центробежной установке при воздействии высокой гравитации от 1 до 300 g. Описание общей схемы этой центробежной установки представлено в работе [12]. Конструкция установки позволяла контролируемо задавать количество оборотов ротора центрифуги для обеспечения нужного уровня перегрузки. Отличительная особенность технологии заключается в использовании сравнительно доступного оксидного сырья и достижении высокой температуры горения (2100—3500 °C), что позволяет осуществить фазоразделение целевого продукта от шлаковой фазы. Химическая схема процесса может быть представлена в следующем виде:

где ЛД (легирующая добавка) — Мо, Re, Ta и Ti; ФД (функциональная добавка) — CaF<sub>2</sub>, Na<sub>3</sub>[AlF<sub>6</sub>] и др.; X — металл (Ta, Re, Ti).

В табл. 1 приведены марки и свойства исходных порошков. Легирующие добавки вводились в реакционную смесь из расчета получения требуемого состава сплава.

Схема приготовления экзотермических смесей включала сушку компонентов в сушильных шкафах типа СНОЛ (t=90 °С,  $\tau=1$  ч), дозировку реагентов, смешивание, размещение смеси в графитовых формах. Смешивание проводилось в планетарной мельнице марки МП4/0,5 с объемом барабана 1 л в течение 15—20 мин при соотношении масс шаров и шихты 1/5. Температура горения смесей превы-

# Таблица 1. **Характеристики исходных веществ** и модифицирующих добавок

Table 1. Characteristics of initial components and modifying additions

Вещество	Марка	ГОСТ/ТУ	Размер частиц, мкм	Чистота, %			
Основные компоненты							
NiO	ОСЧ	ТУ 6-09-02439-87	<40	99,00			
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ч	ТУ 6-09-4272-84	<20	99,00			
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	ОСЧ	ГОСТ 18671-73	<30	99,00			
Al	ПА-4	ГОСТ 6058-73	<140	98,00			
Al	АСД-1	ТУ 48-5-226-87	<50	99,70			
Модифицирующие добавки							
MoO <sub>3</sub>	ЧДА	ТУ 6-09-4471-77	<50	99,00			
Та	ТаПМ	ТУ 48-19-72-92	<20	98,00			
Re	Pe-0	ТУ 48-4-195-87	<150	99,99			
Ti	ПТОМ-1	ТУ 14-22-57-92	≤30	99,80			

шала температуру плавления конечных продуктов синтеза, что обеспечивало возможность полного фазоразделения за счет гравитационной сепарации металлического расплава и шлака. Элементы Та, Re и Ti вводились в реакционную смесь в виде чистых элементов, а Мо — в виде оксида МоО<sub>3</sub>. Для управления процессом CBC использовался порошок алюминия различных марок [11; 12].

Для оценки влияния примесных элементов и неметаллических включений на свойства сплава дополнительно проведены: вакуумно-индукционный переплав (ВИП) с отливкой в слиток (медленная кристаллизация;  $V_{\text{охл.1}} = 50$  °С/мин) и вытягиванием в стержень из расплава (быстрая кристаллизация,  $V_{\text{охл.2}} = 250$  °С/мин) образца сплава base—2,5Mo—1,5Re—1,5Ta—0,2Ti, перегрузка g = 50, а также вакуумно-дуговой переплав (ВДП) в медном охлаждаемом кристаллизаторе.

Переплав СВС-слитков выполнен в вакуумной индукционной плавильной печи ВИП-010 с возможностью плавления слитков в корундовом тигле массой от 0,5 до 10 кг с разливкой в стальную изложницу-кристаллизатор. Вакуумно-индукционный переплав СВС-слитка проводился в вакуумной дуговой печи с возможностью изготовления слитков массой до 500 г. Особенностью ВДП является отсутствие взаимодействия жидкого металла с футеровочными материалами при больших температурах, так как плавление происходит в охлаждаемом медном кристаллизаторе, что положительно влияет на снижение содержания в сплаве неметаллических включений.

Ввиду отсутствия нормативных документов для проведения оценки металлографических шлифов интерметаллидных сплавов системы никельалюминий, был применен металлографический метод оценки неметаллических включений для стали (ГОСТ 1778-70) с упрощением за счет объединения всех видов неметаллических включений. В данной работе представляло интерес установить принципиальную возможность повысить качество сплава за счет изменений значений центробежного ускорения, дополнительного печного передела, осуществляя сравнение полученных слитков между собой, не коррелируя данные с истинным количественным содержанием каждого типа неметаллического включения. Отбор образцов и подготовку шлифов проводили в соответствии с ГОСТ 1778-70.

Для количественного анализа основных элементов и примесей использовали масс-спектрометр тлеющего разряда «Finnigan Element GD» (Thermo Fisher Scientific, Германия), атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6300 (Thermo Fisher Scientific) и анализатор спектра с двойной фокусировкой геометрии Нира—Джонсона. Анализ углерода и серы в металлах выполняли на анализаторе SC844 (LECO, США), кислорода, азота, водорода — на ONH836 (LECO).

Фазовый состав определяли методом рентгеноструктурного фазового анализа (РФА) на дифрактометре D2 PHASER (Bruker AXS GmbH, Германия) при использовании Cu $K_{\alpha}$ -излучения в интервале углов 2 $\theta$  = 10÷140°.

Микроструктурные исследования проводили на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) S-3400N (Hitachi, Япония) с энергодисперсионным спектрометром «NORAN System 7 X-ray Microanalysis System» (Thermo Scientific, США), а также на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-2100 (Jeol, Япония) с помощью держателя «Double-tilt beryllium holder» (Jeol, Япония). Образцы (ламели) изготавливали из предварительно подготовленной фольги с использованием метода сфокусированного ионного пучка (FIB) на приборе «Quanta 200 3D FIB» (FEI Company, США). Фольги для ПЭМ получали методом ионного травления на установке PIPS II System (Gatan,Inc., США).

Механические испытания на сжатие при комнатной температуре осуществляли на универсальной машине LF-100KN (Walter + Bai AG, Швейцария) по ГОСТ 25.503-97.

Окислительные отжиги проводили на воздухе при температуре 1150 °С в течение 30 ч с периодическим взвешиванием образцов в шахтной лабораторной электропечи СШОЛ 1.1,6/12-МЗ. Определяли изменение массы образцов, приведенное к единице площади поверхности, за определенный промежуток времени. На основании экспериментальных данных строили кривые окисления и уравнения аппроксимации. Параболическую постоянную скорости окисления  $(k_p)$  для исследуемых сплавов вычисляли согласно уравнению

$$(\Delta m/S)^2 = k_p \tau, \tag{1}$$

где  $\Delta m$  — изменение массы, **S** — площадь поверхности,  $\tau$  — время.

#### Результаты и их обсуждение

При получении сплава base—2,5Мо—1,5Rе— 1,5Та—0,2Ті в центробежной установке измерялись следующие параметры: скорость горения (U), разброс смеси ( $\eta_1$ ) и полнота выхода металлической фазы в слиток ( $\eta_2$ ). Скорость горения смеси при синтезе с перегрузкой до g = 20 составила  $U = 13 \pm \pm 1$  мм/с. При увеличении перегрузки до g = 300скорость возросла до  $U = 23 \pm 2$  мм/с. Заметное снижение показателя разброса смеси ( $\eta_1$ ) наблюдается только при достижении максимальных значений перегрузки g = 300. При увеличении перегрузки также отмечается равномерное увеличение «выхода годного», или полноты выхода металлической фазы ( $\eta_2$ ) (табл. 2).

Таким образом, для проведения исследований были синтезированы 4 слитка при различных условиях (см. *1*—*4* в табл. 2).

Для изучения влияния металлургических переделов на свойства сплава были также получены образцы 5—7 с дополнительной обработкой: *g* = 50 +

+ ВИП в слиток (5); g = 50 + ВИП в стержень (6) и g = 50 + ВДП (7).

Сравнительный анализ балльности содержания неметаллических включений, проведенный при микроструктурном исследовании сплавов на оптическом микроскопе, представлен на рис. 1.

Анализ структур образцов сплава позволил установить ряд характерных особенностей. Для CBC-сплава 1 (g = 1) наблюдаются дендритная структура и большое количество разнородных включений и пор, что обусловлено отсутствием воздействия центробежного ускорения при синтезе сплава. Сплав характеризуется максимальной балльностью (4-5 ед.) среди исследованных образцов. В CBC-сплаве 2 (g = 20) в структуре заметно преобладает металлическая фаза, но есть включения, средний балл которых составляет 3 ед. При воздействии на расплав перегрузки *g* = 50 был получен более чистый по примесям и неметаллическим включениям слиток 3 (средний балл — 2 ед.). Дальнейшее увеличение перегрузки не давало заметного изменения балльности — средний балл для образца 4 составил 1-2 ед. Следует отметить, что металлургический передел (ВИП, ВДП) не привел к существенному снижению балльности включений (1-2 ед.), но заметно изменились размеры структурных составляющих.

Более подробный анализ микроструктуры полученных сплавов методом СЭМ представлен на рис. 2. Средний размер структурной ячейки NiAl при g = 20 составляет 90  $\pm$  10 мкм, при g = 300 он равен 15  $\pm$  5 мкм. Размер структурных составляющих имеет существенное влияние на механические и окислительные свойства сплавов [11; 20—22]. В работах [11; 19] отмечалось, что микродобавка рения существенно модифицирует структуру. При бо́льших значениях перегрузки происходит интенсивное перемешивание расплавленных продуктов синтеза. Тугоплавкий рений равномерно распределяется по всему объему расплава,

№ образца	Перегрузка g	Скорость горения <i>U</i> , мм/с	Разброс смеси η <sub>1</sub> , %	Полнота выхода металлической фазы в слиток η <sub>2</sub> , %
1	1	12,8	4,2	79
2	20	13,3	3,8	84
3	50	22,6	3,8	92
4	300	25,8	1,8	98,7

Таблица 2. **Параметры синтеза сплава base**–2,5Mo–1,5Re–1,5Ta–0,2Ti Table 2. Synthesis parameters of the base–2.5Mo–1.5Re–1.5Ta–0.2Ti alloy

#### Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy • 2024 • Vol. 30 • No. 1 • P. 24–41

Sanin V.V., Aheiev M.I., Loginov P.A. et al. Structural characteristics and properties of heat-resistant nickel β-alloys produced...



**Рис. 1.** Фотографии и анализ шлифов на содержание неметаллических включений сплава base–2,5Mo–1,5Re–1,5Ta–0,2Ti при различных режимах и технологиях получения  $a - \text{CBC}, g = 1; \delta - \text{CBC}, g = 20; e - \text{CBC}, g = 50; e - \text{CBC}, g = 300; \partial - \text{CBC} (g = 50) + BИП (в слиток); e - \text{CBC} (g = 50) + BИП (в стержень); ж - \text{CBC} (g = 50) + BДП; з - содержание неметаллических включений$ 

**Fig. 1.** Photographs and analysis of sections for non-metallic inclusion content in the base–2.5Mo–1.5Re–1.5Ta–0.2Ti alloy under various conditions and technologies

 $a - SHS, g = 1; \delta - SHS, g = 20; e - SHS, g = 50; e - SHS, g = 300; \partial - SHS (g = 50) + VIM (ingot); e - SHS (g = 50) + VIM (rod); w - SHS (g = 50) + VAR; s - the content of non-metallic inclusion$ 

а его зерна становятся центрами кристаллизации при охлаждении. Это подтверждается химическим анализом сплава, полученного при g = 20. Содержание рения с ростом перегрузки увеличивается от 1,37 % до расчетных значений 1,5 ± 0,2 %. Обращаясь к параметру полноты выхода металлической фазы в слиток ( $\eta_2$  в табл. 2), можно отметить, что при отсутствии центробежных сил или малых перегрузках (ниже 20 g) рений частично переходит в оксидную (шлаковую) фазу, а это не выгодно с экономической точки зрения, с учетом стоимости данного металла.

На рис. 3 представлен анализ структурных составляющих сплава 3 (g = 50). В матрице  $\beta$ -NiAl образуются глобулярные и строчечные микронные и субмикронные включения твердого раствора на основе Cr. В межзеренном пространстве присутствуют включения толщиной 2—8 мкм:

#### Известия вузов. Цветная металлургия • 2024 • Т. 30 • № 1 • С. 24-41

Санин В.В., Агеев М.И., Логинов П.А. и др. Особенности структуры и свойства жаропрочных никелевых β-сплавов, полученных...



(Cr)<sub>Ni,Mo,Co</sub>, (Cr)<sub>Mo,Re</sub> и (Cr)<sub>Re,Mo</sub>. На границах зерен формируется фаза Ni(Al,Ti), обеспечивающая рост сопротивления пластической деформации и повышение прочности сплава. Механические свойства образцов сплава base— 2,5Mo—1,5Re—1,5Ta—0,2Ti, полученных при различных значениях перезагрузки (1—300 g) и дополнительных переделах, представлены в табл. 3. Sanin V.V., Aheiev M.I., Loginov P.A. et al. Structural characteristics and properties of heat-resistant nickel β-alloys produced...



**Рис. 3.** Микроструктура сплава base-2,5Mo-1,5Re-1,5Ta-0,2Ti (g = 50) (a), выделенная область анализа ( $\delta$ ) и карта распределения основных легирующих элементов

Fig. 3. Microstructure of the base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2Ti alloy (g = 50) (a), focused area of analysis ( $\delta$ ), and the distribution map of the main alloying elements

## Таблица 3. Механические свойства сплавов base-2,5Mo-1,5Re-1,5Ta-0,2Ti

Table 3. Mechanical properties

of the base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2Ti alloys

№ образца	Способ получения	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	ε, %		
1	CBC, g = 1	730	_	<1*		
2	CBC, g = 20	813	_	<1		
3	CBC, g = 50	1650	1522	1,95		
4	CBC, $g = 300$	1634	1513	1,24		
5	CBC (g = 50) + + ВИП (в слиток)	1304	1126	0,51		
6	CBC (g = 50) + + ВИП (в стержень)	1680	1555	1,34		
	CBC ( <i>g</i> = 50) + ВДП	1260	_	<1		
* Образцы хрупко разрушились.						

Наилучшее сочетание прочности, предела текучести и остаточной деформации имеет сплав, изготовленный в условиях перегрузок  $g = 50 \div 300$ :  $\sigma_{\rm B} = 1640 \pm 20$  МПа,  $\sigma_{0,2} = 1518 \pm 10$  МПа. Снижение свойств отмечено в образцах CBC + ВИП (слиток):  $\sigma_{\rm B} = 1304 \pm 10$  МПа,  $\sigma_{0,2} = 1126 \pm 10$  МПа, что связано с укрупнением зерен структурных составляющих при медленном охлаждении ( $V_{0XII}$  = = 50 °С/мин). Косвенно это подтверждается при изучении образца CBC + ВИП (стержень), где вместо отливки в слиток осуществлялось вытягивание из расплава в стержень диаметром 8 мм. Условия переплава были одинаковы, но скорость охлаждения подобна CBC-процессам и составила  $V_{\text{охл.2}} =$ = 250 °С/мин. Механические свойства при этом оказались выше:  $\sigma_{\text{в}} = 1680 \pm 10$  МПа,  $\sigma_{0,2} = 1555 \pm \pm 10$  МПа. Применяя дополнительную термическую постобработку, можно повысить механические свойства, как было показано в работах [11; 12; 16].

Важной технологической операцией является контроль химического состава сплавов и содержания нежелательных примесей. В табл. 4 представлено содержание основных легирующих элементов и примесей целевых продуктов синтеза многокомпонентных сплавов base—2,5Mo—1,5Re—1,5Ta—0,2Ti, полученных при различных перегрузках и после дополнительных металлургических переделов.

Из анализа данных химического анализа образцов, полученных по разным технологическим режимам, можно отметить следующее. При перегрузках  $g = 20 \div 300$  состав продуктов синтеза соответствует расчетным значениям. Оптимальные показатели химического состава наблюдаются при  $g = 50 \div 300$ . Примесные элементы Mg, Na, Si, Ca, K, Mn, Cu являются сопутствующими и пере-

#### Таблица 4. Содержание (мас.%) легирующих элементов и примесей в сплавах base-2,5Mo-1,5Re-1,5Ta-0,2Ti

Table 4. Content (wt.%) of alloying elements and impurities in base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2Ti alloys

Элемент	Заданный химический состав	<i>g</i> = 1	g = 20	<i>g</i> = 50	g = 300	g = 50 + ВИП (в слиток)	<i>g</i> = 50 + ВИП (в стержень)	<i>g</i> = 50 + ВДП
Ti	0,15-0,25	0,13	0,15	0,21	0,20	0,17	0,19	0,12
Мо	2,0-3,0	1,83	2,11	2,46	2,48	2,44	2,46	2,56
Re	1,4-1,7	1,26	1,37	1,49	1,52	1,47	1,46	1,53
Та	1,4-1,7	1,86	1,64	1,46	1,46	1,24	1,29	1,38
W	—	0,033	0,032	0,031	0,037	0,031	0,031	0,11
0	—	0,13	0,037	0,021	0,018	0,0016	0,0026	0,0018
Ν	—	0,0074	0,0068	0,0013	0,0011	0,0001	0,0001	0,0001
С	—	0,013	0,014	0,017	0,017	0,011	0,011	0,011
S	—	0,0046	0,0041	0,0033	0,0032	<0,0005	<0,0005	<0,0005
$\Sigma_1$	—	0,1627	0,1533	0,1716	0,1543	0,1498	0,1502	0,2236
$\Sigma_2$	—	0,1410	0,1374	0,0223	0,0191	0,0017	0,0027	0,0019
Примечание. $\Sigma_1$ – содержание примесей; $\Sigma_2$ – сумма газовых примесей.								

носятся в продукты синтеза из исходных реагентов. Суммарное содержание примесей составляет 0,15  $\pm$  0,02 %, что находится в области допустимых значений. Завышенное содержание W (до 0,04 %) отмечается во всех образцах. Предположительно, данный элемент попадает в сплав из размольных шаров при перемешивании шихтовых материалов. В образце после ВДП содержание вольфрама увеличивается до 0,11 мас.%, что объясняется технологическими особенностями процесса и взаимодействием расплава с материалом нерасходуемого электрода (W).

Анализируя содержание газовых примесей (О, N), важных с точки зрения технологичности сплава, можно отметить тенденцию к снижению их содержания с ростом центробежной силы. Содержание кислорода уменьшилось с 0,13 % при g = 1до 0,018 % при g = 300, а содержание азота — соответственно с 0,0074 до 0,0011 %. Газовые примеси оказывают влияние не только на механические свойства, но и на механизм окисления. Операции ВИП и ВДП также вносят существенный вклад в изменение состава примесей. Так, содержание кислорода после ВИП в слиток снижается с 0,018 до 0,0016 %, а азота — с 0,0011 до 0,0001 %. Однако при этом также уменьшается доля легкоплавких элементов (Cr, Ta, Al, Ti), что приводит к изменению состава сплава и его свойств.

Следующим этапом работы по изучению влияния примесей и неметаллических включений на свойства сплава base—2,5Мо—1,5Re—1,5Та—0,2Ті являлось проведение окислительных отжигов на воздухе при температуре 1150 °С в течение 30 ч с периодическим взвешиванием образцов.

Слиток, полученный при g = 1, был исключен из экспериментальной серии, так как не соответствовал химическому составу и требуемому уровню механических свойств. В табл. 5 представлены значения прироста массы образцов после окислительного отжига и уравнения аппроксимации, соответствующие кривым окисления, приведенным на рис. 4. Также на рис. 4 показаны кривые параболической постоянной скорости окисления для исследуемых сплавов.

Для всех образцов, за исключением ВДП-слитка, характер кривых соответствует параболическому закону окисления. Все сплавы характеризуются образованием плотного защитного оксидного слоя в первые часы окисления, что сопровождается значительным торможением процесса окисления. Характер кривой для образца ВДП соответствует степенному закону окисления и отличается нестандартным протеканием процесса окисления с разрушением сначала оксидного слоя и затем самого образца (при  $\tau = 11 \div 12$  ч) в виде трещины, что подтверждается фотографиями после 30 ч окислительного отжига (рис. 5).

Дифракционные спектры окисленной при t = 1150 °C ( $\tau = 30$  ч) поверхности β-сплавов представлены на рис. 6. Основные пики соответству-

# Таблица 5. Влияние легирующих добавок на кинетику окисления литых сплавов base-2,5Mo-1,5Re-1,5Ta-0,2Ti

Table 5. Impact of alloying additions on the oxidation kinetics of base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2Ti cast alloys

№ образца	Способ получения	Уравнение аппроксимации	Прирост массы, г/м <sup>2</sup>
2	CBC, g = 20	$y = 0,0021x^2 + 2,1508x + 4,091$	70,5
3	CBC, g = 50	$y = -0,0006x^3 + 0,0038x^2 + 3,0137x + 1,5265$	78,8
4	CBC, g = 300	$y = -0,0315x^2 + 2,9026x + 3,3651$	62,7
5	CBC (g = 50) + ВИП (в слиток)	$y = -0,0022x^4 + 0,1539x^3 - 3,7188x^2 + 45,51x + 22,95$	421,5
6	CBC (g = 50) + ВИП (в стержень)	$y = -0,0009x^3 + 0,0466x^2 + 0,8678x + 1,6188$	45,1
7	CBC ( <i>g</i> = 50) + ВДП	$y = 8,6204x^{0,9}$	183,58



**Рис. 4.** Кинетические кривые (*a*, *b*) и константа скорости (*k*<sub>*p*</sub>) окисления (*б*, *c*) сплавов base–2,5Mo–1,5Re–1,5Ta–0,2%Ti при температуре 1150 °С в течение 30 ч

**Fig. 4.** Oxidation kinetic curves (a, e) and rate constant ( $k_p$ ) (b, e) for base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2%Ti alloys at 1150 °C for 30 h

ют фазам оксида алюминия  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и шпинели Co<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>, которые являются основными продуктами окисления и представляют собой верхний защитный слой. Помимо оксидов определены фазы на основе алюминида никеля, а легирующие добавки переходят в твердый раствор. Механизм окисления сплава идентичен во всех исследуемых образцах — проникновение кислорода и азота происходит через разрушаемую поверхностную пленку из оксида Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и рыхлого слоя шпинели Co<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>. Наличие неметаллических включений или примесей в сплаве не ока-

Санин В.В., Агеев М.И., Логинов П.А. и др. Особенности структуры и свойства жаропрочных никелевых β-сплавов, полученных...



**Рис. 5.** Внешний вид образцов сплавов base–2,5Мо–1,5Re–1,5Та–0,2Ті после отжига при температуре 1150 °С в течение 30 ч

Fig. 5. Appearance of base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2Ti alloy samples after annealing at a 1150 °C for 30 h



Рис. 6. Дифракционные спектры окисленной поверхности сплава base-2,5Mo-1,5Re-1,5Ta-0,2Ti

**Fig. 6.** Diffraction spectra of oxidized surface of the base–2.5Mo–1.5Re–1.5Ta–0.2Ti alloy

зывает значительного влияния на процесс высокотемпературного окисления. Согласно данным кинетических кривых окисления (см. рис. 4) и фотографий микроструктуры окисленного слоя (рис. 7) все CBC-образцы ( $g = 20 \div 300$ ) демонстрируют схожую динамику окисления с образованием верхнего оксидного слоя и нитридного слоя вблизи сплава. Прирост массы составляет 70 ± 10 г/м<sup>2</sup>. СВС-образец при g = 20 характеризуется клинообразным внедрением нитридов алюминия в глубь слитка по границам зерен, за счет чего толщина оксидного слоя больше. У образца СВС + ВИП (в стержень) прирост массы составляет 45,1 ± 10 г/м<sup>2</sup>, что предположительно связано со снижением вредных газовых примесей с  $\Sigma_{O,N} = 0,0191$  мас.% для СВС-образца (g = 300) до  $\Sigma_{O,N} = 0,0027$  для образца СВС + ВИП (в стержень). Растворенные азот и кислород вносят существенные изменения в кинетику и механизм окисления [18; 19]. Однако влияние растворенных газов на механизм окисления нельзя рассматривать отдельно от масштабного фактора структурных составляющих.

Для образца из ВИП-слитка, изготовленного при аналогичных условиях и отличающегося лишь скоростью охлаждения и большим размером дендритов, отмечены разные механизм и кинетика окисления. Для данного образца определен максимальный размер окисленного слоя — более 250 мкм. Процесс окисления происходит по межфазным границам β-фазы вглубь образца. Прирост массы образца за время окисления  $\tau = 30$  ч составляет 421 ± 5 г/м<sup>2</sup>. При таком интенсивном окислении ( $k_p = 5,28 \cdot 10^{-9} \div 1,64 \cdot 10^{-8}$  г<sup>2</sup>/см<sup>4</sup>/с) Сг и



**Рис. 7.** Микроструктура образцов сплавов base–2,5Мо–1,5Re–1,5Та–0,2Ті после отжига при температуре 1150 °С в течение 30 ч

Fig. 7. Microstructure of base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2Ti alloy samples after annealing at 1150 °C for 30 h

Мо образуют летучие оксиды и возгоняются, не успевая сформировать дополнительные защитные слои. При этом на внешней поверхности окисляемого образца не образуется сплошной защитный слой оксида алюминия.

Образец CBC + ВДП аналогично имеет в ходе окисления высокий прирост массы образца при  $\tau = 30$  ч, который составляет 183 ± 5 г/м<sup>2</sup>. На рис. 5 можно наблюдать трещину, образовавшуюся после 12 ч окисления. Анализируя рис. 5 и 7, можно утверждать о схожести размерных факторов структурных составляющих. На кинетику окисления оказывает влияние изменение химического состава слитка, поскольку, в силу технологических особенностей ВДП, в нем появляется до 0,11 мас.% вольфрама, снижается доля тантала и других элементов (см. табл. 4).

На образце 3 сплава base—2,5Мо—1,5Re—1,5Та— 0,2Ті (g = 50) проведен анализ окисленной поверхности сплава (рис. 8). Сплав содержит три слоя. Верхний оксидный слой толщиной 40 мкм из Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и шпинели Co<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> характеризуется низкой плотностью и большим количеством пор. Под ним расположен тонкий сплошной подслой (5—10 мкм) из Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, препятствующий проникновению кислорода в глубь материала. На границе с подложкой

#### Известия вузов. Цветная металлургия • 2024 • Т. 30 • № 1 • С. 24-41

Санин В.В., Агеев М.И., Логинов П.А. и др. Особенности структуры и свойства жаропрочных никелевых β-сплавов, полученных...



**Рис. 8.** Микроструктура поверхности окисленного образца (*a*) состава base-2,5Mo-1,5Re-1,5Ta-0,2Ti (g = 50), выделенные области анализа ( $\delta - \epsilon$ ), карты распределения элементов и место резки ламели (*s*)

**Fig. 8.** Surface microstructure of oxidized (*a*) base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2Ti sample (g = 50), selected areas for analysis ( $\delta - e$ ), element distribution maps, lamellae cutting site ( $\theta$ )

находится толстый слой (до 100 мкм) на основе AlN с включениями хромсодержащих фаз (Cr,Co)Ni, (Cr)<sub>MoRe</sub>, (Cr)<sub>Mo</sub>.

Для детализации состава дисперсных фаз, располагающихся вдоль границ зерен AlN в промежуточном слое, примыкающем к подложке, были проведены исследования методом ПЭМ. Объектом изучения являлась ламель, вырезанная из поперечного сечения переходного слоя MeN—Me (место ламели показано на рис. 8, *в*). Структура ламели приведена на рис. 9 и 10. На рис. 9 также указаны и пронумерованы места анализа методом ЭДС (спектры *I*—5), результаты которого представлены в табл. 6. Основной фазой переходного слоя является AlN (рис. 9, табл. 6, спектр *I*) с гексагональной кристаллической структурой (пространственная группа P6<sub>3</sub>mc) и параметрами решетки a =



**Рис. 9.** ПЭМ изображение ламели из окисленного слоя образца base-2,5Mo-1,5Re-1,5Ta-0,2Ti (g = 50) и области ЭДС в переходном слое Me-MeO

**Fig. 9.** TEM image and EDS analysis areas of lamella from oxidized layer of base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2Ti sample (g = 50) in the Me–MeO transition layer

## Таблица 6. Химический состав (ат.%) ламели из окисленного слоя образца base-2,5Mo-1,5Re-1,5Ta-0,2Ti (g = 50)

Спектр	Ν	Al	Ti	Cr	Со	Ni	Мо	Re
1	38,71	61,29	_	_	_	_	_	_
2	52,83	_	40,24	5,63	0,38	0,93	_	_
3	_	_	21,79	48,61	5,76	18,35	5,49	_
4	_	_	_	49,31	12,33	20,40	10,83	7,13
5	7,28	-	-	54,11	7,36	24,04	7,20	0,00





**Рис. 10.** ПЭМ-изображение структурных составляющих переходного слоя образца base–2,5Mo–1,5Re–1,5Ta–0,2Ti (*g* = 50)

a – распределение структурных составляющих в ламели;  $\delta$  – увеличенная область фазы TiN;

*в* – электронограмма с зерна AlN вдоль оси зоны [010]; *е* – электронограмма с зерна TiN вдоль оси зоны [110]

Fig. 10. TEM image of transition layer in base-2.5Mo-1.5Re-1.5Ta-0.2Ti sample (g = 50)

a – distribution of structural components;  $\delta$  – enlarged view of TiN phase; a – X-ray diffraction pattern from AlN grain along zone axis [010];

a - X-ray diffraction pattern from TiN grain along zone axis [110]

= 3,078 Å, c = 5,004 Å. Азот, диффундирующий по границам зерен неплотного оксидного слоя  $Al_2O_3$  + +  $Co_2CrO_4$  в глубь металла, а также примесный азот, растворенный в сплаве, реагируют с алюминием, содержащимся в матрице, с образованием AlN. Локальное обеднение сплава алюминием приводит к формированию твердых растворов на основе хрома (Cr), имеющих ОЦК кристаллическую решетку (пространственная группа Im3m), в которых содержатся Ti, Co, Ni, Mo и Re в концентрациях от 5 до 24 ат.% (рис. 9, табл. 6, спектры 3—5). Следует отметить, что помимо данных фаз в окисленном слое присутствуют субмикронные зерна титансодержащей фазы, предположительно нитрида TiN (спектр 2).

На границе раздела зерен твердого раствора хрома (Cr) и нитрида алюминия AlN обнаружены субмикронные включения ГЦК-фазы TiN с параметром решетки a = 4,207 Å (рис. 10). Об-

разование TiN не только связывает растворенный в сплаве азот, снижая его содержание (см. табл. 4), но и увеличивает активность диффундирующего в направлении поверхности алюминия, что способствует формированию плотного оксидного слоя, тем самым повышая жаростойкость сплава.

Проведенное исследование по влиянию примесей и неметаллических включений на механические свойства и кинетику окисления сплава base— 2,5Mo—1,5Re—1,5Ta—0,2Ti является важным с точки зрения поиска оптимального способа получения слитков с наилучшими свойствами.

#### Выводы

1. Установлено влияние центробежного ускорения и дополнительного металлургического передела (ВИП и ВДП) на структуру, механические свойства и жаростойкость сплава base—2,5Мо— 1,5Re—1,5Ta—0,2Ti.

2. Проведена оценка образцов по ГОСТ 1778-70 с объединением всех видов неметаллических включений. С ростом центробежного ускорения снижается доля неметаллических включений — балльность: с 5 до 1—2 ед. Оптимальной величиной центробежного ускорения является g = 50, после увеличения которой заметного уменьшения количества включений не наблюдается. Металлургический передел (ВИП, ВДП) не оказывает заметного влияния на балльность включений, но происходит заметное укрупнение зерен.

**3.** Матрица на основе  $\beta$ -фазы содержит глобулярные микронные и субмикронные включения твердого раствора Сг. В межзеренном пространстве образуются включения (Cr)<sub>Ni,Mo,Co</sub>, (Cr)<sub>Mo,Re</sub> и (Cr)<sub>Re,Mo</sub> толщиной 2—8 мкм, а на границах зерен — фаза Ni(Al,Ti), обеспечивающая рост сопротивления пластической деформации и повышение прочности сплава.

**4.** Наилучшее сочетание прочности, предела текучести и остаточной деформации имеет сплав, полученный в условиях перегрузок  $g = 50 \div 300$ :  $\sigma_{\rm B} = 1640 \pm 20$  МПа,  $\sigma_{0,2} = 1518 \pm 10$  МПа. Наблюдается снижение уровня механических свойств у образцов СВС + ВИП (в слиток):  $\sigma_{\rm B} = 1304 \pm \pm 10$  МПа,  $\sigma_{0,2} = 1126 \pm 10$  МПа. Данный факт обусловлен укрупнением структурных составляющих при медленном охлаждении слитка ( $V_{\rm охл.1} = 50$  °С/мин).

5. Примесные элементы Mg, Na, Si, Ca, K, Mn, Cu являются сопутствующими и переносятся из исходных реагентов. Суммарное содержание примесей находится в области допустимых значений 0,15  $\pm$  0,02 %. C ростом центробежного ускорения содержание примесных кислорода и азота снижается.

### Список литературы/References

 Ying Wang, Hong-bo Guo, Hui Peng, Li-quan Peng, Sheng-kai Gong. Diffusion barrier behaviors of (Ru,Ni) Al/NiAl coatings on Ni-based superalloy substrate. *Intermetallics*. 2011;19(2):191–195. https://doi.org/10.1016/j.intermet.2010.08.016

Dongjun Wang, Ying Liang, Hanwei Ning, Bao Wang.

 Dongjun Wang, Ying Liang, Hanwei Ning, Bao Wang. Effects of Zr and Co on the microstructure and mechanical properties of NiAl-based alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2021;883:160815.

https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.160815

3. Sui X., Lu J., Wei D., Zhang L., Wang R., Zhao W.,

Zhang W. Unveiling the influence of TiN on the microstructure and high-temperature oxidation behavior of Ti-Al-Cr composite coating. *Corrosion Science*. 2022;206:110539.

https://doi.org/10.1016/j.corsci.2022.110539

- Shang Z., Shen J., Wang L., Du Y., Xiong Y., Fu H. Investigations on the microstructure and room temperature fracture toughness of directionally solidified NiAl–Cr(Mo) eutectic alloy. *Intermetallics*. 2015;57:25–33. https://doi.org/10.1016/j.intermet.2014.09.012
- Hu L., Zhang G., Hu W., Gottstein G., Bogner S., Bührig-Polaczek A. Tensile creep of directionally solidified NiAl—9Mo in situ composites. *Acta Materialia*. 2013;61(19):7155—7165.

https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.08.017

6. Grabke H.J. Oxidation of NiAl and FeAl. *Intermetallics*. 1999;7(10):1153–1158.

https://doi.org/10.1016/S0966-9795(99)00037-0

 Kovalev A., Wainstein D., Rashkovskiy A. Influence of Al grain boundaries segregations and La-doping on embrittlement of intermetallic NiAl. *Applied Surface Science*. 2015;354:323-327.

https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.06.110

- Kaplansckii Yu.Yu., Levashov E.A., Korotitskiy A.V., Loginov P.A., Sentyurina Zh.A., Mazalov A.B. Influence of aging and HIP treatment on the structure and properties of NiAl-based turbine blades manufactured by laser powder bed fusion. *Additive Manufacturing*. 2020;31:100999 https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100999
- Levashov E.A., Mukasyan A.S., Rogachev A.S., Shtansky D.V. Self-propagating high-temperature synthesis of advanced materials and coatings. *International Materials Reviews*. 2017; 62(4): 203–239. https://doi.org/10.1080/09506608.2016.1243291
- Kurbatkina V.V. Nickel aluminides. In: Concise encyclopedia of self-propagating high-temperature synthesis. Elsevier, 2017. P. 212–213.

https://doi.org/10.1016/B978-0-12-804173-4.00099-5

- Sanin V.V., Kaplansky Y.Y., Aheiev M.I., Levashov E.A., Petrzhik M.I., Bychkova M.Ya., Samokhin A.V., Fadeev A.A., Sanin V.N. Structure and properties of heatresistant alloys NiAl—Cr—Co—X (X = La, Mo, Zr, Ta, Re) and fabrication of powders for additive manufacturing. *Materials*. 2021;14(12):3144. https://doi.org/10.3390/ma14123144
- Zaitsev A.A., Sentyurina Zh.A., Levashov E.A., Pogozhev Yu.S., Sanin V.N., Loginov P.A., Petrzhik M.I. Structure and properties of NiAl—Cr(Co,Hf) alloys prepared by centrifugal SHS casting. Part 1 — Room temperature investigations. *Materials Science and Engineering: A.* 2017;690:463—472.

https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.09.075

- Klumpes R., Maree C.H.M., Schramm E., de Wit J.H.W. The influence of chromium on the oxidation of β-NiAl at 1000 °C. *Materials and Corrosion*. 1996;47(11):619–624. https://doi.org/10.1002/maco.19960471105
- Bo Li, Fei Liu, Cong Li, Yimin Gao, Congmin Fon, Xiaohu Hou. Effect of Cr element on the microstructure and oxidation resistance of novel NiAl-based high temperature lubricating composites. *Corrosion Science*. 2021;188:109554. https://doi.org/10.1016/i.corsci.2021.109554
- Gao W., Li Z., Wu Z., Li S., He Y. Oxidation behavior of Ni<sub>3</sub>Al and FeAl intermetallics under low oxygen partial pressures. *Intermetallics*. 2002;10(3):263–270. https://doi.org/10.1016/S0966-9795(01)00132-7
- 16. Zaitsev A.A., Sentyurina Zh.A., Levashov E.A., Pogozhev Yu.S., Sanin V.N., Sidorenko D.A. Structure and properties of NiAl—Cr(Co,Hf) alloys prepared by centrifugal SHS casting followed by vacuum induction remelting. Part 2 — Evolution of the structure and mechanical behavior at high temperature. *Materials Science and Engineering: A.* 2017;690:473—481. http://doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.089
- Kaplanskii Yu.Yu., Zaitsev A.A., Levashov E.A., Pogozhev Yu.S., Loginov P.A., Sentyurina Zh.A., Logacheva A.I. The structure and properties of pre-alloyed NiAl— Cr(Co,Hf) spherical powders produced by plasma rotating electrode processing for additive manufacturing. *Journal of Materials Research and Technology*. 2018;7(4):461–468. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.01.003

 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;(3):4—23.

Aheiev M.I., Sanin V.V., Shvindina N.V., Kaplanskii Yu.Yu., Levashov E.A. Oxidation kinetics and mechanism of nickel alloys. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2022;(3):4–23.

https://doi.org/10.17073/1997-308X-2022-3-4-23

 Sanin V.V., Aheiev M.I., Kaplanskii Yu.Yu., Loginov P.A., Bychkova M.Ya., Levashov E.A. The effect of dopants on structure formation and properties of cast SHS alloys based on nickel monoaluminide. *Materials*. 2023;16(9):3299.

https://doi.org/10.3390/ma16093299

- Логунов А.В. Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин. М.: Газотурбинные технологии, 2017. 854 с.
- Zhang W.L., Li S.M., Fu L.B., Li W., Sun J., Wang T.G., Jiang S.M., Gong J., Sun C. Preparation and cyclic oxidation resistance of Hf-doped NiAl coating. *Corrosion Science*. 2022;195:110014.

https://doi.org/10.1016/j.corsci.2021.110014

 Dingding Zhu, Xinli Wang, Peng Jia, Canying Cai, Jianyu Huang, Guangwen Zhou. One-dimensional γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> growth from the oxidation of NiAl. *Corrosion Science*. 2023;216:111069. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2023.111069

### Информация об авторах

Виталий Владимирович Санин – к.т.н., вед. науч. сотрудник лаборатории металлургических процессов АО «Гиредмет», науч. сотрудник Научно-учебного центра (НУЦ) СВС МИСИС–ИСМАН. https://orcid.org/0000-0002-9983-654X E-mail: sanin@misis.ru

**Максим Игоревич Агеев** – к.т.н., мл. науч. сотрудник НУЦ СВС МИСИС–ИСМАН. https://orcid.org/0000-0003-2079-8710 E-mail: aheievmi@gmail.com

**Павел Александрович Логинов** – к.т.н., науч. сотрудник НУЦ СВС МИСИС–ИСМАН. https://orcid.org/0000-0003-2505-2918 E-mail: pavel.loginov.misis@list.ru

Марина Яковлевна Бычкова — к.т.н., доцент Национального исследовательского технологического университета «МИСИС» (НИТУ МИСИС), науч. сотрудник НУЦ СВС МИСИС–ИСМАН. https://orcid.org/0000-0002-9233-4707 E-mail: bychkova@shs.misis.ru

Елизавета Сергеевна Шукман — начальник испытательного аналитико-сертификационного центра АО «Гиредмет». https://orcid.org/0000-0001-9999-6888 E-mail: ESKoshel@rosatom.ru

**Лилия Юрьевна Межевая** – ст. науч. сотрудник испытательного аналитико-сертификационного центра АО «Гиредмет», аспирант кафедры сертификации и аналитического контроля НИТУ МИСИС. https://orcid.org/0000-0001-9481-3149 E-mail: lymezhevaya@rosatom.ru

Владимир Николаевич Санин — д.т.н., гл. науч. сотрудник Института структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова РАН (ИСМАН). https://orcid.org/0000-0001-8402-4605 E-mail: svn@ism.ac.ru

Тамара Александровна Лобова — д.т.н., профессор кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий НИТУ МИСИС. https://orcid.org/0009-0002-1749-0782 E-mail: smazka39@mail.ru

### Information about the authors

Vitaly V. Sanin – Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher of the Laboratory of Metallurgical Processes of JSC "Giredmet"; Researcher of the Scientific-Educational Center of SHS of MISIS–ISMAN. https://orcid.org/0000-0002-9983-654X E-mail: vivsanin@rosatom.ru

Maksym I. Aheiev – Cand. Sci. (Eng.), Junior Researcher, Scientific-Educational Center of SHS of MISIS–ISMAN. https://orcid.org/0000-0003-2079-8710 E-mail: aheievmi@gmail.com

**Pavel A. Loginov** – Cand. Sci. (Eng.), Researcher, Scientific-Educational Center of SHS of MISIS–ISMAN. https://orcid.org/0000-0003-2505-2918 E-mail: pavel.loginov.misis@list.ru

Marina Ya. Bychkova – Cand. Sci. (Eng.), Assistant Prof. of National University of Science and Technology "MISIS" (NUST MISIS), Researcher of Scientific-Educational Center of SHS of MISIS–ISMAN. https://orcid.org/0000-0002-9233-4707 E-mail: bychkova@shs.misis.ru

Elizaveta S. Shukman – Head of the Analytical Certification Center of JSC "Giredmet". https://orcid.org/0000-0001-9999-6888 E-mail: ESKoshel@rosatom.ru

Liliya Yu. Mezhevaia – Senior Researcher of the Analytical Certification Center of JSC "Giredmet"; Postgraduate Student of the Department of Certification and Analytical Control, NUST MISIS. https://orcid.org/0000-0001-9481-3149 E-mail: lymezhevaya@rosatom.ru

Vladimir N. Sanin – Dr. Sci. (Eng.), Chief Researcher, Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science of the Russian Academy of Sciences. https://orcid.org/0000-0001-8402-4605 E-mail: svn@ism.ac.ru

**Tamara A. Lobova** – Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Department of Powder Metallurgy and Functional Coating of NUST MISIS. https://orcid.org/0009-0002-1749-0782 E-mail: smazka39@mail.ru

### Вклад авторов

**В.В. Санин** – определение цели работы и концепции исследований, написание статьи, проведение синтезов, проведение дополнительных металлургических переделов, обсуждение и описание результатов.

**М.И. Агеев** – определение цели работы и концепции исследований, написание статьи, проведение микроструктурных исследований, рентгенофазового структурного анализа, механических испытаний, испытаний на жаростойкость, обсуждение и описание результатов.

## **Contribution of the authors**

**V.V. Sanin** – determined the research's objective and conceptual framework, wtote the article, executed the synthesis processes, performed additional metallurgical processing, and engaged in the discussion and documentation of the findings.

**M.I. Aheiev** – defined the work's aim and conceptualization, contributed to writing the manuscript, conducted micro-structural examinations, *X*-ray diffraction structural analyses, mechanical testing, and assessments of heat resistance, participated in discussions and the elucidation the results.

**П.А. Логинов** — проведение исследований методом просвечивающей микроскопии, описание результатов и их обсуждение, написание статьи.

**М.Я. Бычкова** — участие в обсуждении концепции исследований, участие в обсуждении результатов, описание результатов рентгенофазового структурного анализа и микроструктурных исследований.

**Е.С. Шукман** – проведение исследований по определению химического состава, описание результатов и участие в их обсуждении.

**Л.Ю. Межевая** – исследование металлографических шлифов методом оптической микроскопии, проведение оценки неметаллических включений, описание результатов определения химического состава, участие в обсуждении результатов.

**В.Н. Санин** — участие в обсуждении концепции исследований, проведение синтезов и металлургических переделов, обсуждение результатов исследований.

**Т.А. Лобова** – определение цели работы и концепции исследований, обсуждение результатов исследований, описание результатов механических испытаний.

**P.A. Loginov** – focused on transmission microscopy investigations, contributed to the discussions, interpretation of the results, and co-authored the article.

**M.Ya. Bychkova** – participating in the discussion of the research concept and results, describing the results of the *X*-ray diffraction structural analysis and microstructural studies.

**E.S. Shukman** – undertook the analysis to ascertain the chemical composition of the alloys, described these findings, and participated in the deliberation of the results.

**L.Yu. Mezhevaia** – carried out the investigation of metallographic sections using optical microscopy, evaluated the nonmetallic inclusions, documented the chemical composition results, and contributed to the discussion of the findings.

**V.N. Sanin** – engaged in conceptual discussions, undertook synthesis and metallurgical processing tasks, and participated in analyzing and discussing the research outcomes.

**T.A. Lobova** – defined the research direction and framework, took part in discussions on the findings, and described the outcomes of the mechanical tests.

Статья поступила в редакцию 29.01.2024, доработана 12.02.2024, подписана в печать 14.02.2024 The article was submitted 29.01.2024, revised 12.02.2024, accepted for publication 14.02.2024