



Самораспространяющийся высокотемпературный синтез
Self-Propagating High-Temperature Synthesis



УДК 621.762

<https://doi.org/10.17073/1997-308X.2026.589P.1088>

Научная статья

Research article



Центробежная СВС-металлургия высокоэнтропийных сплавов на основе системы Nb–Ta–Hf, легированных Cr, V, Zr, Ti, Ce + La, Gd, и получение композитов на их основе, армированных оксидным волокном

В. Н. Санин¹, Д. М. Икорников¹, А. О. Сивакова¹, Д. Ю. Ковалев¹,
М. Д. Панова², С. Б. Бабкин^{1, 3}, С. Т. Милейко^{1, 3}

¹ Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мерджанова РАН
Россия, 142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 8

² АО «Государственный научно-исследовательский и проектный институт
редкометаллической промышленности «Гиредмет» им. Н.П. Сажина»
Россия, 111524, г. Москва, ул. Электродная, 2

³ Институт физики твердого тела им. Ю.А. Осипьяна РАН
Россия, 142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 2

✉ i@sanin-vn.ru

Аннотация. В последние годы семейство высокоэнтропийных сплавов (ВЭС) является объектом повышенного интереса исследователей. Среди них особое место занимают тугоплавкие (жаропрочные) высокотемпературные сплавы (ТВЭС) (англ. RHEAs – *refractory high-entropy alloys*), состоящие преимущественно из элементов с высокой температурой плавления (Nb, Mo, Ta, W, Re, Hf и др). Такие сплавы рассматриваются с прицелом на применение в авиационной и аэрокосмической отраслях промышленности для работы в условиях воздействия высоких температур (свыше 1100 °С). Основными недостатками разрабатываемых составов ТВЭС на основе тугоплавких элементов являются очень высокий удельный вес (более 10 г/см³), низкая окислительная стойкость и относительно низкие показатели длительной прочности, что неприемлемо для таких материалов. Один из эффективных путей повышения требуемых показателей – упрочнение ТВЭС оксидными волокнами. В рамках настоящей работы впервые были получены и исследованы высокотемпературные композиты в сочетании оксидного волокна эвтектического состава Al₂O₃–Al₅Y₃O₁₂ с ТВЭС на основе базовой системы тугоплавких металлов Nb–Ta–Hf, легированными 3d-металлами (Cr, V, Ti, Zr). Интегральная технология получения нового класса высокотемпературных композитов ТВЭС/оксидное волокно включала синтез методами центробежной СВС-металлургии новых сплавов на основе базовой системы Nb–Ta–Hf, легированных 3d-металлами (Cr, V, Zr, Ti), и формирование пилотных образцов композитов методами горячего прессования с упорядоченной структурой волокна и его долей от 0 до 40 об. % в составе композита. Синтезированные ТВЭС были испытаны в условиях окислительного отжига, а полученные композиты с различным содержанием волокна – на высокотемпературную прочность (трехточечный изгиб). Синтез ТВЭС проводился с использованием метода центробежной СВС-металлургии – одного из технологических направлений в области самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), а также СВС-систем термитного типа, содержащих порошкообразные оксиды целевых элементов. Показано, что основной фазой синтезированных сплавов является твердый раствор, имеющий ОЦК кристаллическую структуру, при этом общий фазовый состав образцов зависит от содержания в исходной смеси других легирующих элементов. Введение в сплав элементов 4-й группы (Ti, Zr, Hf), 5-й группы (V) и 6-й группы (Cr), а также редкоземельных элементов (Ce + La, Gd) приводит к образованию фаз твердых растворов, имеющих другой структурный тип. При изучении окислительной стойкости полученных материалов установлено, что состав S2-3 (Nb₄₅Ta₂₀Hf₁₅Ti₁₅Cr₅) наиболее перспективен для дальнейшего исследования и, в сравнении с предлагаемыми составами других авторов, имеет хорошие показатели по жаростойкости, что делает его конкурентоспособным для высокотемпературного применения. Высокотемпературные испытания при температуре 1300 °С выявили, что при увеличении содержания волокна в составе композита в интервале 0–25 об. % прочность при испытании на 3-точечный изгиб повышается в 4,5 раза, достигая 163 МПа.

Ключевые слова: самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), центробежная СВС-металлургия, тугоплавкие высокоэнтروпийные сплавы (ТВЭС), сплавы на основе тугоплавких металлов, композиты с металлической матрицей, композиты оксидное волокно/ТВЭС, окислительная стойкость ТВЭС, высокотемпературная прочность

Благодарности: Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда № 24-13-00065, <https://rscf.ru/project/24-13-00065/>

Для цитирования: Санин В.Н., Икорников Д.М., Сивакова А.О., Ковалев Д.Ю., Панова М.Д., Бабкин С.Б., Милейко С.Т. Центробежная СВС-металлургия высокоэнтропийных сплавов на основе системы Nb–Ta–Hf, легированных Cr, V, Zr, Ti, Ce + La, Gd, и получение композитов на их основе, армированных оксидным волокном. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2026;20(3):48–66. <https://doi.org/10.17073/1997-308X.2026.589P.1088>

Centrifugal SHS metallurgy of Nb–Ta–Hf-based high-entropy alloys alloyed with Cr, V, Zr, Ti, Ce + La, and Gd, and fabrication of oxide-fiber-reinforced composites with these alloys

V. N. Sanin¹✉, D. M. Ikornikov¹, A. O. Sivakova¹, D. Yu. Kovalev¹,
M. D. Panova², S. B. Babkin^{1,3}, S. T. Mileiko^{1,3}

¹Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science of the Russian Academy of Sciences
8 Academician Osip'yan Str., Chernogolovka, Moscow Region 142432, Russia

²N.P. Sazhin State Research and Design Institute of the Rare-Metal Industry (Giredmet), JSC
2 Elektrodная Str., Moscow 111524, Russia

³Yu.A. Osip'yan Institute of Solid State Physics of the Russian Academy of Sciences
2 Academician Osip'yan Str., Chernogolovka, Moscow Region 142432, Russia

✉ i@sanin-vn.ru

Abstract. High-entropy alloys (HEAs) have attracted considerable research interest. Refractory high-entropy alloys (RHEAs), composed primarily of high-melting-point elements (Nb, Mo, Ta, W, Re, Hf, etc.), are of particular interest. These alloys are considered promising for aviation and aerospace applications at temperatures above 1100 °C. The principal disadvantages of refractory-element-based RHEAs are their very high density (more than 10 g/cm³), poor oxidation resistance, and relatively low creep strength, which limit their suitability for these applications. Oxide-fiber reinforcement is a promising approach to improving these properties. In this study, for the first time, high-temperature composites combining eutectic Al₂O₃–Al₅Y₃O₁₂ oxide fibers with Nb–Ta–Hf-based RHEAs containing transition metals (Cr, V, Ti, and Zr) were produced and investigated. The integrated process comprised the synthesis of novel Nb–Ta–Hf-based alloys containing Cr, V, Zr, and Ti by centrifugal SHS metallurgy, followed by hot pressing to fabricate prototype composites with aligned fibers at volume fractions of 0–40 vol. %. The synthesized RHEAs were subjected to oxidation annealing, and the composites with different fiber contents were tested for high-temperature flexural strength by three-point bending. The RHEAs were synthesized by centrifugal SHS metallurgy, a branch of self-propagating high-temperature synthesis (SHS), using thermite-type SHS mixtures containing powdered oxides of the target elements. The main phase in the synthesized alloys was a body-centered cubic (BCC) solid solution, whereas the overall phase composition depended on the other alloying elements in the starting mixture. Alloying with Group 4 elements (Ti, Zr, Hf), Group 5 (V), Group 6 (Cr), and rare-earth elements (Ce + La and Gd) promoted the formation of solid-solution phases with different crystal structures. Oxidation-resistance tests identified composition S2-3 (Nb₄₅Ta₂₀Hf₁₅Ti₁₅Cr₅) as the most promising for further study. Compared with compositions reported by other authors, it exhibited good oxidation resistance, making it competitive for high-temperature applications. At 1300 °C, increasing the fiber content from 0 to 25 vol. % increased the three-point flexural strength by a factor of 4.5 to 163 MPa.

Keywords: self-propagating high-temperature synthesis (SHS), centrifugal SHS metallurgy, refractory high-entropy alloys (RHEAs), refractory-metal-based alloys, metal-matrix composites, oxide fiber/RHEA composites, RHEA oxidation resistance, high-temperature strength

Acknowledgements: The work was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 24-13-00065, <https://rscf.ru/project/24-13-00065/>

For citation: Sanin V.N., Ikornikov D.M., Sivakova A.O., Kovalev D.Yu., Panova M.D., Babkin S.B., Mileiko S.T. Centrifugal SHS metallurgy of Nb–Ta–Hf-based high-entropy alloys alloyed with Cr, V, Zr, Ti, Ce + La, and Gd, and fabrication of oxide-fiber-reinforced composites with these alloys. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2026;20(3):48–66. <https://doi.org/10.17073/1997-308X.2026.589P.1088>

Введение

В область материаловедения относительно недавно была введена новая концепция формирования металлических материалов, в основу которой была положена парадигма мультикомпонентности [1; 2], в отличие от существовавшей несколько столетий парадигмы формирования сплавов на основе одного базового элемента (Cu, Fe и позже Ni, Al, Ti и др.). В первых работах было сформировано предположение, что вследствие высокого вклада конфигурационной энтропии смешения в свободную энергию Гиббса, обусловленного наличием сразу нескольких составных элементов, взятых в эквиатомном количестве, происходят образование и стабилизация структуры высокоэнтропийных твердых растворов замещения с высокосимметричной кубической гранецентрированной (ГЦК) или объемно-центрированной кубической (ОЦК) решетками [3–6], обладающих одновременно высокой прочностью и достаточной пластичностью. Такие материалы получили название высокоэнтропийных сплавов (ВЭС), и на протяжении последних 20 лет ВЭС являются объектом повышенного интереса исследователей.

Однако проводимые позже исследования выявили, что энтропийный вклад в снижение свободной энергии Гиббса далеко не всегда является определяющим фактором при формировании неупорядоченных твердых растворов в реальных системах. Установлено, что фазовый состав ВЭС в первую очередь определяется не числом входящих в состав элементов, а набором характеристик атомов составных элементов и соотношением их концентраций [7–12].

Именно поэтому в последние годы основными объектами исследований в области ВЭС становятся не эквиатомные сплавы, когда реализуются максимальные значения конфигурационной энтропии, а сплавы с обоснованным выбором различных компонентов и заметным отклонением от эквимоллярности. Благодаря этому был выявлен целый ряд перспективных ВЭС, обладающих набором физико-химических характеристик, превышающих таковые для традиционных коммерческих сплавов [4; 7; 11–17]. Кроме того, все более широкое использование традиционных инструментов управления структурой ВЭС на микроуровне (термо- и механической обработка, микролегирование) и новые методы получения ВЭС (адитивные технологии, механосинтез, синтез из растворов, само-

распространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) и др.) позволяют формировать материалы на основе ВЭС с заданным уровнем востребованных эксплуатационных характеристик. Ожидается, что в ряде областей практического применения ВЭС превзойдут по эксплуатационным характеристикам современные коммерческие сплавы [13–16].

Благодаря большому многообразию уже исследуемых составов, ВЭС начали классифицировать по семействам [18]. Среди них особое место занимают тугоплавкие (жаропрочные) высокотемпературные сплавы (ТВЭС) (англ. RHEAs – *refractory high-entropy alloys*), состоящие преимущественно из элементов с высокой температурой плавления – таких, как ниобий (Nb), молибден (Mo), тантал (Ta), вольфрам (W), рений (Re), гафний (Hf) [14; 18–23]. Тугоплавкие металлы обладают высокой прочностью и устойчивостью к деформации при высоких температурах. Такие сплавы рассматриваются с прицелом на применение в авиационной и аэрокосмической отраслях промышленности для работы в высокотемпературной области эксплуатации установок газотурбинного типа, где требуется повышение рабочих температур сверх установленных для современных никелевых суперсплавов (до 1100 °C) [24; 25].

В первых исследованиях [22; 23] сообщалось, что такие ТВЭС, как NbMoTaW и VNbMoTaW с однообъемно-центрированной кубической (ОЦК) структурой, имеют хорошую способность к упрочнению при комнатной температуре и стабильную структуру при $t = 1400$ °C, при этом предел текучести остается на уровне 405 и 477 МПа соответственно, когда температура достигает 1600 °C. Этот результат явно демонстрирует большой потенциал практического применения ТВЭС.

К основным недостаткам первых составов ТВЭС на основе тугоплавких элементов относятся очень высокий удельный вес (более 14 г/см³) и низкая окислительная стойкость [23], что является неприемлемым для таких материалов. Поэтому впоследствии, с целью нивелировать эти факторы, в состав ТВЭС дополнительно начали вводить более легкие и доступные элементы – такие, как Cr, Ti, Zr, Co, Mn и Al [18; 26–38]. Их наличие в составе позволяет решать важные практические задачи: снижение удельного веса, повышение удельной прочности и окислительной (коррозионной) стойкости, уменьшение стоимости и др., что открывает новый потенциал в развитии таких сплавов.

Сохранение высокотемпературной прочности ТВЭС при частичной замене тугоплавких элементов – это объект исследования большинства последних работ, посвященных разработке новых составов на основе ТВЭС. Однако следует отметить, что большая часть разрабатываемых материалов подвергается испытаниям на кратковременную прочность при сжатии или растяжении [30–33; 35; 37–42]. Реальные же условия предполагают их длительную эксплуатацию в условиях воздействия высокой температуры и механического воздействия. Выполненные единичные работы по исследованию поведения ТВЭС в условиях такого длительного воздействия свидетельствуют об их низких показателях по сопротивлению ползучести [43] с заметным отставанием от существующих промышленных сплавов на основе Ni.

Одним из эффективных путей повышения высокотемпературной прочности для материалов на основе металлических сплавов является их упрочнение оксидными волокнами [44–46]. Также исследуются материалы, упрочненные волокнами из SiC и углеродными волокнами [47–51].

В рамках настоящей работы впервые были получены и исследованы высокотемпературные композиты, сочетающие оксидное волокно эвтектического состава $Al_2O_3-Al_5Y_3O_{12}$ и ТВЭС на основе базовой системы Nb–Ta–Hf, легированные 3d-металлами (Cr, V, Ti, Zr).

Работа включает два основных блока:

– синтез методами центробежной СВС-металлургии [52–55] новых материалов на основе системы тугоплавких металлов Nb–Ta–Hf, легированных Cr, V, Zr, Ti, Ce + La, Gd, непосредственно (*in situ*) СВС, и исследование влияния легирующей

системы на один из важных параметров – окислительную стойкость ТВЭС;

– получение пилотных образцов нового класса высокотемпературных композитов в сочетании оксидное волокно/ТВЭС методами горячего прессования и оценка показателей прочности при изгибе для полученных образцов в условиях воздействия высокой температуры (1300 °C).

Материалы и методы

Ранее авторами была синтезирована и исследована [52; 53] серия составов, сформированных на основе базовой системы Mo–Nb–Ta и легированных Cr, V, Zr, Ti и Hf. Изучением жаростойкости таких составов установлено, что присутствие Mo в высоких концентрациях негативно влияет на окислительную стойкость получаемых сплавов и заметно повышает удельный вес. Поэтому в настоящей работе была выбрана базовая система на основе трех тугоплавких элементов (Nb, Ta, Hf) без участия Mo.

Исследования были проведены для 6 составов ТВЭС, из которых 4 состава (S2-1–S2-4) формировались путем вводимых легирующих компонентов на основе переходных металлов (Cr, V, Ti и Zr) и 2 состава (S2-5 и S2-6) были дополнительно легированы редкоземельными металлами (РЗМ) лантаноидной группы. Расчетный химический состав выбранных композиций ВЭС для синтеза и последующего анализа представлен в табл. 1.

Известно, что РЗМ являются сильными модификаторами структуры многих промышленных сплавов. Для формирования сплава S2-5 в качестве источника РЗМ был взят промышленный, относительно дешевый полупродукт – мишметалл (Mm), применяемый

Таблица 1. Расчетный химический состав серии исследуемых сплавов на основе системы Nb–Ta–Hf, мас. %/ат. %

Table 1. Calculated chemical composition of the investigated Nb–Ta–Hf-based alloy series, wt. %/at. %

Образец	Сплав	Nb	Ta	Hf	Zr	V	Cr	Ti	Mm	Gd
S2-1	Nb ₅₀ Ta ₂₀ Hf ₁₀ Zr ₂₀	<u>39,12</u> 50,0	<u>30,48</u> 20,0	<u>15,03</u> 10,0	<u>15,37</u> 20,0	–	–	–	–	–
S2-2	Nb ₃₅ Ta ₁₅ Hf ₁₀ Zr ₂₀ V ₂₀	<u>30,69</u> 35,0	<u>25,62</u> 15,0	<u>16,85</u> 10,0	<u>17,22</u> 20,0	<u>9,62</u> 20,0	–	–	–	–
S2-3	Nb ₄₅ Ta ₂₀ Hf ₁₅ Ti ₁₅ Cr ₅	<u>36,50</u> 45,0	<u>31,59</u> 20,0	<u>23,37</u> 15,0	–	–	<u>2,27</u> 5,0	<u>6,27</u> 15,0	–	–
S2-4	Nb ₃₅ Ta ₁₅ Hf ₁₀ Zr ₂₀ V ₁₀ Cr ₁₀	<u>30,67</u> 35,0	<u>25,6</u> 15,0	<u>16,83</u> 10,0	<u>17,20</u> 20,0	<u>4,8</u> 10,0	<u>4,9</u> 10,0	–	–	–
S2-5	Nb ₄₉ Ta ₂₀ Hf _{7,3} Zr ₂₂ Mm _{1,7}	<u>39,20</u> 49,2	<u>30,40</u> 19,6	<u>11,00</u> 7,2	<u>17,40</u> 22,3	–	–	–	<u>2,0</u> 1,7	–
S2-6	Nb _{40,7} Ta _{18,8} Zr _{21,3} Cr _{5,4} Gd _{7,5}	<u>39,10</u> 47,0	<u>30,45</u> 18,8	–	<u>17,38</u> 21,3	–	<u>2,51</u> 5,4	–	–	<u>10,56</u> 7,5

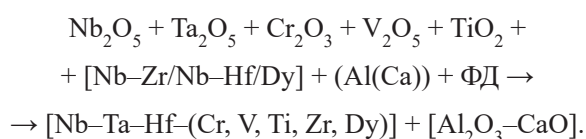
Примечание: Mm (Ce + La) – мишметалл МЦ50ЖЗ.

в промышленности как прекурсор для получения РЗМ в раздельном виде. В состав Мм преимущественно входят Се и La. Модификатором для состава S2-6 был выбран промышленно выпускаемый РЗМ – металлический гадолиний, который показал свое положительное влияние в титановых сплавах. Кроме того, Gd имеет одно из самых высоких сечений захвата тепловых нейтронов среди всех элементов, что делает его присутствие полезным при разработке ТВЭС для использования в ядерной энергетике.

Синтез проводился с помощью метода центробежной СВС-металлургии [52–55] с использованием СВС-систем термитного типа, содержащих порошкообразные оксиды целевых элементов (Nb_2O_5 , Ta_2O_5 , Cr_2O_3 , V_2O_5 , TiO_2), а также металл-восстановитель (Al) с добавлением незначительного количества металлического Ca (не более 3 мас. %). Также вводили флюсообразующие функциональные добавки (ФД) – CaO и CaF_2 – с концентрацией каждой от 2 до 5 мас. %.

Элементы Zr и Hf являются химически активными компонентами и, подобно алюминию, способны участвовать в окислительно-восстановительных реакциях во фронте горения. С целью минимизации их участия такие компоненты вводили в состав смеси в виде гранул специально изготовленных лигатур Nb–Zr и Hf–Nb. Подобный прием ранее уже был апробирован авторами [52; 53] и показал удовлетворительный результат. При введении в исходную смесь лигатур состав корректировался, исходя из общего содержания по Nb. Некоторые характеристики основных применяемых порошковых реагентов приведены в табл. 2.

В общем виде химическую схему синтеза можно представить следующим образом:



Предварительно все порошки исходных оксидных компонентов просушивали от адсорбированной влаги в сушильных шкафах типа СНОЛ ($t = 90^\circ\text{C}$, $\tau = 1$ ч). После дозировки компонентов (из расчета на получение целевого состава сплава) осуществляли смешивание реагентов, которое проводили в планетарной мельнице марки МП4/5,0 с объемом барабана до 5 л в течение 15–20 мин при соотношении масс шаров и шихты 1:10.

Для синтеза составов в режиме горения использовали полые цилиндрические тугоплавкие формы из спеченного электролитического корунда (Al_2O_3) с внутренним диаметром 80 мм и высотой 170 мм, которые предварительно просушивали (не менее 1 ч при $t = 90^\circ\text{C}$). Для вибрационного уплотнения смеси в процессе засыпки шихту засыпали во внутренний объем формы в количестве 500 г.

Готовую форму со смесью помещали на ротор центробежной СВС-установки. Процесс горения приготовленных составов проводился в центробежной СВС-установке оригинальной конструкции [53; 56], спроектированной специально для решения задач получения литых материалов методами центробежной СВС-металлургии. Ранее было выявлено [52], что оптимальным интервалом перегрузки для получения сплавов на основе тугоплавких металлов является интервал от 55 до 65 г.

Для создания центробежного ускорения ротор центрифуги с помощью электропривода приводился в движение до определенных параметров вращения, что обеспечивало действие перегрузки в заданном интервале g. Затем реакционная смесь воспламенялась подачей короткого импульса лазерного излучения мощностью 350 Вт, сфокусированного до «пятна» диаметром 3–4 мм на поверхности порошковой засыпки образца. Горение составов проходило при установившемся вращении ротора в реакцион-

Таблица 2. Некоторые характеристики основных исходных порошковых компонентов

Table 2. Selected characteristics of the principal starting powder components

Вещество	Марка	ГОСТ/ТУ	Размер частиц, мкм	Химический состав, мас. %
Nb_2O_5	ОСЧ (8-2)	ТУ 6-09-4047-86	–	99,9
Ta_2O_5	–	ТУ 48-4-408-78	<70	99,9
Cr_2O_3	Ч	ТУ 6-09-4272-84	<20	99,0
V_2O_5	–	ТУ 6-09-4093-75	–	–
TiO_2	–	ТУ 6-09-2166-77	–	99,8
Nb–Zr	–	Изготовлено по заказу	<3000	Zr – 40 Nb – ост.
Hf–Nb	–	Изготовлено по заказу	<3000	Hf – 60 Nb – ост.
Al	ПА-4	ГОСТ 60-58-73	<130	98,8

ной форме открытого типа при атмосферном давлении. Температура горения состава составляла более 3000 К, что превышало температуру плавления конечных продуктов. После завершения процесса горения расплавленные конечные продукты (расплав сплава и шлака на основе оксида алюминия) вследствие взаимной нерастворимости и под действием центробежных сил расслаивались и, охлаждаясь, кристаллизировались. Охлаждение реакционной массы проводилось принудительно через водоохлаждаемый кожух реакционного блока. Продукты горения представляли собой слиток, состоящий из двух слоев, разделенных четко выраженной границей. Верхняя часть слитка (шлаковая) представляла собой плавленный корунд, нижняя – целевой сплав ТВЭС.

Воздействие перегрузки на стадии горения СВС-составов термитного типа позволило существенно снизить или полностью подавить разброс продуктов горения, а также обеспечить интенсивное перемешивание высокотемпературного расплава продуктов синтеза за фронтом горения и получить высокую конверсию исходной смеси непосредственно во фронте горения. Воздействие перегрузки на стадии сепарации продуктов синтеза и последующего охлаждения позволило реализовать высокий выход металлической фазы в слиток (приближающийся к расчетному) и удалить газообразные продукты из него; кроме того, перегрузка способствует выравниванию химического состава по объему формируемого слитка, что является критически важным для синтеза полиметаллических сплавов. Процесс горения составов регистрировался на видеокамеру, размещенную на роторе центробежной установки.

Анализ фазового состава проводили на рентгеновском дифрактометре ARL X'TRA. Распределение элементов по структурным составляющим синтезированных ТВЭС и анализ состава (ESP) осуществляли методом сканирующей электронной микроскопии на автоэмиссионном сканирующем электронном микроскопе сверхвысокого разрешения «Zeiss Ultra

plus» на базе «Ultra 55», оснащенном детектором энергодисперсионного (ЭДС) анализа с возможностью построения карт распределения элементов по поверхности образца.

Стойкость к окислению синтезированных ТВЭС изучали посредством высокотемпературной выдержки в среде воздуха с использованием образцов диаметром 8 мм и высотой 4 мм с предварительно отполированной поверхностью до шероховатости $R_z = 5$, подвергнутых ультразвуковой очистке в изопропанол. Испытания проводили для каждого сплава. Термическую обработку осуществляли в муфельной печи с программным управлением при $t = 1000$ °С в течение 0,25, 0,5, 1,0, 2,0 ч и затем каждый час до суммарного времени 8 ч. После каждого периода испытаний образец охлаждали до комнатной температуры на воздухе, а затем измеряли его массу с помощью аналитических весов с точностью до 0,1 мг.

Результаты и их обсуждение

Формирование химического состава ТВЭС на основе базовой системы Nb–Ta–Hf

Анализ элементного состава для полученных сплавов, проводимый методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии, показал, что целевые элементы Nb, Ta, Hf, Zr, Cr, V присутствуют в составе синтезированных ВЭС, а их отклонение от расчетных концентраций не превышает 1 мас. % (табл. 3) за исключением Gd и Ce + La.

Наибольшее отклонение от расчетного состава было зарегистрировано для образца S2-5 ($\text{Nb}_{49}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{7,3}\text{Zr}_{22}\text{Mm}_{1,7}$) (см. табл. 1). Наиболее очевидным тому объяснением является то, что при введении Mm в состав смеси достаточно химически-активные компоненты (Ce + La), несмотря на их нахождение в частично связанном состоянии в составе Mm, наряду с Al активно принимают участие в восстановлении оксидов металлов.

Таблица 3. Измеренный химический состав синтезированных образцов сплавов на основе системы Nb–Ta–Hf, мас. %

Table 3. Measured chemical composition of the synthesized Nb–Ta–Hf-based alloy samples, wt. %

Образец	Сплав, ат. %	Nb	Ta	Hf	Zr	V	Cr	Ti	Ce/La	Gd	Al
S2-1	$\text{Nb}_{50}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{10}\text{Zr}_{20}$	39,2	30,2	14,9	15,4	–	–	–	–	–	0,3
S2-2	$\text{Nb}_{35}\text{Ta}_{15}\text{Hf}_{10}\text{Zr}_{20}\text{V}_{20}$	30,5	25,6	16,6	17,4	9,7	–	–	–	–	0,2
S2-3	$\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$	35,9	31,7	23,3	–	–	2,5	6,4	–	–	0,2
S2-4	$\text{Nb}_{35}\text{Ta}_{15}\text{Hf}_{10}\text{Zr}_{20}\text{V}_{10}\text{Cr}_{10}$	30,5	25,6	16,6	17,4	4,9	4,8	–	–	–	0,2
S2-5	$\text{Nb}_{49}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{7,3}\text{Zr}_{22}\text{Mm}_{1,7}$	39,6	30,6	10,9	17,7	–	–	–	0,4/0,2	–	0,6
S2-6	$\text{Nb}_{40,7}\text{Ta}_{18,8}\text{Zr}_{21,3}\text{Cr}_{5,4}\text{Gd}_{7,5}$	39,4	30,4	–	17,5	–	2,6	–	–	9,9	0,2

Подтверждением этому служит повышенное содержание Al (0,6 мас. %) в составе этого сплава. В остальных сплавах Al присутствует в незначительных количествах (<0,3 мас. %). В перспективе содержание Al можно еще снизить, если это потребуется. Однако присутствие Al в таких незначительных количествах может иметь положительный эффект, так как известно, что Al и Cr оказывают положительное действие на такой важный параметр, как окислительная стойкость.

Следует отметить, что использование лигатур Zr–Mo и Hf–Mo позволило минимизировать взаимодействие в волне горения таких химически активных компонентов сплава, как Zr и Hf, что обеспечило их присутствие в составе сплавов с незначительным отклонением от расчетных значений концентраций этих металлов.

Формирование фазового состава ВЭС на основе базовой системы Nb–Ta–Hf

Результаты РФА показали (рис. 1, табл. 4), что основной фазой синтезированных сплавов является твердый раствор, имеющий ОЦК кристаллическую структуру. Действительно, суммарное содержание Nb и Ta, относящихся к пространственной группе *Im-3m*, составляет в сплавах 50–70 ат. %. Вместе

с тем фазовый состав образцов зависит от содержания в исходной смеси других легирующих элементов. Введение в сплав элементов 4-й группы (Ti, Zr, Hf), 5-й группы (V) и 6-й группы (Cr), а также редкоземельных элементов (Ce + La, Gd) приводит к образованию фаз твердых растворов, имеющих другой структурный тип.

Анализ дифрактограмм показал, что в случае сплава S2-3 целевого состава $Nb_{45}Ta_{20}Hf_{15}Ti_{15}Cr_5$ формируется однофазный сплав, в котором присутствуют следы оксидной фазы HfO_2 . Наличие оксида гафния в этом и других сплавах (S2-1 и S2-2) связано, по-видимому, с его частичным участием в реакциях восстановления по реакции $Mo_xO_y + Hf \rightarrow Me + HfO$. Несмотря на то, что Hf вводится в составе используемой лигатуры Nb–Hf, тем не менее частичное его участие происходит вследствие его большого сродства к кислороду.

Наличие Zr в других синтезированных сплавах приводит к формированию многофазных сплавов, содержащих ГПУ, ГЦК или орторомбические фазы. В сплавах S2-2, S2-4 и S2-6 присутствует фаза, рефлексы которой по угловому положению близки к α -Zr (см. рис. 1). Можно предположить, что образование твердого раствора элементов с разным структурным типом и существенно различающимися атомными радиусами термодинамически не выгодно, несмотря на энтропийный фактор, снижающий энергию Гиббса образования твердого раствора.

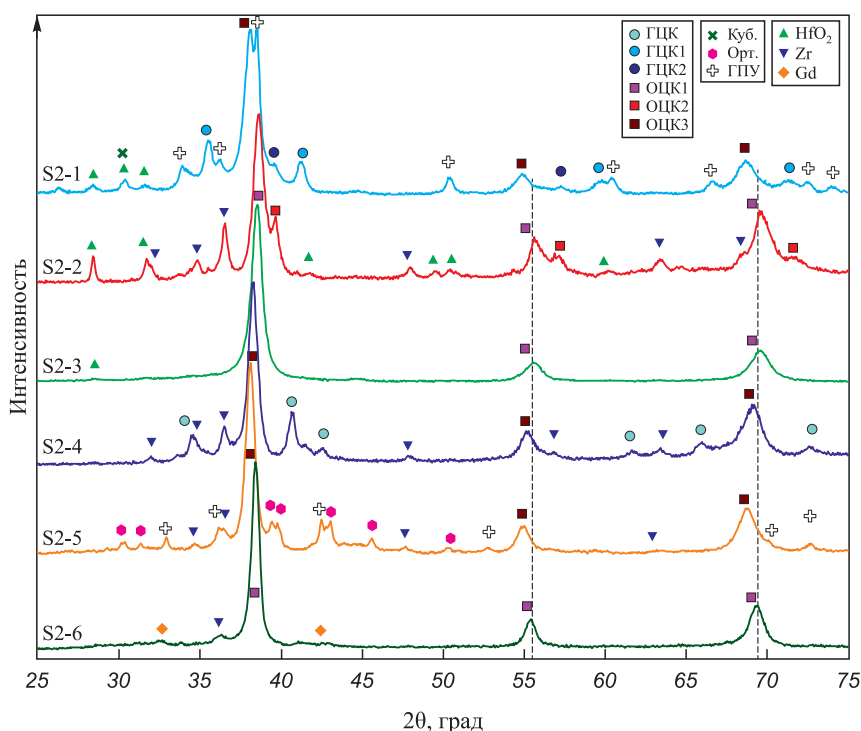


Рис. 1. Дифрактограммы синтезированных высокоэнтропийных сплавов S2-1–S2-6

Fig. 1. X-ray diffraction patterns of the synthesized high-entropy alloys S2-1–S2-6

Таблица 4. Результаты анализа дифрактограмм синтезированных сплавов на основе системы Nb–Ta–Hf

Table 4. Results of X-ray diffraction analysis of the synthesized Nb–Ta–Hf-based alloys

Образец	Сплав, ат. %	Основные фазы – твердые растворы	Примесь
S2-1	Nb ₅₀ Ta ₂₀ Hf ₁₀ Zr ₂₀	ОЦК, ГПУ, 2 ГЦК-фазы	HfO ₂
S2-2	Nb ₃₅ Ta ₁₅ Hf ₁₀ Zr ₂₀ V ₂₀	2 ОЦК-фазы, Zr	HfO ₂
S2-3	Nb ₄₅ Ta ₂₀ Hf ₁₅ Ti ₁₅ Cr ₅	ОЦК	HfO ₂
S2-4	Nb ₃₅ Ta ₁₅ Hf ₁₀ Zr ₂₀ V ₁₀ Cr ₁₀	ОЦК, Zr, ГЦК	–
S2-5	Nb ₄₉ Ta ₂₀ Hf _{7,3} Zr ₂₂ Mm _{1,7}	ОЦК, 2 ГПУ-фазы, орторомбические фазы	–
S2-6	Nb _{40,7} Ta _{18,8} Zr _{21,3} Cr _{5,4} Gd _{7,5}	ОЦК, Zr	ГПУ (Gd)

Действительно, атомный радиус Zr (1,603 Å), максимальный в 4-й группе элементов, существенно превышает атомные радиусы Nb (1,429 Å) и Ta (1,43 Å), а его структурный тип A3 не соответствует структурному типу A1 основных элементов сплава. Таким образом, наличие фазы α -Zr или близкой к нему по метрике элементарной ячейки твердого раствора Zr[Hf] свидетельствует о затрудненности вхождения в состав твердого раствора на основе Ta–Nb значительного количества Zr и Hf. В случае с Ti, атомный радиус которого (1,462 Å) близок к атомным радиусам Nb и Ta, несмотря на различие в структурных типах, возможно образование однофазного сплава, как это было показано для сплава S2-3 состава Nb₄₅Ta₂₀Hf₁₅Ti₁₅Cr₅.

Угловое положение рефлексов основной ОЦК-фазы твердого раствора существенно зависит от заложенного в сплав соотношения компонентов. В качестве базы для сравнения используем однофазный (без учета примеси HfO₂) сплав S2-3. Угловое положение его дифракционных рефлексов (рис. 1, рефлексы ОЦК1) соответствует положению рефлексов Nb (PDF2 #89-4760) и Ta (PDF2 #04-0788), т.е. параметр элементарной ячейки ОЦК-фазы этого сплава близок к параметру ячейки Nb и Ta, которые образуют между собой непрерывный ряд твердых растворов замещения.

В случае сплава S2-1 состава Nb₅₀Ta₂₀Hf₁₀Zr₂₀ рефлексы ОЦК твердого раствора существенно смещены в сторону меньших углов (рис. 1, рефлексы ОЦК3). Это свидетельствует об увеличении параметра элементарной ячейки фазы ОЦК твердого раствора при суммарном заложенном количестве 30 ат. % (Hf + Zr) в базовый состав (Nb + Ta).

Обращает на себя внимание, что в сплаве S2-2 (Nb₃₅Ta₁₅Hf₁₀Zr₂₀V₂₀), содержащем 20 ат. % V, так же как и у Nb и Ta, имеющих ОЦК-структуру, обнаружено 2 твердых ОЦК-раствора. Причем угловое положение рефлексов одного из них соответствует ОЦК-фазе (рис. 1, ОЦК1) базового сплава S2-3, а вторая фаза TaNbV (PDF2 #65-4825), рефлексы которой на рис. 1 обозначены как ОЦК2, по-видимому, обо-

гащена ванадием, в отличие от ОЦК-фазы базового сплава (ОЦК1).

Введение в сплав S2-5 (Nb₄₉Ta₂₀Hf_{7,3}Zr₂₂Mm_{1,7}) небольшого количества лантаноидов через митталл, где основными компонентами являются La и Ce, также приводит к заметному увеличению параметра элементарной ячейки ОЦК твердого раствора. На рис. 1 рефлексы этой фазы обозначены как ОЦК3. Изменение метрики ячейки может быть вызвано как наличием в сплаве 29 ат. % (Hf + Zr), так и добавкой 1,7 ат. % (La + Ce), атомные радиусы которых существенно превышают атомные радиусы других элементов сплава (La – 1,879 Å, Ce – 1,825 Å). Кроме того, в этом сплаве наблюдается наиболее богатый фазовый состав, где помимо основной ОЦК-фазы обнаружены несколько ГПУ-фаз, в том числе и α -Zr, и орторомбическая фаза (прототип W₃CoB₃).

При введении в сплав S2-6 гадолиния в количестве 7,5 ат. % (Nb_{40,7}Ta_{18,8}Zr_{21,3}Cr_{5,4}Gd_{7,5}) смещение рефлексов ОЦК-фазы твердого раствора менее выражено, несмотря на большой атомный радиус Gd (1,801 Å). Однако в этом случае на дифрактограмме (см. рис. 1) наблюдается ряд слабых рефлексов, угловое положение которых близко к положению рефлексов Gd (пр. гр. $P6_3/mmc$, PDF2 #65-0372). В дифрактограмме S2-6 присутствуют рефлексы α -Zr или близкой к нему по метрике элементарной ячейки твердого раствора Zr[Hf]. Следовательно, введение в сплав 21–22 ат. % Zr, как и в случае сплавов S2-2, S2-4 и S2-5, приводит к выделению из многокомпонентного расплава, наряду с основной матричной ОЦК-фазой, твердого раствора на основе α -Zr.

Микроструктура синтезированных ТВЭС на основе базовой системы Nb–Ta–Hf

На предварительно подготовленных шлифах полученных литых образцов S2-1–S2-6 был выполнен микроструктурный анализ и получены карты распределения (ЭДС-анализ) элементов в составе

исследуемых сплавов. Результаты анализа представлены на рис. 2–7.

Анализ микроструктуры полученных образцов показал, что введение в базовую систему Nb–Ta–Hf модифицирующих элементов (Cr, V, Zr

и Gd) приводит к появлению новых структурных выделений. Исключение составляет сплав S2-3 ($\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$), где результаты структурного анализа (рис. 4, а, б) и РФА (рис. 1) полностью подтверждают однофазный состав синтезированного

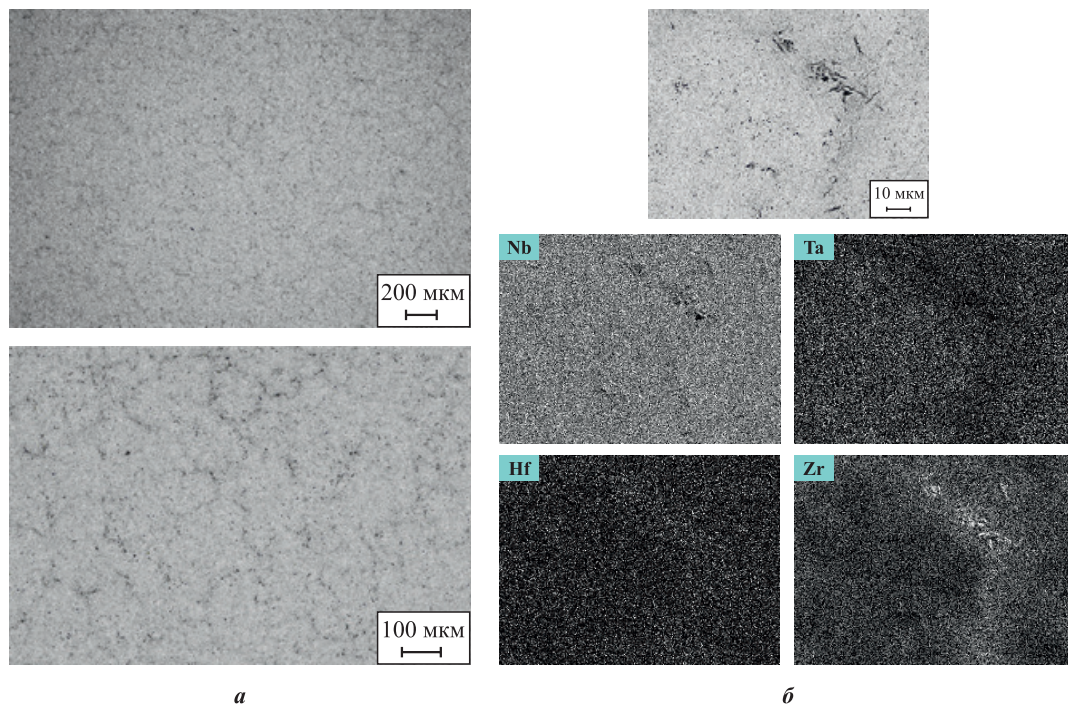


Рис. 2. Микроструктура (а) сплава состава S2-1 ($\text{Nb}_{50}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{10}\text{Zr}_{20}$) и карты распределения элементов полученного сплава (б)

Fig. 2. Microstructure (a) and elemental distribution maps (b) of the S2-1 alloy ($\text{Nb}_{50}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{10}\text{Zr}_{20}$)

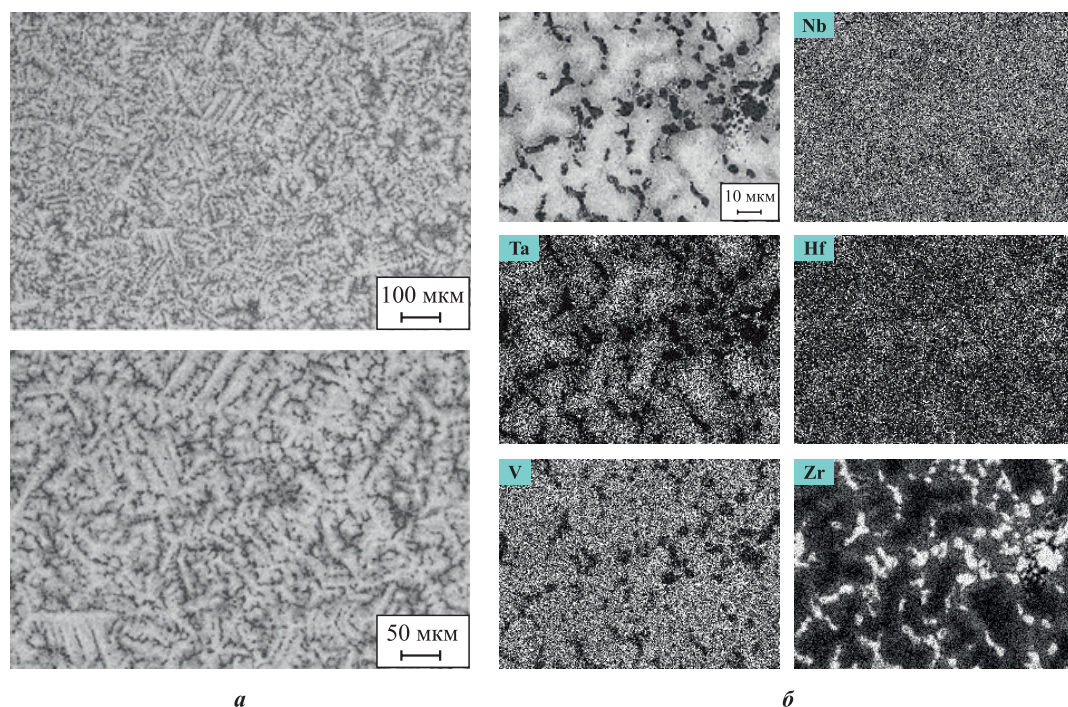


Рис. 3. Микроструктура (а) сплава состава S2-2 ($\text{Nb}_{35}\text{Ta}_{15}\text{Hf}_{10}\text{Zr}_{20}\text{V}_{20}$) и карты распределения элементов полученного сплава (б)

Fig. 3. Microstructure (a) and elemental distribution maps (b) of the S2-2 alloy ($\text{Nb}_{35}\text{Ta}_{15}\text{Hf}_{10}\text{Zr}_{20}\text{V}_{20}$)

сплава, что соответствует «классическим» представлениям о структуре ВЭС.

Сравнительный анализ полученных структур для сплавов S2-1–S2-6 также хорошо согласуется с результатами РФА. Так, по результатам РФА

(см. табл. 3) сплавы S2-2, S2-4 и S2-5 наряду с основной матричной ОЦК-фазой имеют рефлексы твердого раствора на основе α -Zr. На микрофотографиях (рис. 3, а, б; 5, а, б; 6, а, б) в структуре данных сплавов также видны сетчатые выделения фазы, обога-

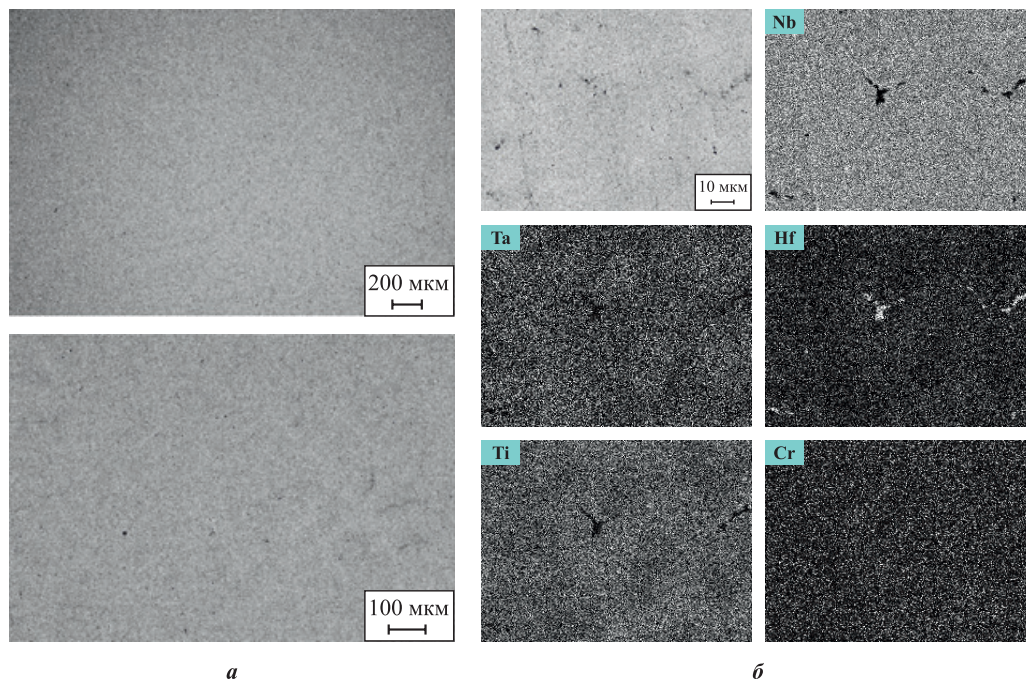


Рис. 4. Микроструктура (а) сплава состава S2-3 ($\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$) и карты распределения элементов полученного сплава (б)

Fig. 4. Microstructure (a) and elemental distribution maps (b) of the S2-3 alloy ($\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$)

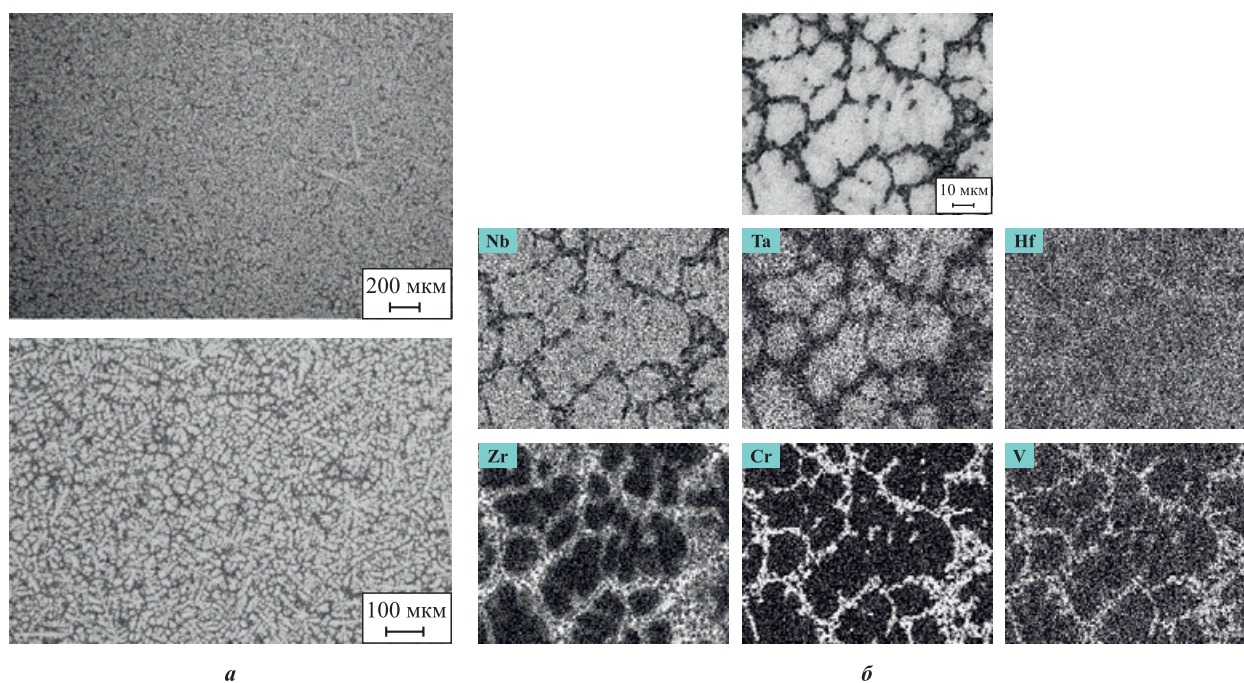


Рис. 5. Микроструктура (а) сплава состава S2-4 ($\text{Nb}_{35}\text{Ta}_{15}\text{Hf}_{10}\text{Zr}_{20}\text{V}_{10}\text{Cr}_{10}$) и карты распределения элементов полученного сплава (б)

Fig. 5. Microstructure (a) and elemental distribution maps (b) of the S2-4 alloy ($\text{Nb}_{35}\text{Ta}_{15}\text{Hf}_{10}\text{Zr}_{20}\text{V}_{10}\text{Cr}_{10}$)

щенной цирконием. При анализе дифрактограммы сплава S2-6 ($\text{Nb}_{40,7}\text{Ta}_{18,8}\text{Zr}_{21,3}\text{Cr}_{5,4}\text{Gd}_{7,5}$) было отмечено, что смещение рефлексов ОЦК-фазы твердого раствора менее выражено, несмотря на введение заметного количества Gd, который имеет большой

атомный радиус (1,801 Å). При этом на дифрактограмме (см. рис. 1) наблюдался ряд слабых рефлексов, угловое положение которых близко к положению рефлексов Gd (пр. гр. $P6_3/mmc$, PDF2 #65-0372). Анализ микрофотографий данного сплава показал,

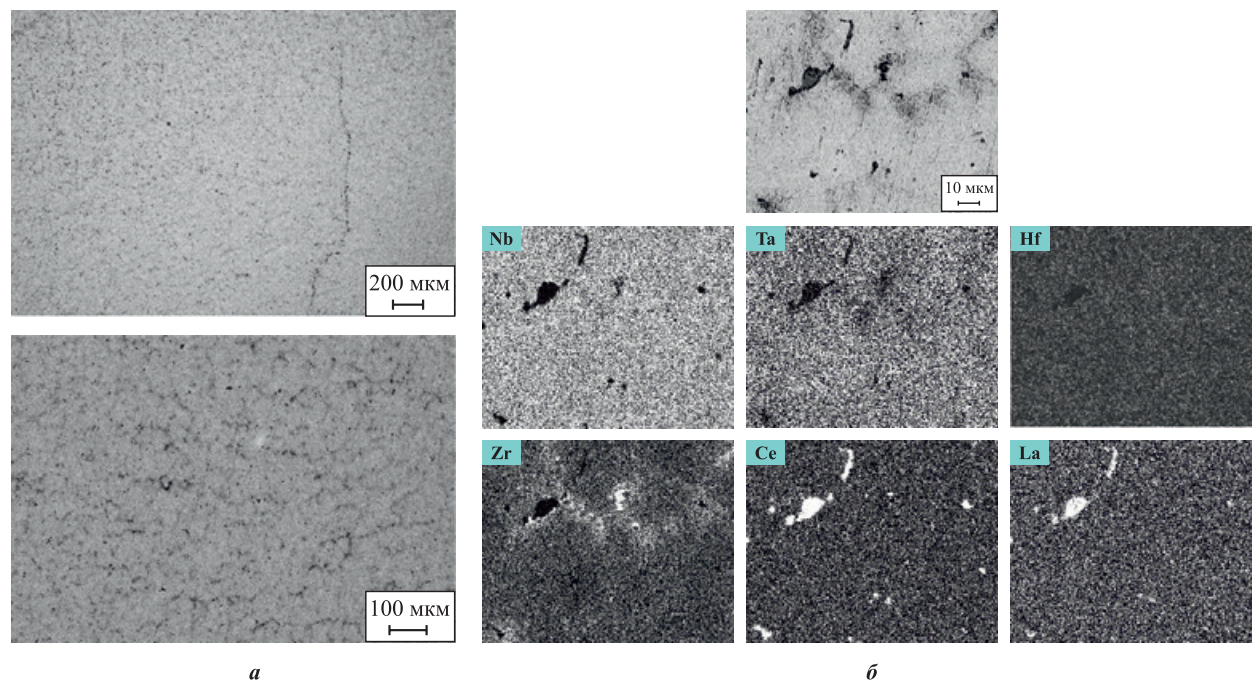


Рис. 6. Микроструктура (а) сплава состава S2-5 ($\text{Nb}_{49}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{7,3}\text{Zr}_{22}\text{Mm}_{1,7}$) и карты распределения элементов полученного сплава (б)

Fig. 6. Microstructure (a) and elemental distribution maps (b) of the S2-5 alloy ($\text{Nb}_{49}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{7,3}\text{Zr}_{22}\text{Mm}_{1,7}$)

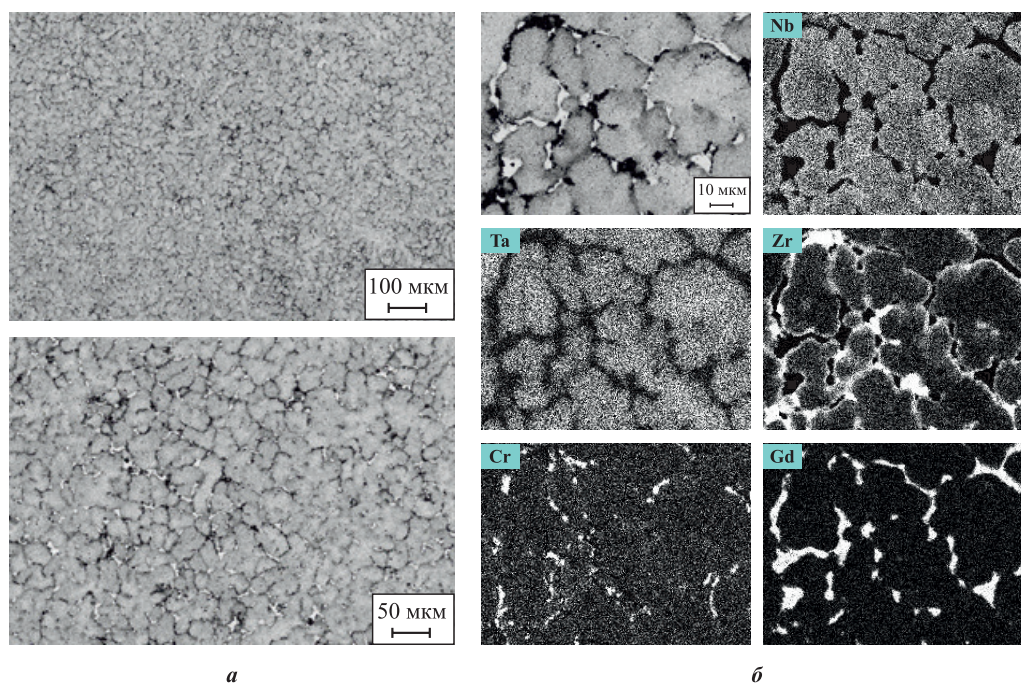


Рис. 7. Микроструктура (а) сплава состава S2-6 ($\text{Nb}_{40,7}\text{Ta}_{18,8}\text{Zr}_{21,3}\text{Cr}_{5,4}\text{Cd}_{7,5}$) и карты распределения элементов полученного сплава (б)

Fig. 7. Microstructure (a) and elemental distribution maps (b) of the S2-6 alloy ($\text{Nb}_{40,7}\text{Ta}_{18,8}\text{Zr}_{21,3}\text{Cr}_{5,4}\text{Cd}_{7,5}$)

что Gd практически не растворяется в ОЦК-фазе твердого раствора и твердого раствора на основе α -Zr. Практически весь Gd концентрируется по границам зерен. Именно поэтому его присутствие не вызывает заметного смещение рефлексов ОЦК-фазы твердого раствора. По-видимому, как структурный модификатор, Gd малоперспективен для таких систем вследствие его малой растворимости в тугоплавких элементах. Однако, как отмечалось ранее, Gd может быть очень полезным компонентом таких сплавов при их эксплуатации в условиях радиационного облучения вследствие его рекордных значений по сечению захвата тепловых нейтронов.

На микроструктуре сплава S2-5 ($\text{Nb}_{49}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{7,3}\text{Zr}_{22}\text{Mm}_{1,7}$), имеющего небольшое количество лантаноидов через мишметалл, где основными компонентами являются La и Ce, наблюдаются локальные выделения, обогащенные La и Ce. К сожалению, локальный анализ на кислород не проводился, но можно предположить, что это смесь двух оксидов $\text{La}_2\text{O}_3 + \text{CeO}_2$, и возникают такие выделения вследствие частичного участия La и Ce в восстановительных реакциях подобно тому, как описывалось с Hf. Известно, что лантаноиды обладают большим сродством к кислороду, и возможно, что они, являясь сильным геттером по отношению к кислороду, реагируют с растворенным кислородом, находясь уже в составе высокотемпературного расплава после прохождения фронта горения. Для выявления точного механизма образования таких выделений требуется более детальный анализ, что предполагается сделать на следующих этапах исследований.

Общий анализ микрофотографий (рис. 2, а – 7, а) показывает достаточно равномерное распределение основных элементов сплавов системы Nb–Ta–Hf. Наблюдаемая локальная дендритная неравномерность является характерной чертой большинства литых сплавов и, как известно, может устраняться на стадиях последующей термомеханической обработки. При этом наблюдаемая многофазная структура может иметь положительный эффект и приводить к повышению механических характеристик исследуемых сплавов – например, к сочетанию структурных компонентов с ОЦК- и ГЦК-структурами [57; 58].

Исследование жаростойкости синтезированных ВЭС на основе базовой системы Nb–Ta–Hf

Следует отметить, что большинство исследований окислительной стойкости ТВЭС проводятся в изотермических условиях. Эта схема испытаний подходит для изучения кинетики окисления и механизмов окисления, но не позволяет оценить реакцию сплава

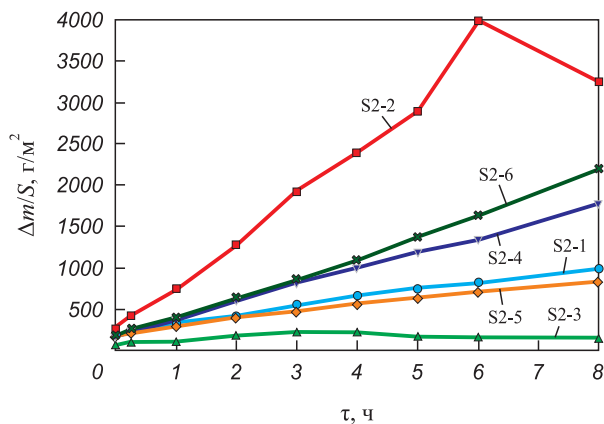


Рис. 8. Кривые изменения массы испытуемых образцов S2-1–S2-6 (см. табл. 1) при окислительном отжиге в течение 10 ч при $t=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$

Fig. 8. Mass-change curves for specimens S2-1–S2-6 (see Table 1) during 10 h of oxidation annealing at $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$

на повторяющиеся циклы нагрева–охлаждения, которые больше приближены к реальным условиям работы таких материалов в течение срока службы.

Стойкость к окислению синтезированных ТВЭС изучали на образцах диаметром 8 мм и высотой 4 мм, вырезанных из полученных литых слитков методами электроэрозии. Образцы составов S2-1–S2-6 (см. табл. 1) были подвергнуты циклическому нагреву и выдержке при $t=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ в атмосфере воздуха общей продолжительностью 8 ч. Полученные кривые окисления, приведенные к единице площади поверхности, показаны на рис. 8.

Анализ полученных данных выявил, что наименьшую стойкость к окислению имеет состав S2-2. У этого образца наблюдается несколько необычное поведение кривой на рис. 8. На начальном этапе в ходе отжига до $\tau=6\text{ ч}$ образец заметно прибавлял в весе, затем скорость роста заметно снизилась, однако относительные показатели по-прежнему были заметно выше, чем у остальных сплавов.

Анализ данных других сплавов показывает, что характер их окисления не зависит от состава сплава, но количественно заметно отличается. Наилучшие результаты окислительной стойкости (жаростойкости) были у состава S2-3 ($\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$), т.е. этот сплав является наиболее перспективным матричным материалом для проведения исследований по формированию композитов оксидное волокно/ВЭС.

Формирование композитов оксидное волокно/ВЭС и исследование их структуры и свойств

Полученные слитки сплава S2-3 ($\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$) были подвергнуты механическим

кой очистке и последующей дезинтеграции для получения порошковой композиции, необходимой для формирования композитов оксидное волокно/ВЭС. После серии экспериментов была отработана технологическая схема по размолу и классификации порошковых композиций, которая включала предварительный размол в щековой дробилке, размол в шаровой мельнице в течение 12 ч и классификацию. Частицы размером менее 40 мкм были использованы для последующего формирования композитов оксидное волокно/ВЭС.

Оксидные волокна были получены по методу внутренней кристаллизации. Основные этапы данного метода были разработаны и описаны авторами ранее [59]. После оптимизации состава была наработана опытная партия волокон эвтектического состава $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12}$ с длиной волокна около 50 мм и размером ~ 100 мкм в поперечном сечении (рис. 9).

Выбор волокон эвтектического состава $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12}$ был обусловлен тем, что они сохраняют достаточно высокую прочность до температуры $\sim 1400^\circ\text{C}$, а также позволяют провести оценку

совместимости волокна и ВЭС-матрицы сразу для двух оксидных составов в одной серии экспериментов.

Для формирования композитов «оксидное волокно ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12}$)/ВЭС ($\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$)» были использованы порошок ВЭС с размером частиц < 40 мкм и ранее полученные волокна длиной 40 мм. В графитовую пресс-форму послойно насыпали порошок ВЭС, потом параллельно укладывали слой волокон. Затем процедура повторялась до достижения высоты насыпки 5 мм. Далее сформированная заготовка подвергалась горячему прессованию в вакууме при температуре 1450°C и давлении 5 МПа в течение 20 мин. Полученные образцы композитов после их извлечения из пресс-формы были использованы для последующих механических испытаний. Оптимальные параметры для спекания были выбраны на стадии предварительных исследований, что обеспечило формирование безпористой и бездефектной металлической матрицы.

Исследования полученных в оптимальных условиях композитов (рис. 10) показали, что граница

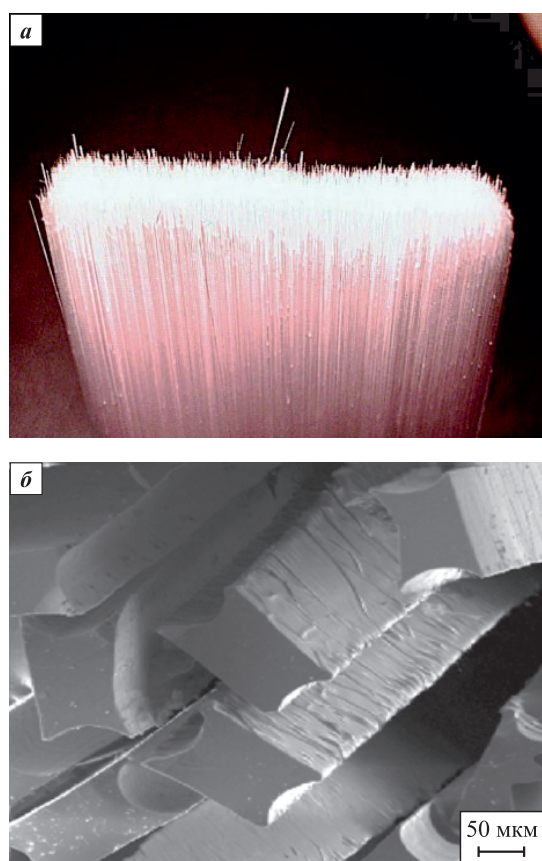


Рис. 9. Внешний вид партии оксидных волокон эвтектического состава $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12}$ (а) и микрофотография поперечного скола (б)

Fig. 9. Photograph of a batch of eutectic $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12}$ oxide fibers (a) and a micrograph of a transverse fracture surface (b)

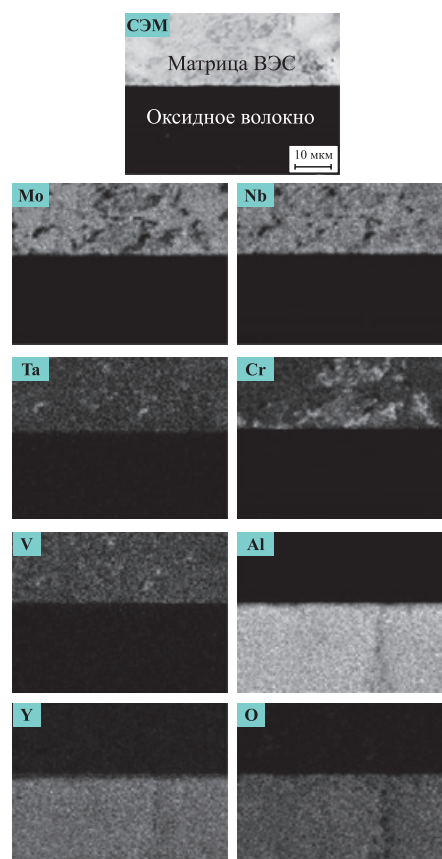


Рис. 10. Микроструктура (СЭМ) и распределение компонентов (ЭДС) композита на поперечном шлифе вблизи границы раздела матрица ($\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$)/волокно ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12}$)

Fig. 10. SEM microstructure and EDS elemental distribution maps of a polished cross-section of the composite near the $\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$ matrix/ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12}$ fiber interface

раздела ВЭС/оксидное волокно является четко выраженной без дефектов (газовых включений), а матрица не имеет пор. Распределение элементов при картировании не выявило явно выраженного химического взаимодействия на границе раздела ВЭС/оксидное волокно.

Высокотемпературные испытания впервые полученных композитов «ВЭС (матрица $\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$)/оксидное волокно (эвтектика $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12}$)» проводились при температуре 1300 °С в вакууме методом 3-точечного изгиба. Результаты испытаний представлены на рис. 11. Видно, что при содержании волокна в испытуемых композитах в интервале 0–25 об. % наблюдается практически линейный рост прочности. По сравнению с матрицей (образец без волокна) прочность повыша-

ется в 4,5 раза, достигая 163 МПа при доле волокна в составе композита 25 об. %.

Из литературы известно о типичном поведении такой кривой для композитов с хрупким волокном и металлической матрицей с характерным максимумом [60]. Полученные композиты, по-видимому, следуют таким же закономерностям. Следует отметить, что уже при содержании волокна 40 об. % прочность композита практически не возрастает, что свидетельствует о вышеуказанном характере зависимости прочности от объемного содержания волокна. Кроме того, это также может быть связано с возникновением пористости матрицы вследствие затруднений проникновения исходной порошковой композиции на стадии приготовления заготовки из-за высокой объемной доли волокна.

Заключение

В рамках данной работы экспериментально показана возможность получения литых ТВЭС методом СВС-металлургии – одного из технологических направлений в области самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. С использованием данного метода впервые были получены и исследованы 6 литых ТВЭС на основе базовой системы, состоящей из тугоплавких металлов Nb–Ta–Hf, из которых 4 состава формировались путем вводимых легирующих компонентов на основе переходных металлов (Cr, V, Ti и Zr) и 2 состава дополнительно были легированы введением в их состав редкоземельных металлов лантаноидной группы (металлический Gd и мишметалл Mm, преимущественно состоящий из Ce + La).

Анализ элементного состава полученных ТВЭС показал, что основной фазой синтезированных сплавов является твердый раствор, имеющий ОЦК кристаллическую структуру. Вместе с тем выявлено, что общий фазовый состав образцов зависит от содержания в исходной смеси других легирующих элементов. Введение в сплав элементов 4-й группы (Ti, Zr, Hf), 5-й группы (V) и 6-й группы (Cr), а также редкоземельных элементов (Ce + La, Gd) приводит к образованию фаз твердых растворов, имеющих другой структурный тип.

Результаты исследований показали, что синтезированный сплав S2-3 ($\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$) имеет хорошие показатели по жаростойкости, что делает данный материал конкурентоспособным для высокотемпературного применения и наиболее перспективным матричным материалом для проведения исследований по формированию композитов «оксидное волокно/ВЭС».

Впервые были получены композиты «ВЭС (матрица $\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5$)/оксидное волокно

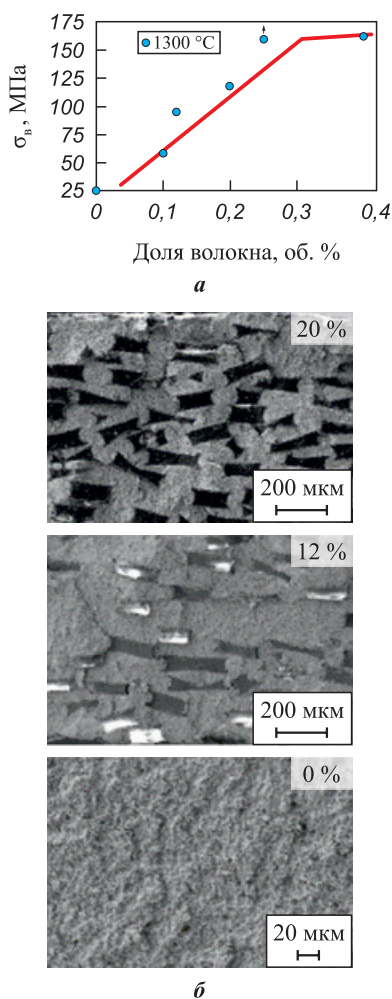


Рис. 11. Зависимость прочности испытуемых образцов композитов при 3-точечном изгибе от объемного содержания в них волокна (а) и поверхность разрушения испытуемых композитов (б)

Fig. 11. Flexural strength of the composite specimens as a function of fiber volume fraction under three-point bending (a) and fracture surfaces of the tested composite specimens (b)

(эвтектика $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12}$). Содержание волокна в полученных композитах составляло от 0 (образец без волокна) до 40 об. %. Высокотемпературные испытания при $t = 1300^\circ\text{C}$ выявили, что при увеличении содержания волокна в составе композита от 0 до 25 об. % прочность повышается в 4,5 раза, достигая 163 МПа.

Полученные экспериментальные данные позволяют сделать заключение о перспективности исследуемых литых ТВЭС на основе тугоплавких металлов Nb–Ta–Hf и предлагаемого метода их формирования в процессе горения СВС-составов термитного типа. Такой метод может быть успешной альтернативой высокоэнергоемким методам вакуумной электрометаллургии. В настоящее время общей тенденцией является ужесточение экологических норм, предъявляемых к металлургическим методам получения материалов, с принятием мер по энергосбережению и удовлетворением современных требований по снижению «углеродного следа». Этим требованиям полностью соответствует исследуемый в данной работе метод центробежной СВС-металлургии для получения ТВЭС в литом состоянии с высокой степенью их гомогенности.

Результаты работы, направленные на получение композитов «ВЭС (матрица $(\text{Nb}_{45}\text{Ta}_{20}\text{Hf}_{15}\text{Ti}_{15}\text{Cr}_5)$)/оксидное волокно (эвтектика $(\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Al}_5\text{Y}_3\text{O}_{12})$)», будут способствовать разработке научных принципов и технических решений для получения нового класса высокотемпературных композитов «оксидное волокно – высокоэнтропийный сплав» и созданию новых образцов техники с повышенными эксплуатационными характеристиками, способных к длительной эксплуатации в условиях воздействия высоких температур (1200°C и более).

Список литературы / References

1. Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Journal of Materials Science and Engineering: A*. 2004;375–377:213–218. <http://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.257>
2. Yeh J.W., Chen S.K., Lin S.J., Gan J.Y., Chin T.S., Shun T.T., Tsau C.H., Chang S.Y. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes. *Advanced Engineering Materials*. 2004;6(5):299–303. <https://doi.org/10.1002/adem.200300567>
3. Yeh J.-W., Lin S.-J., Chin T.-S., Gan J.-Y., Chen S.-K., Shun T.-T., Tsau C.-H., Chou S.-Y. Formation of simple crystal structures in Cu–Co–Ni–Cr–Al–Fe–Ti–V alloys with multiprincipal metallic elements. *Metallurgical and Materials Transactions: A*. 2004;35A:2533–2536. <https://doi.org/10.1007/s11661-006-0234-4>
4. Otto F., Yang Y., Bei H., George E.P.P. Relative effects of enthalpy and entropy on the phase stability of equiatomic high-entropy alloys. *Acta Materialia*. 2013;61(7):2628–2638. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.01.042>
5. Zhang Y., Zuo T.T., Tang Z., Gao M.C., Dahmen K.A., Liaw P.K., Lu Z.P. Microstructures and properties of high-entropy alloys. *Progress in Materials Science*. 2014;61:1–93. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.10.001>
6. Lu Y., Dong Y., Guo S., Jiang L., Kang H., Wang T., Wen B., Wang Z., Jie J., Cao Z., Ruan H., Li T. A promising new class of high-temperature alloys: Eutectic high-entropy alloys. *Scientific Reports*. 2014;4:6200. <https://doi.org/10.1038/srep06200>
7. Murty B.S., Yeh J.W., Ranganathan S. High-entropy alloys. London: Elsevier, 2014. 213 p.
8. Krapivka N.A., Gorbunov V.F., Firstov S.A. High-entropy alloys: Interrelations between electron concentration, phase composition, lattice parameter, and properties. *Physics of Metals and Metallography*. 2017;118(10):970–981. <https://doi.org/10.1134/S0031918X17080051>
9. High-entropy materials: Theory, experiments, and applications. Eds. J. Brechtel, P.K. Liaw. Springer, 2021. 774 p. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-77641-1>
10. Gorbunov V.F., Krapivka N.A., Firstov S.A., Kurilenko D.V. Role of various parameters in the formation of the physicomechanical properties of high-entropy alloys with BCC lattices. *Physics of Metals and Metallography*. 2018;119:477–481. <https://doi.org/10.1134/S0031918X18050046>
11. Gorsse S., Miracle D.B., Senkov O.N. Mapping the world of complex concentrated alloys. *Acta Materialia*. 2017;135:177–187. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.06.027>
12. Zhang F., Zhang C., Chen S.L., Zhu J., Cao W. S., Kattner U.R. An understanding of high entropy alloys from phase diagram calculations. *Calphad*. 2014;45:1–10. <https://doi.org/10.1016/j.calphad.2013.10.006>
13. Tsai M.-H., Yeh J.W. High-entropy alloys: A critical review. *Materials Research Letters*. 2014;2(3):107–123. <https://doi.org/10.1080/21663831.2014.912690>
14. Miracle D.B., Senkov O.N. A critical review of high entropy alloys and related concepts. *Acta Materialia*. 2017;122:448–511. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081>
15. Miracle D.B., Miller J.D., Senkov O.N., Woodward C., Uchic M.D., Tiley J. Exploration and development of high entropy alloys for structural applications. *Entropy*. 2014;16:494–525. <https://doi.org/10.3390/e16010494>
16. Ghasemi A., Eivani A.R., Abbasi S.M., Jafarian H.R., Ghosh M., Hashem S., Anijdan S.H.M. Al–Co–Cr–Fe–Ni–Ti high entropy alloys: A review of microstructural and mechanical properties at elevated temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*. 2025;1010(5):178216. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.178216>
17. Zamani M.R., Mirzadeh H., Malekan M., Weißensteiner I., Roostaei M. Unveiling the strengthening mechanisms of as-cast micro-alloyed CrMnFeCoNi high-entropy alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2023;957:170443. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.170443>
18. Nene S.S., Sinha S., Yadav D.K., Dutta A. Metallurgical aspects of high entropy alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2024;1005:175849. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.175849>

19. Xiong W., Guo A.X.Y., Zhan S., Liu C.-T., Cao S.C. Refractory high-entropy alloys: A focused review of preparation methods and properties. *Journal of Materials Science and Technology*. 2023;142:196–215. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2022.08.046>
20. Senkov O.N., Miracle D.B., Chaput K.J., Couzinie J.-P. Development and exploration of refractory high entropy alloys – A review. *Journal of Materials Research*. 2018;33(19):3092–3128. <https://doi.org/10.1557/jmr.2018.153>
21. Zheng W., Lü S., Wu S., Chen X., Guo W. Development of MoNbVTa_x refractory high entropy alloy with high strength at elevated temperature. *Materials Science and Engineering: A*. 2022;850:143554. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143554>
22. Senkov O.N., Wilks G.B., Miracle D.B., Chuang C.P., Liaw P.K. Refractory highentropy alloys. *Intermetallics*. 2010;18(9):1758–1765. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2010.05.014>
23. Senkov O.N., Wilks G.B., Scott J.M., Miracle D.B. Mechanical properties of Nb₂₅Mo₂₅Ta₂₅W₂₅ and V₂₀Nb₂₀Mo₂₀Ta₂₀W₂₀ refractory high entropy alloys. *Intermetallics*. 2011;19(5):698–706. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2011.01.004>
24. Carter T.J. Common failures in gas turbine blades. *Engineering Failure Analysis*. 2005;12(2):237–247. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2004.07.004>
25. Satyanarayana D.V.V., Prasad N.E. Nickel-based superalloys. In: *Aerospace materials and material technologies. Vol. 1: Aerospace materials*. Eds. N.E. Prasad, R.J.H. Wanhill. Springer, Singapore, Indian Institute of Metals Series, 2017. P. 199–228. https://doi.org/10.1007/978-981-10-2134-3_9
26. Das S., Robi P.S. A novel refractory WMoVCrTa high-entropy alloy possessing fine combination of compressive stress-strain and high hardness properties. *Advanced Powder Technology*. 2020;31(12):4619–4631. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2020.10.008>
27. Moser M., Dine S., Vrel D., Perriere L., Pires-Brazuna R., Couque H., Bernard F. Elaboration and characterization of WMoTaNb high entropy alloy prepared by powder metallurgy processes. *Materials*. 2022;15(15):5416. <https://doi.org/10.3390/ma15155416>
28. Cao Y., Liu Y., Liu B., Zhang W. Precipitation behavior during hot deformation of powder metallurgy Ti–Nb–Ta–Zr–Al high entropy alloys. *Intermetallics*. 2018;100:95–103. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2018.06.007>
29. Song X.-R., Wang J.-J., Tu X.-X., Hu X.-Y., Zhao D., Ma S.-G., Jiao Z.-M., Zhang T.-W., Wen W., Wan Z.-H. Coupling effects of temperature and strain rate on the deformation behavior of an equiatomic refractory high-entropy alloy. *Rare Metals*. 2025;44(11):9086–9104. <https://doi.org/10.1007/s12598-025-03532-3>
30. Yao H.L., Yu Y.X., Sha J.B. Microstructural evolution at grain boundary and deformation mechanism of Nb_{0.5}TiZrV_{0.5} refractory high entropy alloy doped with Ce at room temperature. *Journal of Material Science and Technology Research*. 2024;196:25–39. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2024.01.046>
31. Dirras G., Gubicza J., Heczal A., Liliensten L., Couzinie J.-P., Perrière L., Guillot I., Hocini A. Microstructural investigation of plastically deformed Ti₂₀Zr₂₀Hf₂₀Nb₂₀Ta₂₀ high entropy alloy by X-ray diffraction and transmission electron microscopy. *Materials Characterization*. 2015;108:1–7. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.08.007>
32. Jia Y., Wang G., Wu S., Mu Y., Yi Y., Jia Y., Liaw P.K., Zhang T., Liu C.-T. A lightweight refractory complex concentrated alloy with high strength and uniform ductility. *Applied Materials Today*. 2022;27:101429. <https://doi.org/10.1016/J.APMT.2022.101429>
33. Yurchenko N., Panina E., Zherebtsov S., Stepanov N. Design and characterization of eutectic refractory high entropy alloys. *Materialia*. 2021;16:101057. <https://doi.org/10.1016/J.MTLA.2021.101057>
34. Stepanov N.D., Yurchenko N.Y., Skibin D.V., Tikhonovskiy M.A., Salishchev G.A. Structure and mechanical properties of the AlCr_xNbTiV ($x = 0, 0.5, 1, 1.5$) high entropy alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015;652:266–280. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.08.224>
35. Yurchenko N., Panina E., Tikhonovsky M., Salishchev G., Zherebtsov S., Stepanov N. A new refractory Ti–Nb–Hf–Al high entropy alloy strengthened by orthorhombic phase particles. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2020;92:105322. <https://doi.org/10.1016/J.IJRMHM.2020.105322>
36. Senkov O.N., Senkova S.V., Woodward C., Miracle D.B. Low-density, refractory multi-principal element alloys of the Cr–Nb–Ti–V–Zr system: Microstructure and phase analysis. *Acta Materialia*. 2013;61(5):1545–1557. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.032>
37. Senkov O.N., Senkova S.V., Miracle D.B., Woodward C. Mechanical properties of low-density, refractory multi-principal element alloys of the Cr–Nb–Ti–V–Zr system. *Materials Science and Engineering: A*. 2013;565:51–62. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.12.018>
38. Ren X., Li Y., Qi Y., Wang B. Review on preparation technology and properties of refractory high entropy alloys. *Materials*. 2022;15(8):2931. <https://doi.org/10.3390/ma15082931>
39. Yang X., Zhang Y., Liaw P.K. Microstructure and compressive properties of NbTiVTaAl_x high entropy alloys. *Procedia Engineering*. 2012;36(5):292–298. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2012.03.043>
40. Wu Y.D., Cai Y., Wang T., Si J.J., Zhu J., Wang Y.D., Hui X.D. A refractory Hf₂₅Nb₂₅Ti₂₅Zr₂₅ high-entropy alloy with excellent structural stability and tensile properties. *Materials Letters*. 2014;130:277–280. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2014.05.134>
41. Senkov O.N., Gorsse S., Miracle D.B. High temperature strength of refractory complex concentrated alloys. *Acta Materialia*. 2019;175:394–405. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.06.032>
42. Senkov O.N., Raa S.I., Butler T.M., Daboiku T.I., Chaput K.J. Microstructure and properties of Nb–Mo–Zr based refractory alloys. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2020;92:105321. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2020.105321>
43. Gadelmeier C., Yang Y., Glatzel U., George P.G. Creep strength of TiZrHfNbTa is lower than Ni-base superalloy CMSX-4. *Cell Reports Physical Science*. 2022;3(8):100991. <https://doi.org/10.1016/j.xcrp.2022.100991>

44. Mileiko S.T., Chumichev V.A. Mullite-zirconia-fibre/molybdenum-matrix composites: Strength and damage tolerance. *Composites Part A*. 2018;112:365–370. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.06.023>
45. Mileiko S.T., Kolchin A.A., Galyshev S.N., Shakhlevich O.F., Prokopenko V.M. Oxide-fibre/molybdenum-alloy-matrix composites: A new way of making and some mechanical properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2020;132:105830. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.105830>
46. Mileiko S.T., Novokhatskaya N.I. High temperature oxide-fibre/molybdenum-matrix composites of improved oxidation resistance. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2015;24:2836–2840. <https://doi.org/10.1007/s11665-014-1305-0>
47. Милейко С.Т., Галышев С.Н., Колчин А.А., Кедров В.В., Шахлевич О.Ф., Никонович М.Ю., Прокопенко Н.А. Угле-титановые композиты: микроструктура, прочность и трещиностойкость. *Композиты и наноструктуры*. 2019;11(4(44)):147–152. <https://doi.org/10.36236/1999-7590-2019-11-4-147-152>
 Mileiko S.T., Galyshev S.N., Kolchin A.A., Kedrov V.V., Shakhlevich O.F., Nikonovich M.Yu., Prokopenko N.A. Carbon-fibre/titanium matrix composites: microstructure, strength and fracture toughness. *Composites and Nanostructures*. 2019;11(4(44)):147–152. (In Russ.). <https://doi.org/10.36236/1999-7590-2019-11-4-147-152>
48. Милейко С.Т., Петухов И.Д., Кривцов Д.И., Трофименко Е.А., Шахлевич О.Ф., Колчин А.А., Прокопенко Н.А., Малышев В.Ю. Углерод-титановый композиционный материал с волокном, покрытым медью: структура и механические свойства. *Деформация и разрушение материалов*. 2025;(2):8–14. <https://doi.org/10.1134/S0036029525700065>
 Mileiko S.T., Petukhov I.D., Krivtsov D.I., Trofimenko E.A., Shakhlevich O.F., Kolchin A.A., Prokopenko N.A., Malyshev V.Yu. Carbon-titanium composite material with copper coated fiber: The structure and mechanical properties. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2025;2025:525–530. <https://doi.org/10.1134/S0036029525700065>
49. Гращенко Д.В., Ефимочкин И.Ю., Большакова А.Н. Высокотемпературные металломатричные композиционные материалы, армированные частицами и волокнами тугоплавких соединений. *Авиационные материалы и технологии*. 2017;(S):318–328. <https://doi.org/10.18577/2071-9240-2017-0-S-318-328>
 Grashchenkov D.V., Efimochkin I.Yu., Bolshakova A.N. High-temperature metal matrix composite materials reinforced with particles and fibers of refractory compounds. *Aviation Materials and Technologies*. 2017;(S):318–328. (In Russ.). <https://doi.org/10.18577/2071-9240-2017-0-S-318-328>
50. Bunsell A.R. Inorganic fibers for composite materials. *Composites Science Technology*. 1994;51:127–133.
51. Гращенко Д.В. Стратегия развития неметаллических материалов, металлических композиционных материалов и теплозащиты. *Авиационные материалы и технологии*. 2017;(S):264–271. <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-264-271>
- Grashchenkov D.V. Strategy for the development of non-metallic materials, metal composite materials and thermal protection. *Aviation Materials and Technologies*. 2017;(S):264–271. (In Russ.). <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-264-271>
52. Sanin V.N., Ikornikov D.M., Sivakova A.O., Kovalev D.Yu., Golosova O.A. Gravity-assisted SHS metallurgy of cast high-entropy Mo–Nb–Ta–(Cr, V, Zr, Hf) alloys. *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*. 2024;33(4):308–318. <https://doi.org/10.3103/S1061386224700298>
53. Санин В.Н., Икорников Д.М., Сивакова А.О., Ковалев Д.Ю., Силяков С.Л., Панова М.Д. Синтез высокоэнтропийных сплавов на основе тугоплавких металлов Mo–Nb–Ta–(Cr, V, Zr, Hf) методами центробежной СВС-металлургии и исследование их окислительной стойкости. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2025;19(5):17–35. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-5-17-35>
 Sanin V.N., Ikornikov D.M., Sivakova A.O., Kovalev D.Yu., Silyakov S.L., Panova M.D. Synthesis of refractory high-entropy alloys based on Mo–Nb–Ta–(Cr, V, Zr, Hf) using centrifugal SHS metallurgy and investigation of their oxidation resistance. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(5):17–35. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-5-17-35>
54. Санин В.Н., Юхвид В.И. Современное состояние и перспективы развития технологий получения литых сплавов методами центробежной СВС-металлургии. *Литейное производство*. 2024;(5):10–13.
 Sanin V.N., Yukhvid V.I. The current state and prospects of development of technologies for the production of cast alloys by methods of centrifugal SHS metallurgy. *Liteinoye proizvodstvo (Foundry. Technologies and Equipment)*. 2024;(5):10–13. (In Russ.).
55. Санин В.Н., Икорников Д.М., Голосова О.А., Андреев Д.Е., Юхвид В.И. Центробежная СВС-металлургия легированных высокоэнтропийных литых сплавов на основе системы Co–Cr–Fe–Ni–Mn–(X). *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2020;(3):59–71. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2020-3-59-71>
 Sanin V.N., Ikornikov D.M., Golosova O.A., Andreev D.E., Yukhvid V.I. Centrifugal metallurgical SHS of cast Co–Cr–Fe–Ni–Mn–(X) alloys. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2020;61:436–445. <https://doi.org/10.3103/S1067821220040070>
56. Мартынов Д.А., Санин В.Н. Центробежная установка для получения литых материалов методами центробежного СВС-литья: Патент 2814351 (ПФ). 2024.
57. Yurchenko N.Yu., Stepanov N.D., Zherebtsov S.V., Tikhonovsky M.A., Salishchev G. Structure and mechanical properties of B2 ordered refractory AlNbTiVZr_x (x = 0–1.5) high-entropy alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 2017;704:82–90. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.019>
58. Stepanov N.D., Shaysultanov D.G., Chernichenko R.S., Ikornikov D.M., Sanin V.N., Zherebtsov S.V. Mechanical properties of a new high entropy alloy with a duplex ultrafine grained structure. *Materials Science and Engineer-*

ing: A. 2018;728:54–62.

<https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.04.118>

59. Mileiko S.T. Single crystalline oxide fibres for heats-resistant. *Composites Science and Technology*. 2005; 65(15-16):2500–2513.
<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.05.029>

60. Милейко С.Т. Антони Келли и композиты сегодня – Часть 1. *Композиты и наноструктуры*. 2019; 11(1(41)):35–49.

Mileiko S.T., Tony Kelly and composites today – Part 1. *Composites and Nanostructures*. 2019;11(1(41)):35–49. (In Russ.).

Сведения об авторах



Владимир Николаевич Санин – д.т.н., гл. науч. сотрудник лаборатории жидкофазных СВС-процессов и литых материалов Института структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мерджанова Российской академии наук (ИСМАН)
ID ORCID: 0000-0001-8402-4605
E-mail: svn@ism.ac.ru; i@sanin-vn.ru

Денис Михайлович Икорников – инженер-исследователь, мл. науч. сотрудник лаборатории жидкофазных СВС-процессов и литых материалов ИСМАН
ID ORCID: 0000-0002-8082-4442
E-mail: denis-ikornikov@yandex.ru

Алина Олеговна Сивакова – аспирант, мл. науч. сотрудник лаборатории физического материаловедения ИСМАН
ID ORCID: 0009-0000-7292-5887
E-mail: sivakovaalina@yandex.ru

Дмитрий Юрьевич Ковалев – д.ф.-м.н., заведующий лабораторией рентгеноструктурных исследований, гл. науч. сотрудник ИСМАН
ID ORCID: 0000-0002-8285-5656
E-mail: kovalev@ism.ac.ru

Милена Денисовна Панова – мл. науч. сотрудник лаборатории металлургических процессов АО «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет» им. Н.П. Сагина»
E-mail: MDPanova@rosatom.ru

Сергей Борисович Бабкин – вед. инженер лаборатории спектроскопии дефектных структур Института физики твердого тела им. Ю.А. Осипьяна (ИФТТ) РАН
E-mail: babkinserboris@yandex.ru

Сергей Тихонович Милейко – д.т.н., гл. науч. сотрудник лаборатории спектроскопии дефектных структур ИФТТ РАН
ID ORCID: 0000-0003-3707-4647
E-mail: mileiko@issp.ac.ru

Information about the Authors

Vladimir N. Sanin – Dr. Sci. (Eng.), Chief Researcher, Laboratory of Liquid-Phase SHS Processes and Cast Materials of Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science of the Russian Academy of Sciences (ISMAN)
ID ORCID: 0000-0001-8402-4605
E-mail: svn@ism.ac.ru; i@sanin-vn.ru

Denis M. Ikornikov – Research Engineer and Junior Researcher, Laboratory of Liquid-Phase SHS Processes and Cast Materials, ISMAN
ID ORCID: 0000-0002-8082-4442
E-mail: denis-ikornikov@yandex.ru

Alina O. Sivakova – Postgraduate Student and Junior Researcher, Laboratory of Physical Materials Science, ISMAN
ID ORCID: 0009-0000-7292-5887
E-mail: sivakovaalina@yandex.ru

Dmitry Yu. Kovalev – Dr. Sci. (Phys.-Math.), Head of the Laboratory of X-ray Diffraction Analysis and Chief Researcher, ISMAN
ID ORCID: 0000-0002-8285-5656
E-mail: kovalev@ism.ac.ru

Milena D. Panova – Junior Researcher, Laboratory of Metallurgical Processes, N.P. Sazhin State Research and Design Institute of the Rare-Metal Industry (Giredmet), JSC
E-mail: MDPanova@rosatom.ru

Sergei B. Babkin – Leading Engineer, Laboratory of Defect Structure Spectroscopy, Yu.A. Osip'yan Institute of Solid State Physics of the Russian Academy of Sciences (ISSP RAS)
E-mail: babkinserboris@yandex.ru

Sergei T. Mileiko – Dr. Sci. (Eng.), Chief Researcher, Laboratory of Defect Structure Spectroscopy, ISSP RAS
ID ORCID: 0000-0003-3707-4647
E-mail: mileiko@issp.ac.ru

Вклад авторов



В. Н. Санин – формирование основной концепции, определение целей и задач исследования, руководство исследованием, организация работ, обсуждение результатов исследования, подготовка текста статьи.
Д. М. Икорников – термодинамический анализ, проведение исследований по синтезу сплавов, сбор и анализ экспериментальных данных, обработка результатов, подготовка текста статьи.
А. О. Сивакова – микроструктурный анализ синтезированных сплавов, анализ данных, обработка результатов, подготовка текста статьи.
Д. Ю. Ковалев – рентгенофазовый анализ синтезированных сплавов, аналитическая обработка полученных данных, обработка результатов, подготовка текста статьи.

Contribution of the Authors

V. N. Sanin – conceptualization, definition of the study aims and objectives, supervision, project administration, discussion of results, writing – original draft.
D. M. Ikornikov – thermodynamic analysis, investigation and alloy synthesis, data collection and analysis, data processing, writing – original draft.
A. O. Sivakova – microstructural analysis of the synthesized alloys, data analysis, data processing, writing – original draft.
D. Yu. Kovalev – X-ray phase diffraction analysis of the synthesized alloys, analytical data processing, interpretation of results, writing – original draft.

М. Д. Панова – исследование окислительной стойкости синтезированных сплавов, аналитическая обработка полученных данных, обработка результатов, подготовка текста статьи.

С. Б. Бабкин – получение композитных образцов, проведение исследований по высокотемпературной прочности, сбор и обработка экспериментальных данных, обработка результатов и их подготовка для статьи.

С. Т. Милейко – проведение исследований по высокотемпературной прочности, анализ экспериментальных данных, обсуждение результатов исследования, подготовка текста статьи.

M. D. Panova – oxidation-resistance testing of the synthesized alloys, analytical data processing, interpretation of results, writing – original draft.

S. B. Babkin – composite specimen fabrication, high-temperature strength testing, experimental data collection and processing, preparation of results for the manuscript.

S. T. Mileiko – high-temperature strength testing, experimental data analysis, discussion of results, manuscript preparation.

Статья поступила 20.03.2026 г.
Доработана 17.06.2026 г.
Принята к публикации 19.06.2026 г.

Received 20.03.2026
Revised 17.06.2026
Accepted 19.06.2026