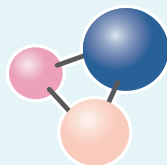


ИЗВЕСТИЯ ВУЗОВ



**ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ
И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ПОКРЫТИЯ**

**POWDER
METALLURGY
AND FUNCTIONAL
COATINGS**

2025

Том 19 № 4
Vol. No.

powder.misis.ru

**К 100-летию
Олега Владиславовича Романа**

ISSN 1997-308X
eISSN 2412-8767

ИЗВЕСТИЯ ВУЗОВ ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ПОКРЫТИЯ

Научно-технический журнал

Основан в 2007 г.

Выходит 6 раз в год

POWDER METALLURGY AND FUNCTIONAL COATINGS

Scientific and Technical Journal

Founded in 2007

Six issues per year

2025

Том 19 № 4
Vol. 19 No. 4

ИЗВЕСТИЯ ВУЗОВ ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ПОКРЫТИЯ

ISSN 1997-308X
eISSN 2412-8767



Учредитель:

ФГАОУ ВО Национальный исследовательский
технологический университет «МИСИС»

Адрес: 119049, Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1

<https://www.misis.ru>

Главный редактор

Евгений Александрович Левашов

д.т.н., чл.-корр. РАН, профессор, НИТУ МИСИС, г. Москва

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

ОСНОВАН В 2007 Г.

ВЫХОДИТ 6 РАЗ В ГОД

<http://powder.misis.ru>

Журнал включен в Перечень рецензируемых научных изданий, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ
для публикации результатов диссертаций на соискание ученых степеней.

Журнал включен в базы данных: Scopus, Russian Science Citation Index (RSCI), Ulrich's Periodicals Directory, РИНЦ, БД/РЖ ВИНТИ.

Редакционная коллегия

М. И. Алымов – д.т.н., чл.-корр. РАН, проф., ИСМАН, г. Черноголовка
А. П. Амосов – д.ф.-м.н., проф., СамГТУ, г. Самара
И. В. Блинков – д.т.н., проф., НИТУ МИСИС, г. Москва
П. А. Витязь – д.т.н., проф., акад. НАН Беларуси, г. Минск
В. Ю. Дорофеев – д.т.н., проф., ЮРГПУ (НПИ), г. Новочеркасск
А. А. Зайцев – к.т.н., доц., НИТУ МИСИС, г. Москва
А. Ф. Ильющенко – д.т.н., акад. НАН Беларуси, проф.,
ГНПО ПМ НАН Беларуси, г. Минск
Д. Ю. Ковалев – д.ф.-м.н., ИСМАН, г. Черноголовка
Ю. Р. Колобов – д.ф.-м.н., проф., ФИЦ ПХФ и МХ РАН, г. Черноголовка
В. С. Комлев – д.т.н., чл.-корр. РАН, проф., ИМЕТ РАН, г. Москва
Ю. М. Королев – д.т.н., проф., НТА «Порошковая металлургия»,
г. Москва
В. П. Кузнецов – д.т.н., проф., УрФУ, г. Екатеринбург
С. В. Кузьмин – д.т.н., чл.-корр. РАН, проф., ВолгГТУ, г. Волгоград
Ю. В. Левинский – д.т.н., проф., ИСМАН, г. Черноголовка
А. Е. Лигачев – д.ф.-м.н., проф., ИОФ РАН, г. Москва
А. А. Лозован – д.т.н., проф., МАИ (НИУ), г. Москва
В. Ю. Лопатин – к.т.н., доц., НИТУ МИСИС, г. Москва
В. И. Лысак – д.т.н., акад. РАН, проф., ВолгГТУ, г. Волгоград
А. В. Макаров – д.т.н., акад. РАН, ИФМ УрО РАН, УрФУ,
г. Екатеринбург
С. А. Оглезнева – д.т.н., проф., ПНИПУ, г. Пермь
И. Б. Пантелеев – д.т.н., проф., СПбГТИ (ТУ), г. Санкт-Петербург
М. И. Петржик – д.т.н., проф., НИТУ МИСИС, г. Москва
Ю. С. Погожев – к.т.н., доц., НИТУ МИСИС, г. Москва
В. В. Поляков – д.ф.-м.н., проф., АлтГУ, г. Барнаул
А. А. Попович – д.т.н., чл.-корр. РАЕН, проф., СПбГПУ,
г. Санкт-Петербург

С. Е. Порозова – д.т.н., проф., ПНИПУ, г. Пермь
А. А. Ремпель – д.ф.-м.н., акад. РАН, проф., ИМЕТ УрО РАН,
г. Екатеринбург
А. Н. Тимофеев – д.т.н., АО «Композит», г. Королев
М. В. Чукин – д.т.н., проф., МГТУ, г. Магнитогорск
С. Д. Шляпин – д.т.н., проф., МАИ (НИУ), г. Москва
Д. В. Штанский – д.ф.-м.н., проф., НИТУ МИСИС, г. Москва
H. Danningер – Dr. Sci., Prof., Vienna University of Technology,
Vienna, Austria
B. Derin – Dr. Sci. (Phil.), Assoc. Prof., Istanbul Technical University,
Maslak, Istanbul, Turkey
I. Konyashin – Dr. Sci. (Econ.), Prof., Element Six GmbH, Burghaun,
Germany
S. A. Kulinich – PhD (Chem.), Associate Prof., Tokai University, Hiratsuka,
Kanagawa, Japan
L. L. Mishnaevsky – Dr. Habil. (Eng.), Technical University of Denmark,
Roskilde, Denmark
A. S. Mukasyan – Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., University of Notre Dame,
Notre Dame, USA
R. Orrù – Dr. Sci. (Eng.), Prof., University of Cagliari, Cagliari, Italy
F. Peizhong – Dr. Sci., Prof., China University of Mining and Technology,
Xuzhou, P.R. China
C. Pengwan – Dr. Sci., Prof., Beijing Institute of Technology,
Beijing, P.R. China
F. Rustichelli – Dr. Sci. (Phys.), Prof., University of Marches, Ancona, Italy
Zheng YongTing – Dr. Sci., Prof., Harbin Institute of Technology, Harbin,
P.R. China
F. Zhengyi – Dr. Sci., Prof., Wuhan University of Technology, Wuhan,
P.R. China

Редакция журнала

Адрес: 119049, Москва,
Ленинский пр-т, 4, стр. 1. НИТУ МИСИС

Тел.: +7 (495) 638-45-35. Эл. почта: izv.vuz@misis.ru

Свидетельство о регистрации № ФС77-27955 от 12.04.2007 г.
Перерегистрация 25.09.2020 г. ПИ № ФС77-79230



© НИТУ МИСИС, Москва, 2025



Статьи доступны под лицензией Creative Commons
Attribution Non-Commercial No Derivatives

Ведущий редактор: О.В. Соснина
Выпускающий редактор: А.А. Кудинова
Дизайн и верстка: В.В. Расенец

Подписано в печать 20.08.2025. Формат 60×90 1/8
Бум. офсетная № 1. Печать цифровая. Усл. печ. л. 12,5
Заказ 22789. Цена свободная
Отпечатано в типографии Издательского Дома МИСИС
119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1
Тел./факс: +7 (499) 236-76-17

POWDER METALLURGY AND FUNCTIONAL COATINGS

SCIENTIFIC AND TECHNICAL JOURNAL
FOUNDED IN 2007
SIX ISSUES PER YEAR

<http://powder.misis.ru>

ISSN 1997-308X
eISSN 2412-8767



Founder: National University of Science
and Technology "MISIS"

Address: 1 Bld, 4 Leninskiy Prosp., Moscow 119049, Russian Federation

<http://www.misis.ru>

Editor-in-Chief

Evgeny A. Levashov

Dr. Sci. (Eng.), Corr. Mem. of the RAS, Prof., NUST MISIS, Moscow, Russian Federation

Journal is included into the List of peer-reviewed scientific publications recommended by the Highest Attestation Commission
of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation for publishing the results of doctoral and candidate dissertations.
Abstracting/Indexing: Scopus, Russian Science Citation Index (RSCI), Ulrich's Periodicals Directory, VINITI Database (Abstract Journal).

Editorial Board

M. I. Alymov – Dr. Sci. (Eng.), Corresponding Member of the RAS, Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Sciences of the RAS, Chernogolovka, Russia
A. P. Amosov – Prof., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Samara State Technical University, Samara, Russia
I. V. Blinkov – Prof., Dr. Sci. (Eng.), NUST MISIS, Moscow, Russia
M. V. Chukin – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia
H. Danning – Prof., Dr. Sci., Vienna University of Technology, Vienna, Austria
B. Derin – Assoc. Prof., Dr. Sci. (Phil.), Istanbul Technical University, Maslak, Istanbul, Turkey
V. Yu. Dorofeyev – Prof., Dr. Sci. (Eng.), South-Russian State Polytechnical University (NPI), Novocherkassk, Russia
A. Ph. Ilyushchanka – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Acad. of the NAS of Belarus, State Research and Production Powder Metallurgy Association, Minsk, Belarus
Yu. R. Kolobov – Prof., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Federal Research Center of Problems of Chemical Physics and Medicinal Chemistry of the RAS, Chernogolovka, Russia
V. S. Komlev – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Corresponding Member of the RAS, Institute of Metallurgy of the RAS, Moscow, Russia
I. Konyashin – Prof., Dr. Sci. (Econ.), Element Six GmbH, Burghaun, Germany
Yu. M. Korolyov – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Scientific and Technical Association "Powder Metallurgy", Moscow, Russia
D. Yu. Kovalev – Dr. Sci. (Phys.-Math.), Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Sciences of the RAS, Chernogolovka, Russia
S. A. Kulinich – Assoc. Prof., PhD (Chem.), Tokai University, Hiratsuka, Kanagawa, Japan
S. V. Kuzmin – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Corresponding Member of the RAS, Volgograd State Technical University, Volgograd, Russia
V. P. Kuznetsov – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Ural Federal University, Ekaterinburg, Russia
Yu. V. Levinsky – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Sciences of the RAS, Chernogolovka, Russia
A. E. Ligachyov – Prof., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prokhorov General Physics Institute of the RAS, Moscow, Russia
V. Yu. Lopatin – Cand. Sci., NUST MISIS, Moscow, Russia
A. A. Lozovan – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Moscow Aviation Institute (NRU), Moscow, Russia

V. I. Lysak – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Acad. of the RAS, Volgograd State Technical University, Volgograd, Russia
A. V. Makarov – Dr. Sci. (Eng.), Acad. of the RAS, M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the RAS, Ural Federal University, Ekaterinburg, Russia
L. L. Mishnaevsky – Dr. Habil. (Eng.), Technical University of Denmark, Roskilde, Denmark
A. S. Mukasyan – Prof., Dr. Sci. (Phys.-Math.), University of Notre Dame, Notre Dame, USA
S. A. Oglezneva – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Perm National Research Polytechnical University, Perm, Russia
R. Orrù – Prof., Dr. Sci. (Eng.), University of Cagliari, Cagliari, Italy
I. B. Panteleev – Prof., Dr. Sci. (Eng.), St. Petersburg State Technological Institute (Technical University), St. Petersburg, Russia
F. Peizhong – Prof., Dr. Sci., China University of Mining and Technology, Xuzhou, P.R. China
C. Pengwan – Prof., Dr. Sci., Beijing Institute of Technology, Beijing, P.R. China
M. I. Petrzhik – Dr. Sci. (Eng.), NUST MISIS, Moscow, Russia
Yu. S. Pogozhev – Assoc. Prof., Cand. Sci. (Eng.), NUST MISIS, Moscow, Russia
V. V. Polyakov – Prof., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Altai State University, Barnaul, Russia
A. A. Popovich – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Corresp. Member of the RAS, St. Petersburg State Polytechnical University (National Research University), St. Petersburg, Russia
S. E. Porozova – Dr. Sci. (Eng.), Perm National Research Polytechnical University, Perm, Russia
A. A. Rempel – Prof., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Acad. of the RAS, Institute of Metallurgy of the Ural Branch of the RAS, Ekaterinburg, Russia
F. Rusticelli – Prof., Dr. Sci. (Phys.), University of Marches, Ancona, Italy
S. D. Shlyapin – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Moscow Aviation Institute (NRU), Moscow, Russia
D. V. Shtansky – Prof., Dr. Sci. (Phys.-Math.), NUST MISIS, Moscow, Russia
A. N. Timofeev – Dr. Sci. (Eng.), JSC "Komposite", Korolev, Russia
P. A. Vityaz – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Acad. of the NAS of Belarus, Minsk, Belarus
A. A. Zaitsev – Assoc. Prof., Cand. Sci. (Eng.), NUST MISIS, Moscow, Russia
Zheng YongTing – Prof., Dr. Sci., Harbin Institute of Technology, Harbin, P.R. China
F. Zhengyi – Prof., Dr. Sci., Wuhan University of Technology, Wuhan, P.R. China

Editorial Staff

Address: NUST MISIS,
1 Bld, 4 Leninskiy Prosp., Moscow 119049, Russian Federation

Phone: +7 (495) 638-45-35. E-mail: izv.vuz@misis.ru

Certificate of registration No. FS77-27955 (12.04.2007)

Re-registration PI No. FS77-79230 (25.09.2020)



PM & FC © NUST MISIS, Moscow, 2025



Articles are available under Creative Commons
Attribution Non-Commercial No Derivatives

Leading Editor: O.V. Sosnina
Executive Editor: A.A. Kudinova
Layout Designer: V.V. Rasenets

Signed print 20.08.2025. Format 60x90 1/8
Offset paper No. 1. Digital printing. Quires 12.5

Order 22789. Free price

Printed in the printing house of the MISIS Publish House
1 Bld, 4 Leninskiy Prosp., Moscow 119049, Russian Federation
Phone/fax: +7 (499) 236-76-17

Содержание



Contents

К 100-летию
академика О.В. Романа

Витязь П.А., Ильющенко А.Ф.

К 100-летию со дня рождения академика
Олега Владиславовича Романа, 1925–2013 6

Процессы получения
и свойства порошков

Дьячкова Л.Н., Витязь П.А.

Псевдосплавы на основе железа
антифрикционного назначения с повышенными
механическими и триботехническими свойствами,
разработанные в Институте порошковой металлургии
имени академика О.В. Романа НАН Беларуси 16

Теория и процессы формования
и спекания порошковых материалов

Дорофеев В.Ю., Свиридова А.Н.,

Свиридова С.В., Свистун Л.И.

Особенности уплотнения, формирования структуры
и свойств порошкового титана при горячей штамповке 28

Самораспространяющийся
высокотемпературный синтез

Вадченко С.Г., Рогачев А.С., Алымов М.И.

Механизм синтеза ультратугоплавкого
карбида Ta_4ZrC_5 в режиме теплового взрыва
с предварительным механическим сплавлением
металлов 40

Тугоплавкие, керамические
и композиционные материалы

Оглезнева С.А., Кульметьева В.Б.,

Сметкин А.А., Малышев А.Е.

Влияние морфологии керамических порошков
 $ZrO_2-Y_2O_3$, используемых в теплозащитных
покрытиях, на стойкость к силикатным отложениям 50

Наноструктурированные материалы
и функциональные покрытия

Муканов С.К., Петржик М.И., Кудряшов А.Е.,

Логинов П.А., Швындина Н.В., Шевейко А.Н.,

Купцов К.А., Левашов Е.А.

Комбинированная технология электроискрового
и катодно-дугового формирования износо-
и жаростойких покрытий 60

To the 100th anniversary
of Academician O.V. Roman

Vityaz P.A., Ilyushchenko A.F.

On the occasion of the centenary of Academician
Oleg Vladislavovich Roman, 1925–2013 6

Production Processes
and Properties of Powders

Dyachkova L.N., Vityaz P.A.

Iron-based pseudosolloys for antifriction applications
with enhanced mechanical and tribological properties
developed at the O.V. Roman Powder Metallurgy
Institute of the National Academy of Sciences
of Belarus 16

Theory and Processes of Formation
and Sintering of Powder Materials

Dorofeyev V.Yu., Sviridova A.N.,

Sviridova S.V., Svistun L.I.

Features of densification, structure formation,
and properties of powder titanium under hot die forging 28

Self-Propagating
High-Temperature Synthesis

Vadchenko S.G., Rogachev A.S., Alymov M.I.

Mechanism of synthesis of ultra-high temperature
 Ta_4ZrC_5 carbide by thermal explosion
with preliminary mechanical alloying of metals 40

Refractory, Ceramic,
and Composite Materials

Oglezneva S.A., Kulmetyeva V.B.,

Smetkin A.A., Malyshev A.E.

Effect of $ZrO_2-Y_2O_3$ powder morphology on CMAS
resistance of thermal barrier coatings 50

Nanostructured Materials
and Functional Coatings

Mukanov S.K., Petrzhik M.I., Kudryashov A.E.,

Loginov P.A., Shvyndina N.V., Sheveyko A.N.,

Kuptsov K.A., Levashov E.A.

Combined technology of electrosark
and cathodic-arc formation of wear- and oxidation
resistant coatings 60

Содержание



Contents

Материалы и покрытия, получаемые
методами аддитивных технологий

Борисов Е.В., Репнин А.В., Попович А.А.
Аддитивное производство изделий
с функционально-градиентной структурой
по технологии селективного лазерного сплавления.
Обзор 77

**Басков Ф.А., Логачёва А.И.,
Логачев И.А., Тимофеев А.Н.**
О проблемах применения металлопорошковых
композиций в технологии селективного лазерного
сплавления 91

Materials and Coatings Fabricated Using
the Additive Manufacturing Technologies

Borisov E.V., Repnin A.V., Popovich A.A.
Additive manufacturing of functionally
graded products by selective laser melting:
A review 77

**Baskov F.A., Logacheva A.I.,
Logachev I.A., Timofeev A.N.**
Challenges in using powder feedstock
for laser powder bed fusion 91



<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-6-15>

Редакционная статья

Editorial article



К 100-летию со дня рождения академика Олега Владиславовича Романа 1925–2013

П. А. Витязь¹, А. Ф. Ильющенко²

¹ Президиум Национальной академии наук Беларуси
Беларусь, 220072, г. Минск, пр-т Независимости, 66

² Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа
Беларусь, 220005, г. Минск, ул. Платонова, 41

alexil@mail.belpak.by

Для цитирования: Витязь П.А., Ильющенко А.Ф. К 100-летию со дня рождения академика Олега Владиславовича Романа, 1925–2013. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2025;19(4):6–15.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-6-15>

On the occasion of the centenary of Academician Oleg Vladislavovich Roman 1925–2013

P. A. Vityaz¹, A. F. Ilyushchenko²

¹ Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus
66 Nezavisimosti Prosp., Minsk 220072, Belarus

² State Research Institution O.V. Roman Powder Metallurgy Institute, National Academy of Sciences of Belarus
41 Platonov Str., Minsk 220005, Belarus

alexil@mail.belpak.by

For citation: Vityaz P.A., Ilyushchenko A.F. On the occasion of the centenary of Academician Oleg Vladislavovich Roman, 1925–2013. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(4):6–15. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-6-15>



Олег Владиславович Роман родился в 1925 г. в г. Владивостоке в семье учителей, в 1934 г. они приехали в г. Минск, а после смерти отца в 1941 г. – в г. Уфу, где мать трудилась на военном заводе, а он учился в школе, одновременно работая на фабрике. После окончания школы в 1942 г. поступил в Уфимский авиационный институт. В 1945 г. они вернулись в г. Минск, где он продолжил учебу в Белорусском политехническом институте (БПИ) по специальности инженер-механик. После его окончания в 1948 г. поступил в аспирантуру при Ленинградском политехническом институте им. М.И. Калинина (ЛПИ). Научным руководителем Олега Владиславовича был выдающийся ученый, профессор, основатель кафедры технологии машиностроения, создатель советской школы технологии машиностроения Александр Павлович Соколовский. В это время в ЛПИ уже работало много известных ученых.

В 1951 г. О.В. Роман успешно защитил диссертацию в ЛПИ на соискание ученой степени кандидата технических наук по теме «Борьба с вибрациями при обработке металлов резанием», после чего вернулся в Белорусский политехнический институт, где работал преподавателем.

В период 1961–1962 гг. Олег Владиславович проходил научную стажировку в США при Пен-

сильванском политехническом институте (Rensselaer Polytechnic Institute) под руководством профессоров F.V. Lenel и G. Ansell, а также доктора наук Н. Hausner. Впоследствии он отмечал, что ему очень повезло работать с такими уже хорошо известными в то время учеными, оказавшими большое влияние на его дальнейшую деятельность. Они длительное время поддерживали взаимоотношения, а профессор G. Ansell и доктор Н. Hausner приезжали в г. Минск и выступали с докладами в НИИ порошковой металлургии.

Развитие порошковой металлургии в Белорусской ССР проходило очень интенсивно и тесно связано с именем О.В. Романа. В 1955 г. он возглавил кафедру «Технология металлов» в БПИ, где изучались и преподавались многие направления технологии получения и обработки материалов, среди которых была и порошковая металлургия. По инициативе О.В. Романа в 1956 г. при кафедре была создана лаборатория порошковой металлургии, с которой и началось становление и развитие этого направления в Белорусской ССР.

В г. Минске в то время строились новые заводы: Минский тракторный завод (МТЗ), Минский автомобильный завод (МАЗ), Минский завод автоматических линий (МЗАЛ) и многие другие. Развивающейся промышленности требовались новые кадры, новые знания, новые материалы и новые технологические процессы. В связи с этой потребностью формировались близкие взаимоотношения между учебными институтами, наукой и производством.

Сотрудники созданной лаборатории активно взаимодействовали с заводом дорожного машиностроения «Ударник», руководители которого (директор С.М. Ковнацкий и главный инженер, выпускник БПИ М.Я. Куцер) понимали, что такое новые материалы и какова необходимость их развития. В 1957 г., по инициативе О.В. Романа, завод выделил небольшое помещение под лабораторию и опытное производство, где было начато производство первых порошковых деталей по заказам предприятий. Так, для завода «Ударник» изготавливались антифрикционные втулки (подшипники скольжения), а в 1959 г. был заключен первый хозяйственный договор на производство шестерней масляного насоса из порошковых композиций для Харьковского тракторного завода. Производственных площадей

*Посвящается
нашему учителю, коллеге
и другу, академику О.В. Роману
по случаю 100-летия
со дня рождения*

было недостаточно, поэтому, опять же по инициативе О.В. Романа, был создан промышленный участок на Минском заводе запасных частей (ныне – ОАО «Минский завод шестерен»). На нем впервые в БССР был начат выпуск достаточно большой номенклатуры порошковых деталей для МТЗ и МАЗ.

Развитие работ в области порошковой металлургии было определено Постановлением Совета Министров БССР от 3 октября 1959 г., которым были утверждены и основные направления исследований в лаборатории порошковой металлургии БПИ на заводе «Ударник».

Создание в 1960 г. в СССР системы территориальных советов народного хозяйства (совнархозов) также способствовало развитию порошковой металлургии в БССР. Так, Постановлением Совета Министров БССР лаборатория порошковой металлургии БПИ была переведена из кафедральной в состав научно-исследовательского сектора института и в соответствии с решением Совнархоза БССР переименована в Центральную базовую лабораторию порошковой металлургии (приказ Минвуза БССР от 23 сентября 1960 г. № 627). Поэтому 23 сентября 1960 г. считается официальной датой рождения порошковой металлургии Беларуси. Был определен ее штат в 40 единиц и создан научно-технический совет под председательством заведующего кафедрой О.В. Романа, который был научным руководителем лаборатории, а на должность заведующего был назначен главный инженер завода «Ударник» М.Я. Куцер. Деятельность лаборатории сразу была ориентирована на задачи «от научных исследований – к опытно-конструкторским разработкам – в опытно-промышленное, а затем в серийное производство» с подготовкой необходимых инженерных и высшей квалификации кадров.

Следует отметить, что эта сквозная линия поддерживалась в деятельности лаборатории и поддерживается в настоящее время в созданном на ее основе Научно-исследовательском институте порошковой металлургии (НИИ ПМ) и в Государственном научно-производственном объединении порошковой металлургии.

С целью подготовки инженерных кадров в области порошковой металлургии в БПИ уже в 1958 г. выполняли дипломные проекты два студента механического факультета – В.Н. Громович и Э.М. Дечко. Первый в дальнейшем работал на участке порошковой металлургии Минского завода запчастей, а второй – на кафедре «Металлорежущие станки и инструменты» БПИ, и в дальнейшем он продолжил свою научную деятельность и стал доктором технических наук, профессором.

В 1959 г. уже целая группа студентов активно занималась порошковой металлургией, а одна из них – Т.К. Юрашкевич (Гаркавая), по распределению была направлена в Центральную базовую лабораторию и стала первым штатным инженером из выпускников БПИ.

В 1960 г. коллектив из пяти студентов успешно выполнил и защитил совместный дипломный проект по разработке будущего завода порошковой металлургии. Участники этого проекта В.С. Ковнацкий и Л.Г. Талако в начале 1980 г. активно участвовали в проектировании и освоении технологических процессов уже реального проекта по созданию Завода порошковой металлургии в г. Молодечно.

В Центральной базовой лаборатории порошковой металлургии создавались новые материалы конструкционного, антифрикционного и фрикционного назначений и отрабатывались опытно-промышленные



Стажер О.В.Роман среди ведущих специалистов РПИ, 1965 г.

O.V. Roman during his internship among leading RPI specialists, 1965

технологии их производства, также осуществлялось производство фрикционных колец для вала отбора мощности для осваиваемой новой продукции – тракторов МТЗ-50.

Лаборатория быстро развивалась, и требовались новые кадры. Так, одним из первых ее сотрудников стал будущий академик П.А. Витязь. Он вспоминает:

«В то время я работал мастером ремонтного цеха на заводе «Ударник», и мне приходилось оказывать помощь лаборатории по ремонту технологического оборудования, прессов и печей. Это поспособствовало моему переходу на работу в 1961 г. в лабораторию. Я начал освоение порошковой металлургии с изучения свойств и производства фрикционных изделий для МТЗ. Мое первое знакомство с О.В. Романом состоялось в 1962 г. по его возвращении из научной стажировки в США. На общей встрече с коллективом лаборатории О.В. Роман поразила меня не только своим внешним видом, но и убедительностью речи о перспективах развития порошковой металлургии и ее значимости в освоении новых технологий и изделий для общего машиностроения и специальной техники. На первой же встрече с коллективом он отметил, что необходимо изучать иностранные языки, ездить на конференции, проходить научные стажировки в научных центрах, осваивать новые знания. Этот процесс освоения нового он осуществлял всю свою последующую жизнь».

В связи с ликвидацией совнархозов в СССР в 1962 г. и переходом на систему министерств лаборатория была реорганизована в отраслевую лабораторию порошковой металлургии. Ее сотрудники активно повышали квалификацию и тесно сотрудничали с ведущими научными отечественными и зарубежными центрами. Неоценимую помощь лаборатории оказали ведущие специалисты в области порошковой металлургии СССР В.В. Саклинский (Научно-исследовательский институт автопромышленности, г. Москва) и В.С. Раковский (Всесоюзный институт легких сплавов, г. Москва).

Хорошую научную школу сотрудники лаборатории прошли в Академии наук Украины и, прежде всего, в Институте проблем материаловедения (академики И.Н. Францевич, И.М. Федорченко, В.И. Трофилов, член-корреспондент Г.В. Самсонов). Плодотворное творческое сотрудничество продолжалось с академиками В.В. Скороходом, И.В. Новиковым, И.К. Походней, А.Г. Косторновым, К.А. Ющенко и многими другими. Самая активная поддержка всегда оказывалась президентом Академии наук Украины – академиком Б.Е. Патонем, до последних дней его жизни.

Работы лаборатории рассматривались на коллегии министерств высшего образования БССР и СССР. К середине 1960-х годов она стала одной из ведущих в СССР и, по представлению коллегии распоряжением Совета Министров БССР от 11 августа 1964 г. № 11/34 была преобразована в Проблемную лабораторию порошковой металлургии и определена ведущей в системе Министерства высшего образования СССР. На нее были возложены задачи проведения теоретических работ и оказание помощи предприятиям республики по внедрению в производство разработок порошковой металлургии.

Под руководством и при активном участии О.В. Романа сотрудники лаборатории налаживали контакты с советскими и зарубежными учеными. Лабораторию неоднократно посещали не только ученые из Москвы, Ленинграда, Киева, но и зарубежные коллеги: Кемтон Ролл – директор Федерации порошковой металлургии США; профессор Герхард Бокштигель (Швеция) – ведущий специалист фирмы «Hoe-ganes» – крупнейшего производителя порошков железа и низколегированных сталей; профессор Рихард Киффер (Австрия) – известный ученый в области твердых и тяжелых сплавов, а также многие другие известные специалисты.

Благодаря установившимся зарубежным связям сотрудники лаборатории и кафедры технологии металлов БПИ в порядке научного обмена работали и стажировались в США, Швеции, Англии, Франции, Финляндии, Австрии, Италии, Югославии. Они принимали участие и выступали с докладами на международных конференциях по порошковой металлургии. Специалисты лаборатории не только учились сами, но и учили других. В 1961–1962 гг. был спроектирован и создан цех электромеханического завода в г. Риге. По инициативе О.В. Романа, 7–10 сентября 1966 г. в г. Минске была организована и успешно прошла VIII Всесоюзная конференция по профессиональным методам производства изделий методами порошковой металлургии.

Благодаря активной деятельности О.В. Романа и его авторитету значительную поддержку развитию порошковой металлургии оказывали руководители республики и, прежде всего, первый секретарь ЦК КПБ П.М. Машеров, неоднократно посещавший лабораторию. Большое внимание развитию этого направления уделял и министр высшего образования СССР В.П. Елютин, который сам занимался порошковыми материалами и руководил кафедрой в Московском институте стали и сплавов, где работали и продолжают свою деятельность многие известные порошковики.

В начале 1960-х годов на кафедре «Технология металлов» БПИ появились первые аспиранты: Г.М. Жданович, Е.А. Дорошкевич, П.А. Витязь,

В.Е. Перельман, В.Г. Горобцов, А.П. Богданов, Л.С. Богинский, Л.Н. Афанасьев, В.Н. Ковалевский и др. В скором времени они успешно защитили кандидатские, а затем и докторские диссертации и стали известными учеными, специалистами, педагогами и организаторами науки и производств.

Все это способствовало выходу Постановления Совета Министров БССР от 7 сентября 1972 г. № 272 об образовании при БПИ на базе Проблемной лаборатории порошковой металлургии Научно-исследовательского института порошковой металлургии (НИИ ПМ). Директором был назначен О.В. Роман, который сразу поднял вопрос о создании помещений для института с опытным производством. Необходимые финансовые ресурсы на строительство объекта Олег Владиславович и его ученики собирали в министерствах СССР по принципу «шапка по кругу», как выразился тогда первый заместитель председателя Совета министров СССР К.Т. Мазуров. Значительную поддержку в этом вопросе оказывали заместитель председателя Совета министров БССР И.М. Глазков, а также постоянный представитель Белоруссии в г. Москве А.В. Горячкин и его заместитель А.Я. Масальский.

Таким образом, были построены корпуса НИИ ПМ с опытным производством в г. Минске на улице Платонова, 41 и экспериментальный полигон по использованию импульсных нагрузок в районе Острошицкого городка – в 18 км от Минска. Это был сложный процесс получения денежных средств от министерств СССР, а также лимитов на строительство и их освоение. Кроме того, в каждом министерстве нужно было показать и доказать, что институт имеет перспективные разработки, и они будут использованы в интересах предприятий министерств взамен выделенных ими финансовых средств. Коллектив сотрудников – учеников О.В. Романа, совместно с ним и решали эти вопросы. Требовалось приобретение необходимого современного научного оборудования для выполнения исследований и промышленного (прессов и печей) – для выпуска опытно-промышленных партий порошковых изделий и отработки промышленных технологий. С этой целью, по инициативе О.В. Романа, в 1973 г. в г. Минске была проведена первая в СССР международная выставка «Порошковая металлургия» – определенная проба сил на международном уровне. К этому времени уже многие ученики прошли научные стажировки за рубежом, защитили кандидатские диссертации и были готовы к решению более сложных задач.

В мае 1977 г. был готов корпус опытного производства института, в котором и прошла вторая очень представительная выставка с участием практически всех крупных фирм мира, занимающихся порошковой металлургией. Параллельно была организована

международная конференция, на которой выступили с докладами ученые из Европы, США и СССР. В дальнейшем такие выставки и приуроченные к ним международные конференции стали регулярными и проводились каждые 4 года в г. Минске. Это позволило закрепить международные связи, которые сохранились и развиваются по настоящее время.

Благодаря таким мероприятиям институту удалось приобрести уникальное на то время исследовательское оборудование, такое как рентгеновский микрозонд MS046 (Cameca, Франция), атомно-абсорбционный анализатор изображения QUANTIMET-720 (Cambridge Instruments, Англия), сканирующий электронный микроскоп MiniSEM (Япония) и др. Деньги для его закупки удалось получить от ГКНТ СССР с учетом решений по выполнению разработок в интересах многих министерств СССР и промышленности БССР.

Такая система организации и проведения выставок и научно-практических конференций осуществлялась регулярно вплоть до распада СССР. Это позволило создать в институте научно-исследовательский центр физико-химических исследований – лучший в СССР, который активно работал и успешно работает и сейчас.

После первой выставки «Порошковая металлургия» в институте началось активное проведение работ по нанесению защитных покрытий различными методами, созданию новых материалов из порошковых композиций и освоению новых прогрессивных технологических процессов. Были созданы десятки промышленных участков и цехов порошковой металлургии и нанесения защитных покрытий на многих предприятиях БССР, СССР и за рубежом. Все это развивалось в системе министерств образования этих республик, основной задачей которых была подготовка как научных кадров для проведения исследований, так и инженеров для промышленности.

Специалистов по этим направлениям было недостаточно, поэтому министерствами высшего образования СССР и БССР было принято решение создать при БПИ специальный факультет по переподготовке инженерных кадров в области порошковой металлургии, защитных покрытий и композиционных материалов. Учебный процесс обеспечивался сотрудниками кафедры и НИИ ПМ. С целью использования учебного процесса научно-исследовательской и опытной базы института при выполнении НИР и практических работ был создан филиал кафедры во главе с П.А. Витязем. На этом факультете прошли переподготовку выпускники вузов России, Узбекистана, Таджикистана, Казахстана и других республик СССР – всего более 100 специалистов.

В 1978 г. в институте был сформирован отдел исследований и испытаний материалов, на базе которого

в 1996 г. был создан и в 1997 г. аккредитован органом Госстандарта Республики Беларусь на техническую компетентность и независимость Испытательный центр исследований и испытаний материалов. Он был ориентирован на проведение сертификационных испытаний в области общего материаловедения. В настоящее время в институте функционирует орган по сертификации металлических и неметаллических материалов и изделий из них, что позволяет потребителям получать сертификаты их качества в соответствии с Национальной системой сертификации.

Поскольку изделия порошковой металлургии применяются практически во всех отраслях и их производство требует специальных знаний по технологическим процессам, то экономически более выгодно создавать межведомственные производства. В 1980-х годах для ускорения внедрения научных достижений создавались объединения и научно-технические комплексы, в которые входили организации как от науки, так и от производства.

Развитие научно-исследовательских работ, создание новых материалов и технологий привели к тому, что опытное производство НИИ ПМ и созданные на предприятиях участки уже не справлялись с потребностями развивающихся промышленных предприятий. Руководство института начало прорабатывать вопрос о строительстве завода порошковой металлургии. Опыта строительства такого предприятия не было, да и в мире на то время их было очень мало. Поэтому встал вопрос, кто будет проектировать, строить завод, финансировать, а затем им управлять. Этот вопрос внимательно рассматривался на правительственном уровне как БССР, так и СССР.

По инициативе О.В. Романа в 1980 г. в НИИ ПМ состоялось совещание, на котором присутствовали первый секретарь ЦК КПБ П.М. Машеров, член ЦК КПБ И.М. Глазков, отвечающий за науку и образование, председатель Совета министров БССР А.Н. Аксенов, начальник управления науки и образования Совета министров БССР Г.Н. Артюшевский, ректор БПИ В.Д. Ткачев, директор Института порошковой металлургии, заведующий кафедрой О.В. Роман, а также его заместители П.А. Витязь и М.Я. Куцер.

После ознакомления с работами института и активного обсуждения вопроса создания научно-производственного объединения порошковой металлургии, по предложению П.М. Машерова, с согласия председателя Совета министров А.Н. Аксенова, при поддержке президента АН СССР А.П. Александрова и министра высшего образования СССР В.П. Елютина было принято решение создать Белорусское научно-производственное объединение порошковой металлургии (БРНПО ПМ) с подчинением Совету министров БССР. Олег Владиславович Роман стал генеральным директором созданного объедине-

ния, сохранив за собой пост директора института и заведующего кафедрой. П.А. Витязь был назначен первым заместителем генерального директора по научной работе, М.Я. Куцер – заместителем генерального директора по внедрению и производству. Следует отметить, что руководство О.В. Романом одновременно объединением, институтом и кафедрой оказалось очень эффективным и способствовало проведению целенаправленной политики по подготовке инженерных и научных кадров, проведению необходимых разработок с участием студентов и аспирантов, освоению выполненных разработок в промышленности.

Одновременно в БПИ Постановлением Совета Министров БССР № 52 от 13.02.1980 г. был создан специальный факультет «Новые материалы» для подготовки специалистов по порошковой металлургии, композиционным материалам, нанесению защитных покрытий, который работал на базе объединения. Его деканом был назначен Е.А. Дорошкевич.

В состав БРНПО ПМ вошли НИИ порошковой металлургии (головная организация), специальное конструкторско-технологическое бюро с опытным производством, экспериментально-лабораторный полигон (в районе Острошицкого городка) и планируемый Завод порошковой металлургии (МолЗПМ) по производству изделий из металлических порошков (г. Молодечно).

Выполнение принятого постановления требовало много усилий и решения ряда вопросов, которые были новыми и очень сложными. Требовалось осуществить проектирование завода, выбрать площадку для строительства, разработать техническое задание на проектирование завода мощностью 10 тыс. т изделий порошковой металлургии для машиностроительных заводов и выпуска спецтехники для всех республик СССР. Для решения этих вопросов были подключены все лаборатории института. О.В. Роман требовал, чтобы все разработки НИИ ПМ были реализованы на Заводе порошковой металлургии. К этому времени в институте были достигнуты хорошие результаты по созданию новых порошковых композиций для изготовления конструкционных, антифрикционных, фрикционных и пористых изделий. Необходимо было выявить конкретную номенклатуру изделий для предприятий не только БССР, но и для ряда министерств СССР. В зависимости от количества и требуемых параметров изделий надо было определить необходимое оборудование, количество и условия их производства. Все это нужно было использовать при разработке технического задания будущего завода.

При решении этих вопросов проявился талант О.В. Романа по организации всех работ, распределению обязанностей и контролю за своевремен-

ным и качественным выполнением поручений. Конечно, не все проходило удачно и своевременно. Вспоминается один пример. Для строительства завода необходимо было выбрать площадку. После поисков и ряда совещаний она была определена в г. Молодечно. Совместно с Молодечненским горисполкомом оценили участок и начали процедуру его передачи под строительство. Это была осень 1980 г. Были выделены деньги на строительство, оформлены лимиты с распределением по годам на период строительства. К сожалению, согласование отвода земель задерживалось, а по радио предупредили, что ожидаются большие морозы. Олег Владиславович пригласил своих сотрудников и сообщил, что если до наступления морозов верхний плодородный слой почвы не будет снят, то строительство в следующем году не начнется и, следовательно, будут не освоены деньги и строительные лимиты, чего допустить нельзя. Поэтому было принято решение немедленно приступить к подготовке площадки под строительство, что и успели сделать до наступления морозов. Но к этому времени документов на отвод земли под строительство еще не было получено. За нарушение законодательства О.В. Роман и П.А. Витязь получили выговор от Народного контроля БССР, на что О.В. Роман сказал:

«Выговор сегодня дали, завтра его снимут, а нужное дело будет выполнено. Деньги и строительные лимиты будут освоены».

Так оно и получилось.

Строительная площадка была выбрана исходя из ограничений строительства производств в г. Минске, наличия трудовых ресурсов в г. Молодечно, а также благожелательного отношения руководства города, которое многое сделало для ускорения строительства.

Уже 20 января 1981 г. была создана дирекция строящегося завода, которую возглавил Н.П. Иванов. Начались подготовка и строительство завода с одновременным возведением жилья для персонала. Первый жилой дом был заселен работниками завода в 1984 г.

Завод строился и одновременно работал. В 1982 г. на временно введенных площадях был организован участок по изготовлению нестандартного оборудования. В декабре 1983 г. были закончены строительство главного производственного корпуса и монтаж технологического оборудования. В январе 1984 г. директором завода был назначен А.С. Сивец и введена в строй первая очередь завода мощностью 5 тыс. т порошковых изделий. А в марте была изготовлена первая партия порошковых изделий по полному технологическому циклу (смешивание порошков, прессование заготовок, спекание, калибровка). В течение 1984 г. было освоено производство 37 наименований конструкционных и антифрикционных деталей для

комплектации грузовых автомобилей МАЗ, БелАЗ, ЗИЛ, тракторов МТЗ, сельскохозяйственной техники завода «Гомсельмаш» и др.

В январе 1985 г. была освоена и внедрена на заводе технология нанесения защитных покрытий из нитрида титана на зубные протезы и медицинский инструмент. А в марте было начато освоение производства фрикционных дисков для тракторов и сельхозтехники. Было освоено 123 наименования изделий.

В течение 1986 г. было освоено еще 104 наименования новых изделий, включая фильтрующие элементы с заданным порораспределением для фильтрации жидкостей, газов фазораспределения, глушителей звуковых колебаний и др. Всего в этом году было произведено 227 наименований фильтрующих изделий для 187 предприятий Белоруссии, Украины и стран Прибалтики.

В 1987 г. впервые в СССР было освоено серийное производство тепловых труб с капиллярно-пористой структурой и теплоотводов на их основе для охлаждения силовых полупроводниковых приборов, а также деталей из твердых сплавов. В этом году завод был выведен на полную проектную мощность, и в его стенах работало 1473 сотрудника. На предприятии было освоено производство конструкционных, антифрикционных, пористых изделий широкой номенклатуры, включая коллекторы электрических машин, изготовление фрикционных дисков методом свободной насыпки композиционной шихты на стальную основу, производство фрикционных дисков больших размеров (более 300 мм в диаметре). Освоено производство деталей для гидронасосов из многокомпонентных композиционных материалов. Продукция завода поставлялась на многие предприятия республик СССР и за рубеж – в Италию, Польшу, Болгарию, Чехословакию, Германию.

Успешно развивалось сотрудничество со странами Совета экономической взаимопомощи (СЭВ). Институт порошковой металлургии был полноценным участником многостороннего международного научно-технического сотрудничества стран СЭВ в области порошковой металлургии и был назначен головной организацией по выполнению ряда заданий Программы, в том числе по гидродинамическому прессованию порошковых материалов, пористым материалам, защитным порошковыми покрытиями. В г. Минске регулярно проходили совещания СЭВ по указанным вопросам, а представители института участвовали в аналогичных мероприятиях за рубежом.

Институт наладил эффективное сотрудничество с рядом фирм, научных центров и организаций НРБ, ГДР, ВНР, ПНР, ЧССР, СРР. С 1982 г. все страны-участницы СЭВ перевели сотрудничество на контрактную

основу. По этой схеме было организовано сотрудничество между Научным исследовательским институтом порошковой металлургии с опытным производством (НИИ ПМ с ОП, директор О.В. Роман, г. Минск, СССР) и НПК «Металлокерамика» (НПК МК, директор Р.П. Тодоров, г. София, Болгария). Так были заключены 4 контракта: 2 на импорт, 2 на экспорт, сбалансированные по значимости результатов и стоимости. В результате НИИ ПМ с ОП получил комплект прессов-автоматов типа ПА для прессования изделий сложной формы и установку для получения распылением порошков для износостойких покрытий, а Болгария (НПК МК) – установку гидродинамического прессования, разработанную институтом и изготовленную в ВНИИ «Метмаш» (г. Москва), а также установку для нанесения защитных покрытий.

О.В. Роман, как и его ученики, активно взаимодействовал с учеными из многих стран. Самой плодотворной оказалась совместная работа с индийскими учеными. В 1967–1969 гг. Олег Владиславович работал в Индийском технологическом институте в г. Кхаракпуре, где читал лекции и организовал лабораторию порошковой металлургии. За помощь в создании данного научного направления и большой вклад в подготовку кадров и развитие науки в стране индийское правительство наградило его премией Д. Неру.

С Индией О.В. Романа связывала и искренняя любовь к стране, и дружеские связи со многими значимыми людьми, в том числе с «отцом» космической программы Индии, будущим ее президентом, профессором Абдулом Каламом, который работал в лаборатории DMPL (Defence methodology research laboratory) в г. Хайдарабад (Индия). Посещение О.В. Романом в начале 1980-х годов этой лаборатории, знакомство и последующее сотрудничество с А. Каламом были

полезными, что позволило организовать проведение в г. Хайдарабаде выставки работ академий наук СССР, БССР и УССР, которая прошла в конце 1980-х годов и где было достигнуто Соглашение о создании Международного центра порошковой металлургии и новых материалов в г. Хайдарабаде.

Впоследствии на кафедре порошковой металлургии в БПИ проходили обучение аспиранты из Индии С. Басу и Кумар, защитившие кандидатские диссертации в НИИ ПМ, в котором в 1986 г. был утвержден и действует по настоящее время специализированный Совет по защите диссертаций по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы». С. Басу позже защитил докторскую диссертацию и работал вице-президентом крупнейшей в мире компании «SANDVIK ASIA» по производству твердых сплавов в г. Пуна (Индия), а Кумар стал профессором и сейчас преподает в одном из университетов в г. Дели.

В связи с распадом СССР Россия и Украина перестали выполнять принятое соглашение, и коллективу НИИ ПМ во главе с О.В. Романом пришлось выполнять работу совместно с сотрудниками лаборатории DMRL (Defence Metallurgical Research Laboratory). В 1992 г. была проведена еще одна выставка разработок в г. Хайдарабаде и совместно с индийской стороной принят в эксплуатацию созданный центр, с которым по сегодняшний день идет активное сотрудничество НИИ ПМ и выполняются совместные контракты.

К сожалению, с наступившей перестройкой и распадом СССР в стране начался развал промышленности и резко сократилась потребность в порошковых изделиях. Изменились условия – Республика Беларусь стала самостоятельной страной, пришлось перестраиваться. Но благодаря созданному О.В. Романом коллективу БРНПО ПМ (сейчас ГНПО ПМ – Государственное научно-производственное объединение



О.В. Роман в Индийском технологическом институте, г. Харагпур, 1968 г.

O.V. Roman at the Indian Institute of Technology, Kharagpur, 1968



О.В. Роман и будущий Президент Индии (2002–2007 гг.) профессор Абдул Калам, г. Хайдарабад, 1998 г.

O.V. Roman and future President of India (2002–2007) Professor A.P.J. Abdul Kalam, Hyderabad, 1998

порошковой металлургии) оно существует и успешно развивается. В его составе сегодня Институт порошковой металлургии им. О.В. Романа; 3 хозрасчетных подразделения: Институт импульсных процессов, Институт сварки и защитных покрытий и конструкторское бюро «Научное приборостроение»; производственное республиканское унитарное предприятие «Молодечненский завод порошковой металлургии»; 2 республиканских казенных предприятия: «Центр утилизации авиационных средств поражения» и «Центр утилизации артиллерийских и инженерных боеприпасов».

Активная жизненная позиция О.В. Романа, умение работать с людьми из самых разных профессиональных сфер неизменно привлекали к нему внимание и высоко оценивались как научной, так и государственной общественностью. Его контакт как руководителя с коллективом никогда не ограничивался только служебными отношениями. Олег Владиславович был исключительно отзывчив к любым просьбам, связанным с житейскими трудностями и невзгодами. Он всегда подключался, чтобы помочь коллегам и сослуживцам, и это качество дополняет все перечисленное выше и характеризует его по-человечески.

Таким образом, благодаря творческому таланту, большой работоспособности и целеустремленности О.В. Романом создана отрасль порошковой металлургии в Беларуси. Начиналось все с небольшой лаборатории порошковой металлургии при кафедре «Технология металлов» БПИ, а завершилось созданием Государственного научно-производственного объединения порошковой металлургии. Пик роста ГНПО ПМ пришелся на 1987 г. Общая численность работников в то время составляла 2727 чел., в том числе 1254 чел. научного персонала, из них 237 научных сотрудников, в числе которых 4 доктора наук

и 74 кандидата наук, на заводе работало 1473 чел. Круг руководителей включает генеральных директоров ГНПО ПМ: О.В. Романа (1980–1993 гг.), Е.А. Дорошкевича (1993–2003 гг.), В.К. Шелега (2003–2005 гг.), А.Ф. Ильющенко (2005 – по настоящее время), а также директоров Института порошковой металлургии: О.В. Романа (1972–1992 гг.), П.А. Витязя (1992–1997 гг.), А.Ф. Ильющенко (1997 – по настоящее время).

Под руководством О.В. Романа и его учеников (П.А. Витязя, Е.А. Дорошкевича, А.Ф. Ильющенко, В.К. Шелега) защищено 74 кандидатских и 39 докторских диссертаций. Всего за весь период до настоящего времени под руководством О.В. Романа и созданной им школы учеников, а также учеников их учеников защищено более 100 кандидатских и 54 докторских диссертаций, избраны членами-корреспондентами 5 чел., из них академиками НАН Беларуси стали 3 чел. (О.В. Роман, П.А. Витязь, А.Ф. Ильющенко). Многие из них являются руководителями, заведующими кафедрами в университетах, педагогами и просто деловыми творческими работниками, для которых Олег Владиславович сыграл важную роль в выборе профессии и выработке жизненной позиции. От всех его учеников – огромная благодарность и вечная память. По их инициативе 28 мая 2014 г. на главном фасаде корпуса Государственного научно-производственного объединения порошковой металлургии и Института порошковой металлургии была установлена мемориальная доска академику О.В. Роману – основателю порошковой металлургии в Беларуси.

6 сентября 2018 г. решением Президиума НАН Беларуси Институту порошковой металлургии присвоено имя академика О.В. Романа, а в 2020 г. решением научно-технического совета ГНПО ПМ



Торжественное открытие мемориальной доски академику О.В. Роману на здании главного корпуса Института порошковой металлургии, 28 мая 2014 г.

Ceremonial unveiling of the memorial plaque to Academician O.V. Roman on the main building of the Powder Metallurgy Institute, May 28, 2014

утверждена престижная премия его имени, которая присуждается ежегодно специалистам, внесшим наибольший вклад в развитие порошковой металлургии.

В данном очерке нам хотелось показать роль личности академика О.В. Романа как организатора становления и развития порошковой металлургии в Беларуси, учителя, создавшего школу своих воспитанников по порошковой металлургии, включая защитные покрытия и использование импульсных нагрузок, которая и сейчас успешно работает и развивается. Мы не касались научных направлений и достижений О.В. Романа и его учеников, по которым изданы десятки монографий, напечатаны тысячи статей в отечественных и зарубежных журналах,

получены сотни авторских свидетельств и патентов. О.В. Романом и его учениками за научные и практические достижения получены десятки отечественных и зарубежных премий, правительственных наград как в период СССР, так и в настоящее время.

Олег Владиславович навсегда останется в памяти его учеников и учеников его учеников. Надеемся, что в будущих поколениях сотрудников, занимающихся направлениями, созданными академиком О.В. Романом и его учениками, его имя сохранится и будет их вдохновлять на достижение больших успехов и творческого совместного развития науки, образования и производства на благо Республики Беларусь, Союзного государства и международного сотрудничества.

Сведения об авторах



Information about the Authors

Петр Александрович Витязь – д.т.н, профессор, академик НАН Беларуси, начальник управления аэрокосмической деятельности аппарата НАН Беларуси

ORCID: 0000-0001-9950-2120

E-mail: vitiaz@presidium.bas-net.by

Александр Фёдорович Ильющенко – д.т.н, профессор, академик НАН Беларуси, ген. директор ГНПО ПМ, директор Института порошковой металлургии им. акад. О.В. Романа

E-mail: alexil@mail.belpak.by

Pyotr A. Vityaz – Dr. Sci. (Eng.), Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, Professor, Head of the Department of Aerospace Activities of the Apparatus of the National Academy of Sciences of Belarus

ORCID: 0000-0001-9950-2120

E-mail: vitiaz@presidium.bas-net.by

Aleksander F. Ilyushchenko – Dr. Sci. (Eng.), Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, Professor, general director of the State Research and Production Association, director of the Institute of Powder Metallurgy n.a. acad. O.V. Roman

E-mail: alexil@mail.belpak.by

Статья поступила 23.03.2025 г.
Доработана 29.04.2025 г.
Принята к публикации 11.05.2025 г.

Received 23.03.2025
Revised 29.04.2025
Accepted 11.05.2025



УДК 621.762.8

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-16-27>

Научная статья

Research article



Псевдосплавы на основе железа антифрикционного назначения с повышенными механическими и триботехническими свойствами, разработанные в Институте порошковой металлургии имени академика О.В. Романа НАН Беларуси

Л. Н. Дьячкова¹✉, П. А. Витязь²¹ Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа
Беларусь, 220005, г. Минск, ул. Платонова, 41² Президиум Национальной академии наук Беларуси
Беларусь, 220072, г. Минск, пр-т Независимости, 66✉ dyachkova@tut.by

Аннотация. Представлены результаты проведенных в Институте порошковой металлургии имени академика О.В. Романа (Беларусь) работ по изучению процессов получения псевдосплавов антифрикционного назначения с каркасом на основе железа и разработке способов повышения их механических и триботехнических свойств. Создана расчетная модель параметрически нестационарной высокотемпературной инфильтрации, позволившая рассчитать время заполнения пор и оптимизировать режим получения псевдосплавов. Выявлены особенности распределения углерода в стальном каркасе псевдосплава при изотермической выдержке и термической обработке из-за воздействия медной фазы. Показано, что после изотермической выдержки содержание углерода в приграничной с медной фазой области стального каркаса меньше, чем в центре, а после закалки и высокотемпературного отпуска на границе с медной фазой образуется область с повышенным содержанием углерода. Установлены механизмы, обеспечивающие повышение механических и триботехнических свойств псевдосплавов на основе железа с помощью разработанных способов: штамповкой при оптимальной температуре; увеличением выдержки при высокотемпературном отпуске после закалки; высоко- и низкотемпературной термомеханической обработкой при оптимальных режимах; легированием стального каркаса никелем или хромом; модифицированием структуры введением ультрадисперсных алмазов, ультрадисперсного оксида алюминия, нанодисперсного оксида циркония, смеси наноразмерных оксидов железа, никеля и цинка, а также алюминидов никеля, железа, титана (однофазных или двухфазных) и композитов на их основе, молибдата кальция или гексагонального нитрида бора; легированием инфильтрата оловом, никелем, хромом и введением в него ультрадисперсного оксида алюминия. Приведены достигнутые значения прочности, твердости, ударной вязкости, коэффициента трения, предельного давления схватывания, износостойкости, параметра PV . Установлен механизм изнашивания псевдосплавов с повышенными свойствами. Показано, что в процессе трения происходит образование наноразмерной пористости и лакун, являющихся дополнительными резервуарами для смазки, что улучшает условия трения, препятствует переносу в эти места меди, обеспечивает снижение коэффициента трения и повышения износостойкости.

Ключевые слова: псевдосплавы на основе железа, инфильтрация, структура, фазовый состав, механические, триботехнические свойства, термическая, термомеханическая обработки, добавки

Для цитирования: Дьячкова Л.Н., Витязь П.А. Псевдосплавы на основе железа антифрикционного назначения с повышенными механическими и триботехническими свойствами, разработанные в Институте порошковой металлургии имени академика О.В. Романа НАН Беларуси. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2025;19(4):16–27. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-16-27>

Iron-based pseudosalloys for antifriction applications with enhanced mechanical and tribological properties developed at the O.V. Roman Powder Metallurgy Institute of the National Academy of Sciences of Belarus

L. N. Dyachkova¹✉, P. A. Vityaz²

¹ State Research Institution O.V. Roman Powder Metallurgy Institute, National Academy of Sciences of Belarus
41 Platonov Str., Minsk 220005, Belarus

² Presidium of the National Academy of Sciences of Belarus
66 Nezavisimosti Prosp., Minsk 220072, Belarus

✉ dyachkova@tut.by

Abstract. The paper presents the results of research carried out at the O.V. Roman Powder Metallurgy Institute (Belarus) on the production of iron-based pseudosalloys for antifriction applications and the development of methods for improving their mechanical and tribological properties. A computational model of parametrically non-stationary high-temperature infiltration was developed, enabling the calculation of pore-filling time and optimization of the pseudosalloy fabrication mode. The features of carbon distribution in the iron skeleton of the pseudosalloy during isothermal holding and subsequent heat treatment under the influence of the copper phase were identified. It was shown that after isothermal holding, the carbon content in the region of the skeleton adjacent to the copper phase is lower than in its center, whereas after quenching and high-temperature tempering, a carbon-enriched zone forms at the interface with the copper phase. The mechanisms responsible for improving the mechanical and tribological properties of pseudosalloys using the developed methods were established. These include: stamping at the optimum temperature; extended holding during high-temperature tempering after quenching; high- and low-temperature thermomechanical treatments under optimized conditions; alloying the iron matrix with nickel or chromium; and structural modification through the introduction of ultradispersed diamonds, ultradispersed aluminum oxide, nanodispersed zirconium oxide, mixtures of nanosized oxides of iron, nickel, and zinc, single- or two-phase aluminides of nickel, iron, or titanium and their composites, calcium molybdate, or hexagonal boron nitride, as well as alloying the infiltrate with tin, nickel, or chromium and the addition of ultradispersed aluminum oxide. The obtained strength, hardness, impact toughness, friction coefficient, limit seizure pressure, wear resistance, and *PV* parameter values are reported. The wear mechanism of pseudosalloys with enhanced properties was determined. It was demonstrated that during friction, nanoscale porosity and voids form, serving as additional reservoirs for lubricant, thereby improving friction conditions, preventing copper transfer into these areas, reducing the coefficient of friction, and increasing wear resistance.

Keywords: iron-based pseudosalloys, infiltration, structure, phase composition, mechanical properties, tribotechnical properties, heat treatment, thermomechanical treatments, additives

For citation: Dyachkova L.N., Vityaz P.A. Iron-based pseudosalloys for antifriction applications with enhanced mechanical and tribological properties developed at the O.V. Roman Powder Metallurgy Institute of the National Academy of Sciences of Belarus. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(4):16–27. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-16-27>

Введение

Статья посвящена памяти Олега Владиславовича Романа – основателя порошковой металлургии в Беларуси, первого директора Института порошковой металлургии, первого генерального директора Белорусского республиканского НПО порошковой металлургии. Его основными научными интересами были теоретические и экспериментальные исследования импульсных процессов обработки материалов, в том числе сварки взрывом. Однако он уделял большое внимание и вопросам теории и практики классических процессов порошковой металлургии, в частности созданию составов порошковых антифрикционных материалов с повышенными механическими и триботехническими свойствами для

деталей тяжело нагруженных узлов трения различного назначения. Именно этой тематике посвящена настоящая статья.

В тяжело нагруженных узлах трения, работающих при значительных давлениях и в широком диапазоне температур, тонкая граничная пленка смазки не предохраняет поверхности подшипника скольжения от пластической деформации, в результате его износ существенно возрастает [1]. В связи с этим антифрикционные материалы должны обладать высокими объемной механической прочностью и ее стабильностью при рабочих температурах, триботехническими свойствами, повышенной теплопроводностью для отвода и рассеивания тепла, генерируемого в зоне трения, а также коррозионной стойкостью и устойчивостью против окисления при повышенных

температурах, следовательно в первую очередь они должны иметь минимальную пористость.

Наиболее широкое применение для тяжело-нагруженных узлов трения нашли порошковые антифрикционные материалы на основе железа, обладающие высокой износостойкостью и предельно допустимой нагрузкой. Для повышения их прочности применяют легирование углеродом, медью, марганцем, хромом, никелем, молибденом и др., а также термическую и химико-термическую обработки [2]. Низкий коэффициент трения и высокая износостойкость достигаются введением твердых смазок, различных твердых ультра- или наноразмерных включений (карбиды, бориды, оксиды, стекло, интерметаллиды и др.) [3]. Для снижения пористости применяют процессы пластической деформации, горячего динамического или изостатического прессования [4], спекание в присутствии жидкой фазы [5].

Весьма перспективным методом снижения пористости, повышения механических, триботехнических свойств и теплопроводности является инфильтрация порошкового каркаса на основе железа медными сплавами [6] – так называемые псевдосплавы. Кроме вышеперечисленных свойств они обладают высокими термо- и жаростойкостью, демпфирующей способностью при вибрационном нагружении, электроэрозионной стойкостью, теплостойкостью. Псевдосплавы применяют для изготовления изделий как антифрикционного, так и конструкционного назначений.

Целью настоящей статьи являлся обзор работ, проведенных в Институте порошковой металлургии имени академика О.В. Романа по изучению процессов получения псевдосплавов с каркасом на основе железа антифрикционного назначения и разработке способов повышения их механических и триботехнических характеристик.

Методика исследований

Для исследований использовали порошки железа, меди, олова и графита карандашного в состоянии поставки. Добавки, вводимые для повышения свойств, будут описаны ниже. Для прессования применяли гидравлический пресс, для инфильтрации – проходную печь с атмосферой эндогаза.

Структуру материалов исследовали с помощью металлографического микроскопа МЕФ-3 (Австрия), сканирующего электронного микроскопа высокого разрешения Mira (Чехия) с микрорентгеноспектральным анализатором INCA 350 (Англия). Фазовый состав и тонкую структуру изучали на дифрактометре высокого разрешения Ultima IV Rigaku с кобальтовым анодом (Япония) в CuK_α -излучении. Механические свойства определяли по стандартным методикам, триботехнические характеристики – при

испытании на машине трения МТ-2 при скорости скольжения 2,5–7,0 м/с на трех образцах диаметром 10 мм, высотой 12 мм с умеренной (6–8 капель в минуту) подачей смазки (индустриальное масло И-20) в центр контртела. Износ образцов измеряли на оптиметре с точностью 0,001 мм. В качестве контртела применяли диски из закаленной стали 45 твердостью 42–45 HRC.

Результаты и их обсуждение

При изучении процессов получения псевдосплавов была разработана расчетная модель параметрически нестационарной высокотемпературной инфильтрации, в которой учтены изменения структурных параметров каркаса и физических свойств жидкой фазы, обусловленные процессами диффузии, растворения и жидкофазной перегруппировки частиц каркаса. Она позволила установить, что в зависимости от размера пор и вязкости инфильтрата под действием капиллярных сил поровое пространство заполняется медным сплавом за 30–60 с [7]. Однако за это время не успевают пройти процессы формирования структуры в стальном каркасе, особенно без предварительного спекания, что не позволяет достичь необходимого уровня свойств материала. Поэтому при температуре инфильтрации проводилась изотермическая выдержка, в ходе которой формируются однородная структура каркаса, необходимая морфология медной фазы, переходные слои в межфазной области твердых растворов железа в меди и меди в железе, а также происходит заполнение микропор медным сплавом. Это обеспечивает высокие прочность, износостойкость, теплопроводность и низкий коэффициент трения материала [8; 9], что подтверждает правильность предложенной модели антифрикционного материала.

Наличие меди в псевдосплаве существенно влияет на формирование структуры каркаса из углеродистой стали при изотермической выдержке, в особенности при инфильтрации неспекенного каркаса, когда процессы образования твердого раствора углерода в железе и инфильтрации протекают одновременно. Как было установлено ранее [10], медь, находящаяся в приграничных участках частиц каркаса, замедляет граничную диффузию углерода в железо, оттесняет углерод вглубь частиц, в результате содержание углерода в приграничном с медной фазой слое меньше. Микрорентгеноспектральный анализ структуры выявил, что в участках стального каркаса на границе с медной фазой инфильтрата интенсивность излучения углерода более чем в 2 раза меньше, чем в центре участка стального каркаса (рис. 1).

Полученное строение структуры псевдосплава после инфильтрации и изотермической выдержки

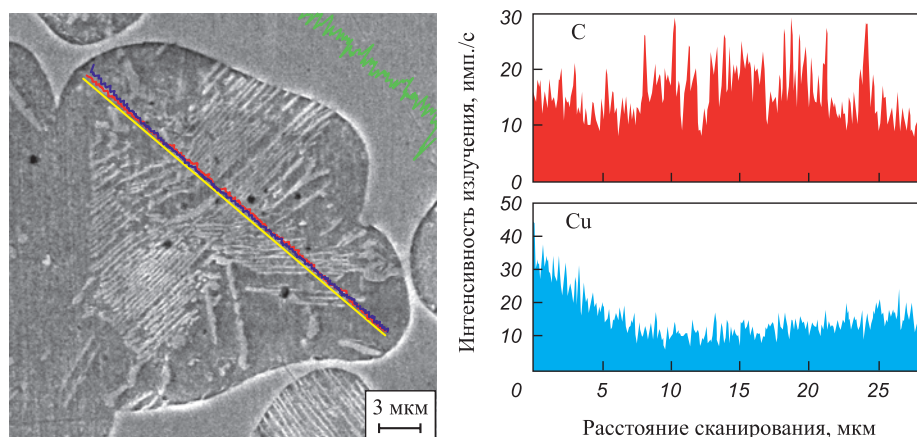


Рис. 1. Структура участка стального каркаса псевдосплава с каркасом состава ЖГр1,2Мс1, инфильтрированным бронзой БрО5, и распределение в нем углерода и меди

Fig. 1. Microstructure of a section of the steel skeleton of a pseudalloy with a skeleton of grade ZhGr1.2Ms1 (Fe–1.2 % C–1 % Cu), infiltrated with BrO5 bronze (Cu–5 % Sn), and the distribution of carbon and copper

обеспечило его высокие свойства. Так, временное сопротивление, в зависимости от состава каркаса, а также состава, содержания и морфологии инфильтрата, составляет $400\div600$ МПа, ударная вязкость – $30\div40$ кДж/м², твердость – $140\div280$ НВ, теплопроводность – $45\div79$ Вт/(м·К). Триботехнические свойства в условиях граничной смазки при $PV = 30\div38$ МПа·м/с следующие: интенсивность изнашивания – $0,08\div0,20$ мкм/км, что более чем в 5 раз ниже, чем у компактной бронзы, коэффициент трения – $0,007\div0,009$, предельная рабочая температура – 800 °С.

Для повышения свойств псевдосплава применяли пластическую деформацию (штамповку), термичес-

кую и термомеханическую обработки. Штамповка при оптимальной температуре ($850\text{--}900$ °С) позволила исключить остаточную пористость и обеспечить повышение временного сопротивления до $670\text{--}980$ МПа, а твердости и ударной вязкости в $1,5\text{--}2,5$ раза [11].

При закалке, в зависимости от содержания медной фазы, максимальная прочность получена при температурах отпуска $550\text{--}650$ °С (рис. 2) [12]. Увеличение выдержки до 3 ч при этих температурах привело к повышению твердости псевдосплавов, особенно псевдосплавов с большим содержанием медной фазы. Это объясняется процессом старения

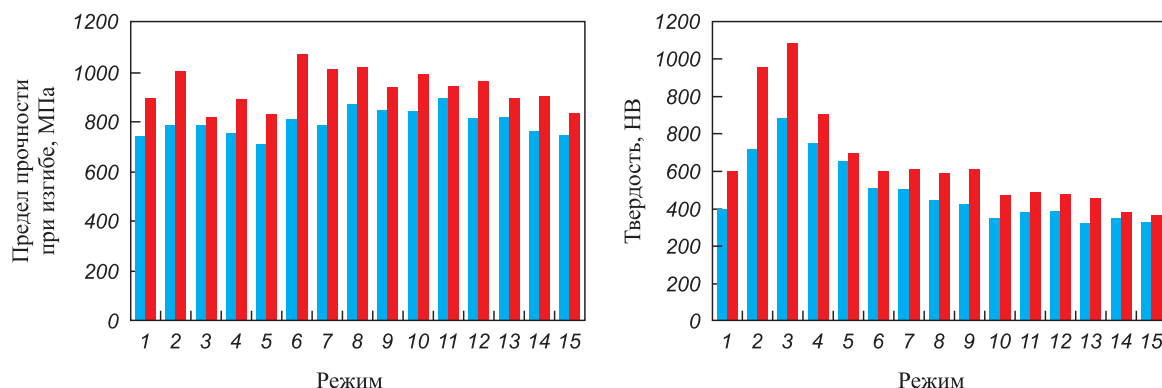


Рис. 2. Влияние режимов (1–15) термообработки на свойства псевдосплава с каркасом из стали ПК80, инфильтрированным бронзой БрО5

■ – плотность каркаса 75 %; ■ – 85 %;
1 – инфильтрация; 2 – закалка; 3–15: отпуск при $t = 200$ °С (3); 300 °С (4); 400 °С (5); 500 °С, 1 ч (6); 500 °С, 3 ч (7); 550 °С, 1 ч (8); 550 °С, 3 ч (9); 600 °С, 1 ч (10); 600 °С, 3 ч (11); 650 °С, 1 ч (12); 650 °С, 3 ч (13); 700 °С, 1 ч (14); 700 °С, 3 ч (15)

Fig. 2. Effect of heat treatment modes (1–15) on the properties of a pseudalloy with a skeleton of PK80 (Fe–0.8 % C) steel infiltrated with BrO5 bronze

■ – skeleton density 75 %; ■ – 85 %;
1 – infiltration; 2 – quenching; 3 – tempering at $t = 200$ °С (3); 300 °С (4); 400 °С (5); 500 °С, 1 h (6); 500 °С, 3 h (7); 550 °С, 1 h (8); 550 °С, 3 h (9); 600 °С, 1 h (10); 600 °С, 3 h (11); 650 °С, 1 h (12); 650 °С, 3 h (13); 700 °С, 1 h (14); 700 °С, 3 h (15)

Таблица 1. Зависимость фазового состава материала с каркасом из стали ПК80, инфильтрированным медно-оловянным сплавом, от режимов термической обработки

Table 1. Phase composition of material with a PK80 steel skeleton infiltrated with a Cu-Sn alloy, depending on heat treatment conditions

Режим термообработки	Содержание, мас. %								
	α' -Fe (мартенсит закалки)	α -Fe (мартенсит отпуска)	γ -Fe	Fe_3C	Fe_2C	Fe_4Cu_3	Cu α -(Cu,Sn)	η -Cu ₆ Sn ₅	δ -Cu ₃ Sn ₈
Закалка	21	35	12	13	—	—	14	—	5
Отпуск – 200 °С	15	29	8	20	—	—	25	—	3
Отпуск – 550 °С, 1 ч	12	42	5	15	6	4	13	3	—
Отпуск – 550 °С, 3 ч	13	50	3	12	1	2	14	5	—

в медной фазе за счет выделения фазы интерметаллида Fe_4Cu_3 и соединений меди с оловом (табл. 1), при этом микротвердость фазы инфильтрата повышается с 1450 до 1750 МПа. При высокотемпературном отпуске, вследствие диффузии углерода в более дефектную область границы с медной фазой, образуется слой с повышенным содержанием углерода (темная оторочка на рис. 3). В каркасе из высокоуглеродистой стали расслоение по углероду в теле зерна менее выражено. Микротвердость в центре частиц составляет 3030 МПа, темной оторочки – 4120 МПа.

Создание в каркасе псевдосплава после термообработки двухслойной структуры и старение медной фазы способствовали повышению не только механических, но и триботехнических свойств. Предельное давление схватывания возросло в 2 раза, износостойкость – более чем в 2,5 раза, параметр PV – в 1,5–1,7 раза.

Применение термомеханической обработки (ТМО) еще более эффективно улучшило характеристики псевдосплавов [13]. Деформацию при ТМО проводили по схеме свободной осадки на механическом

прессе со степенью $\varepsilon = 30, 45$ и 65% при $t = 900$ и 700 °C (высокотемпературная термомеханическая обработка – ВТМО) и 550 °C (низкотемпературная термомеханическая обработка – НТМО). Нагрев осуществляли токами высокой частоты, закалку после деформации – в воде. Повышение в ходе ВТМО при $t = 900\text{ °C}$ степени деформации до 65% привело к разрушению образцов вследствие высокого уровня напряжений на межфазных границах железо–медь. При ВТМО при $t = 700\text{ °C}$ процесс разупрочнения не столь активен, как в предыдущем случае: в структуре сохраняется хорошо развитая полигональная субструктура деформированного аустенита, что обеспечивает большую прочность.

Наиболее существенное упрочнение достигается при НТМО (рис. 4) за счет упрочнения не только стальной фазы (формирования двухслойной структуры в зерне, возрастания плотности дислокаций, образования ячеистой полигональной субструктуры) (табл. 2), но и медной фазы в процессе старения.

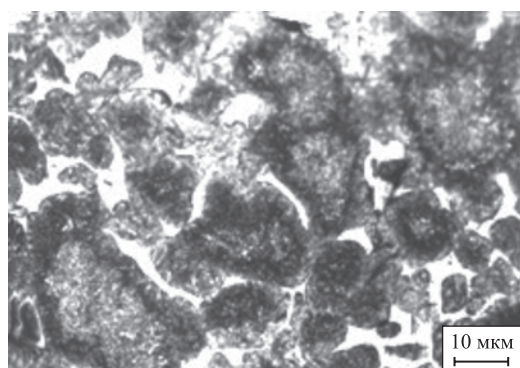


Рис. 3. Структура псевдосплава с каркасом из стали ПК80, инфильтрированным бронзой БрО5, после закалки и отпуска при $t = 550\text{ °C}$, $\tau = 3\text{ ч}$

Fig. 3. Microstructure of a pseudalloy with a skeleton of PK80 steel infiltrated with BrO5 bronze after quenching and tempering at 550 °C for 3 h

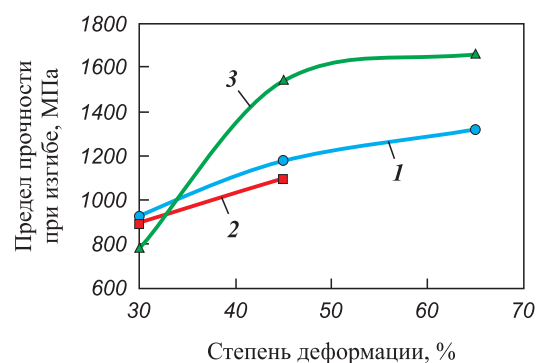


Рис. 4. Влияние степени и температуры деформации при ТМО на прочность псевдосплава с каркасом плотностью 80 % из стали ПК80Н4М, инфильтрированным БрО5. Температура деформации при 700 °С (1), 900 °С (2), 550 °С (3)

Fig. 4. Effect of strain and deformation temperature during TMT on the strength of a pseudalloy with a skeleton of 80 % density made of PK80N4M (Fe–0.8 % C–4 % Ni–Mo) steel, infiltrated with BrO5 bronze

Deformation temperature: 700 °C (1), 900 °C (2), 550 °C (3)

Таблица 2. Параметры тонкой структуры каркаса из стали ПК80Н4М псевдосплава в исходном состоянии и после низкотемпературной термомеханической обработки**Table 2. Fine-structure parameters of the skeleton of PK80N4M steel in the initial state and after low-temperature thermomechanical treatment**

Состояние материала	(hkl)	Размер областей когерентного рассеяния, Å	Относительная среднеквадратичная микрдеформация ($\langle E^2 \rangle^{1/2}$) · 10 ⁻⁴	Плотность дислокаций × 10 ⁸ , 1/см ²	Интегральная ширина линии $\beta_{1/2}$, град	Параметр решетки a, Å
После инфильтрации	(110) (220)	208 ± 8	1,69 ± 0,37	0,4375	0,0565	2,8732
НТМО $\varepsilon = 45\%$	(110) (220)	201 ± 8	8,44 ± 3,46	10,2875	0,2830	2,8695
НТМО $\varepsilon = 65\%$	(110) (220)	177 ± 2	24,32 ± 14,08	71,7391	0,8127	2,8681

При ТМО происходят образование макротекстуры, измельчение структуры в стальном каркасе и формирование еще более выраженной, чем при термообработке, градиентной структуры в стальном каркасе (рис. 5).

Износостойкость псевдосплава после ВТМО при температуре 700 °С со степенью деформации 45 % повышается в 1,5 раза, давление схватывания – в 1,9 раза, а с $\varepsilon = 65\%$ – в 2,0 и 2,1 раза; после НТМО с $\varepsilon = 45\%$ – в 3,0 и 2,4 раза, а с $\varepsilon = 65\%$ – в 4,0 и 2,5 раза соответственно. Параметр PV после ТМО в 1,8–1,9 раза больше, чем без обработки.

Преимуществом антифрикционных псевдосплавов на основе железа, получаемых инфильтрацией медным сплавом с последующей изотермической

выдержкой, является возможность варьирования их свойств за счет изменения:

- состава каркаса легированием, микролегированием, введением добавок различной природы;
- состава инфильтрата легированием;
- содержания медной фазы – исходной пористостью каркаса;
- морфологии медной фазы путем применения каркаса с предварительно сформированными качественными межчастичными контактами (спеченный каркас) или межчастичными контактами с повышенной дефектностью (неспеченный каркас);
- продолжительности изотермической выдержки после инфильтрации.

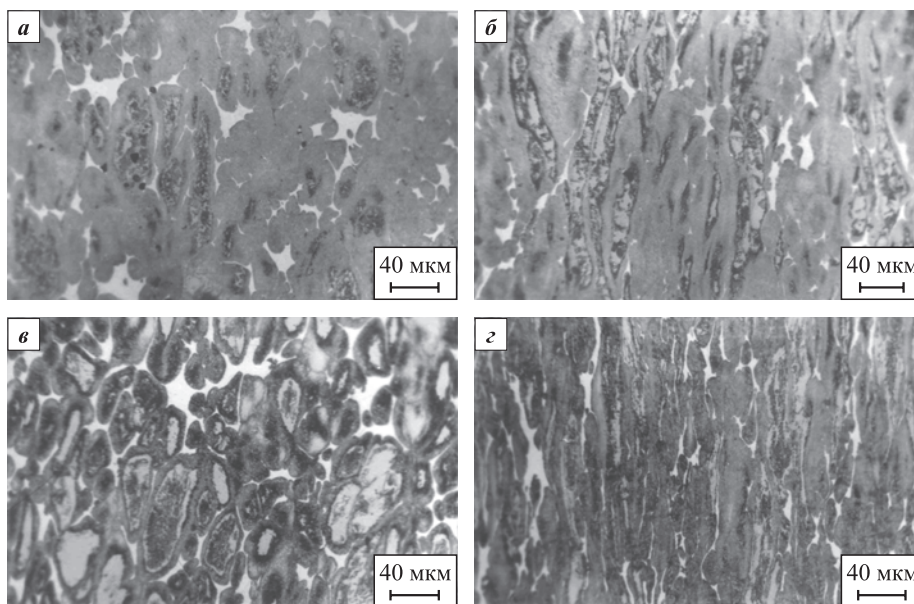


Рис. 5. Структура псевдосплава с каркасом из стали ПК80Н4М, инфильтрированным бронзой БрО5, после ВТМО при $t = 700\text{ °C}$ (а, б) и НТМО при 550 °C (в, з)

а, в – степень деформации 45 %; б, з – 65 %

Fig. 5. Microstructure of a pseudosplav with a skeleton of PK80N4M steel infiltrated with BrO5 bronze after HTMT at 700 °C (a, б) and LTMT at 550 °C (в, з)

а, в – strain $\varepsilon = 45\%$; б, з – strain $\varepsilon = 65\%$

Анализ интенсивности изнашивания исследуемых материалов показал, что износостойкость псевдосплава в 3,0–3,5 раза выше, чем спеченной стали того же состава, что и каркас псевдосплава [14; 15]. Микрорентгеноспектральный анализ (МРСА) изношенных поверхностей контртел, работающих в паре с псевдосплавами, выявил, что содержание меди на них может достигать 6–7 мас. % из-за избирательного массопереноса. Изношенные поверхности псевдосплавов однородные, без наличия следов эрозии (рис. 6, а), имеют строение, которое можно назвать губчато-капиллярным (рис. 6, б), так как на их объемном изображении (рис. 6, в, г) видно образование наноразмерных лакун, являющихся дополнительными резервуарами для смазки, что улучшает условия трения и препятствует переносу меди в эти места. Медь располагается только на выступах лакун.

Исследование шероховатости поверхности образцов из спеченного и инфильтрированного материалов показало, что различия в исходных значениях параметров достигают 30–40 %. Вертикальные параметры шероховатости изношенных поверхностей снижаются в 3,5–4,0 раза для спеченного и в 3 раза для инфильтрированного материала [16; 17].

Существенное повышение прочности стального каркаса было достигнуто за счет введения:

- 2 и 4 %¹ никеля или 3 % хрома [18];
- 0,2–1,0 % наноразмерной добавки ультрадисперсных алмазов (УДА) [19];

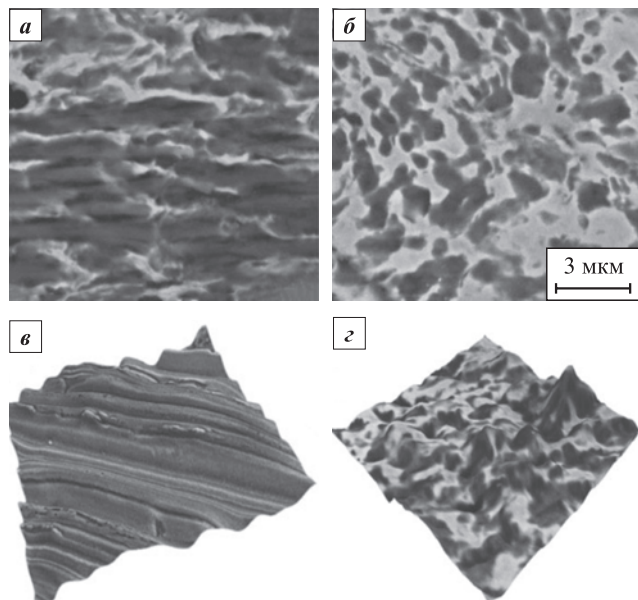


Рис. 6. Изношенные поверхности образцов из спеченного (а, в) и инфильтрированного (б, г) материалов

Fig. 6. Worn surfaces of samples made of sintered (a, c) and infiltrated (b, d) material

- ультрадисперсных оксидов алюминия (0,5–0,8 мкм) и циркония (100–200 нм) [20; 21];
- смеси оксида железа дисперсностью 300–500 нм с оксидами никеля и цинка (40–70 нм), полученных механоактивацией [22];
- алюминидов никеля, железа, титана – однофазных (Ni_3Al , Ti_3Al , Fe_3Al) или двухфазных ($(\text{Al}_3\text{Ni}-\text{Al}_3\text{Ni}_2)$, $(\text{TiAl}_2-\text{TiAl}_3)$, $(\text{Fe}_2\text{Al}_5-\text{FeAl}_3)$);
- композитов на основе интерметаллидов TiCrAl , NiTiAl , FeMo/TiB_2 , полученных самораспространяющимся высокотемпературным синтезом с предварительной механоактивацией (МАСВС) [10; 23];
- молибдата кальция CaMoO_4 (3–5 мкм);
- нитрида бора гексагональной модификации (2–8 мкм) [24].

При введении ультрадисперсного порошка смеси оксидов алюминия и циркония повышение прочности, коэффициента вязкости разрушения (с 31 до 40–43 МПа·м^{1/2}), полной работы разрушения (с $1,7 \cdot 10^5$ до $(1,8-1,93) \cdot 10^5$ Дж/м²), твердости (HV) каркаса (с 680–965 до 1100–1230 МПа) происходит не только благодаря модифицированию зерен каркаса, но и за счет воздействия на границы наночастиц оксида циркония (табл. 3). Наиболее существенный рост прочности как железа, так и углеродистой стали (предел прочности при изгибе увеличился на 50–100 МПа, а предел упругости при сжатии – на 350–500 МПа) наблюдали при введении 0,5 % смеси оксидов железа, никеля и цинка (табл. 3).

Зависимость прочности от количества микродобавок имеет параболический характер, оптимальным является 0,2–0,5 %.

Максимальное упрочнение в 1,2–1,5 раза порошковой стали достигается при введении наноразмер-

Таблица 3. Предел прочности при сжатии спеченного железа и стали ПК80 с ультрадисперсными добавками (спекание в эндогазе)

Table 3. Compressive strength of sintered iron and PK80 steel with ultradispersed additives (sintered in endogas atmosphere)

Материал	$\sigma_{сж}$, МПа
Fe	2020
ПК80	3100 ($\sigma_{изг} = 220$)
Fe + 0,5 % УДА	3200
ПК80 + 0,5 % Al_2O_3	4340
ПК80 + 0,5 % (Al_2O_3 + 20 % ZrO_2)	4540
ПК80 + 0,5 % CrB_2	4320
ПК80 + 1,0 % CrB_2	3460
Fe + 0,5 % ($\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Zn}$) ₀	3560
ПК80 + 0,5 % ($\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Zn}$) ₀	4250
ПК80 + 0,5 % CaMoO_4	$\sigma_{изг} = 275$

¹ Здесь и далее по тексту имеются в виду мас. %.

ных частиц, имеющих более плотный, без наличия каких-либо дефектов контакт с основой. С помощью МРСА установлено, что вводимые дисперсные частицы располагаются преимущественно по границам зерен, тормозят процесс собирательной рекристаллизации, способствуя измельчению структуры. Повышение прочности порошковой стали с добавкой 0,5 % бориды хрома объясняется еще и тем, что его частицы в процессе спекания взаимодействуют с железной основой, формируя сложные бориды, а взаимодействуя с углеродом, образуют карбобориды хрома.

Введение алюминидов никеля, титана и железа также способствует повышению прочности и твердости благодаря существенному измельчению структуры, степень которого зависит от количества и состава вводимой добавки. Наибольшее упрочнение обеспечивает введение 0,2–0,5 % FeMo/TiB_2 , а также до 5 % $\text{FeAl/Al}_2\text{O}_3$, двухфазного алюминидов железа, однофазного и двухфазного алюминидов никеля. Повышение прочности при введении $\text{FeAl/Al}_2\text{O}_3$ объясняется образованием легированных участков с аустенитной структурой, а FeMo/TiB_2 – образованием твердых растворов молибдена в железе и сложных боридов $(\text{TiFeMo})\text{B}_2$, имеющих когерентную связь с железной основой через переходные слои с переменным содержанием элементов между основой и частицей алюминида.

Алюминиды никеля более эффективно повышают прочность (в 1,5–2,0 раза) по сравнению с алюминидом титана, а добавки алюминидов железа еще

более эффективны. Наибольшее упрочнение происходит при введении интерметаллидов, имеющих более низкую температуру плавления или полиморфного превращения (Ni_3Al , $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{–FeAl}_3$, $\text{TiAl}_2\text{–TiAl}_3$). Исследование триботехнических свойств показало, что введение алюминидов приводит к снижению коэффициента трения порошковой стали и существенному повышению предельного давления схватывания (рис. 7 и 8), причем более эффективными являются добавки двухфазных алюминидов никеля и железа.

Исследование порошковой стали без введения алюминидов выявило на поверхности изнашивания широкие полосы схватывания (рис. 9, а), а при наличии добавок она гладкая (рис. 9, б, в). И в этом случае на поверхности происходит формирование микропор, которые со временем превращаются в лакуны, являющиеся дополнительными микрорезервуарами со смазкой, что подтверждает МРСА (рис. 9, г), способствующие увеличению износостойкости.

Введение молибдата кальция или нитрида бора приводит к повышению прочности и износостойкости порошковой углеродистой стали на 30 % за счет образования выделений оксидов кальция при разложении его молибдата, способствующих измельчению структуры в первом случае и карбоборидов во втором. Более эффективное воздействие CaMoO_4 и BN отмечается при их введении в высокохромистую сталь: максимальное повышение ее прочности в первом случае составляет 34 %, во втором – в 2,1 раза [24].

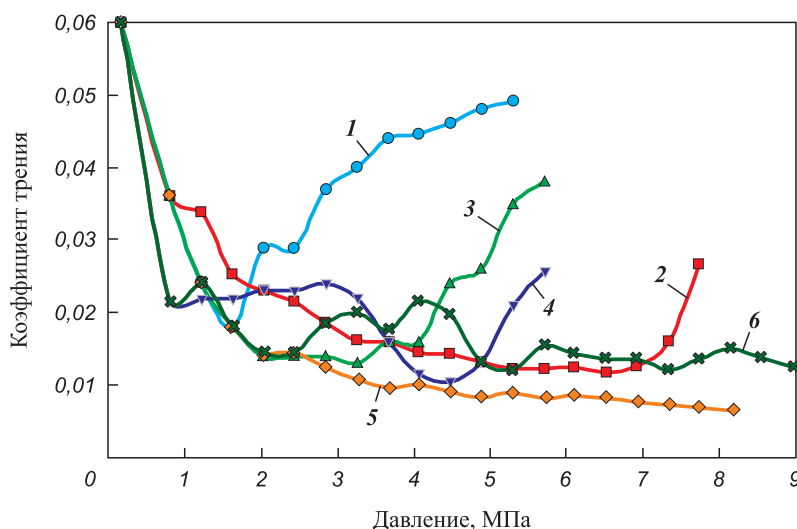


Рис. 7. Зависимость коэффициента трения порошковой стали ПК40 с добавками однофазных и двухфазных алюминидов никеля от давления

1 – без добавки; 2 – 0,2 % Ni_3Al ; 3 – 0,5 % Ni_3Al ; 4 – 1 % Ni_3Al ; 5 – 0,2 % $\text{Ni}_5\text{Al}_3\text{–NiAl}$; 6 – 1 % $\text{Ni}_5\text{Al}_3\text{–NiAl}$

Fig. 7. Dependence of the friction coefficient of PK40 (Fe–0.31–0.6 % C) powder steel with additions of single phase and two phase nickel aluminides on pressure

1 – without additive; 2 – 0.2 % Ni_3Al ; 3 – 0.5 % Ni_3Al ; 4 – 1 % Ni_3Al ; 5 – 0.2 % $\text{Ni}_5\text{Al}_3\text{–NiAl}$; 6 – 1 % $\text{Ni}_5\text{Al}_3\text{–NiAl}$

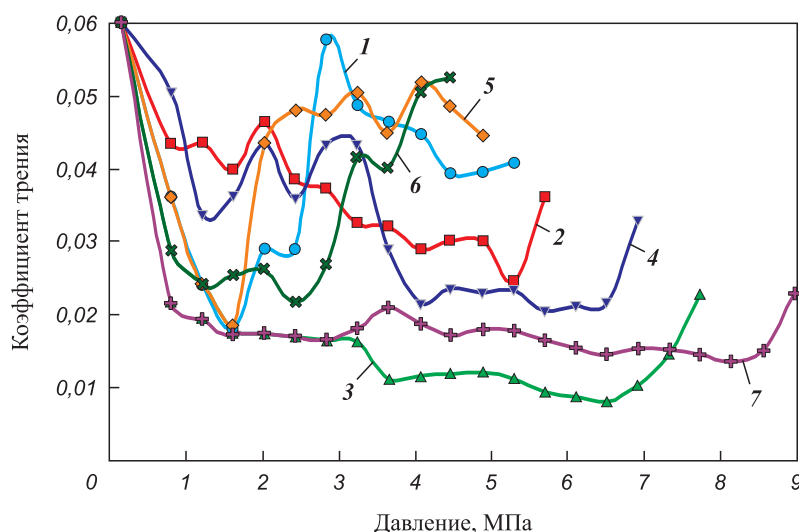
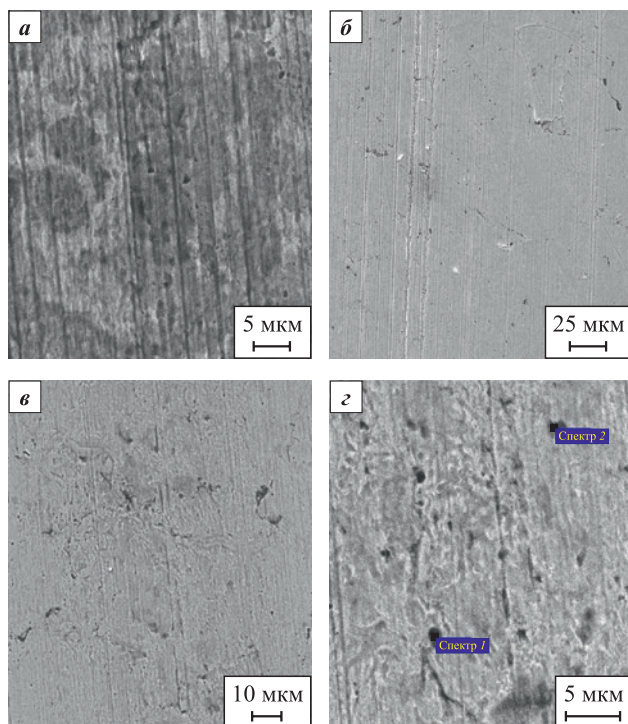


Рис. 8. Зависимость коэффициента трения порошковой стали ПК40 с добавками однофазных и двухфазных алюминидов железа от давления

1 – без добавки; 2 – 0,2 % Fe_3Al ; 3 – 0,5 % Fe_3Al ; 4 – 1 % Fe_3Al ; 5 – 0,2 % $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{-FeAl}_3$; 6 – 0,5 % $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{-FeAl}_3$; 7 – 1 % $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{-FeAl}_3$

Fig. 8. Dependence of the friction coefficient of PK40 powder steel with additions of single phase and two phase iron aluminides on pressure

1 – without additive; 2 – 0.2 % Fe_3Al ; 3 – 0.5 % Fe_3Al ; 4 – 1 % Fe_3Al ; 5 – 0.2 % $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{-FeAl}_3$; 6 – 0.5 % $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{-FeAl}_3$; 7 – 1 % $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{-FeAl}_3$



Спектр	C + O, %	Al, %	P, S, Ca, %	Fe, %
1	36,6	6,9	8,4	ост.
2	24,2	0,3	3,7	ост.

Рис. 9. Поверхности износа порошковой стали ПК40 с добавкой интерметаллидов и без нее

а – без добавки; б – $\text{Ni}_3\text{Al}_3\text{-NiAl}$; в, г – $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{-FeAl}_3$

Fig. 9. Worn surfaces of PK40 powder steel with and without intermetallic additions

а – without additive; б – $\text{Ni}_3\text{Al}_3\text{-NiAl}$; в, г – $\text{Fe}_2\text{Al}_5\text{-FeAl}_3$

На процесс инфильтрации и свойства псевдосплавов на основе железа также оказывает влияние газовая атмосфера. Увеличение в ней содержания водорода замедляет процесс инфильтрации вследствие снижения коэффициента поверхностного натяжения медного сплава. Поэтому введение в эндогаз 25–50 % азота за счет уменьшения количества водорода и окисляющих компонентов в атмосфере способствует получению более однородного распределения медной фазы в псевдосплаве и повышению его прочности [25].

При контактной инфильтрации вследствие диффузионного взаимодействия железного каркаса с пресовкой медного сплава происходит эрозия поверхности каркаса, поэтому были разработаны и используются добавки в инфильтрат, ее исключающие [10].

При получении псевдосплавов инфильтрацией неспеченных каркасов, для ускорения диффузионных процессов с целью получения однородной структуры каркаса и, соответственно, более высокой прочности, разработаны методы активации диффузии углерода и легирующих элементов в железную основу за счет введения высокомолекулярных соединений на основе полипропиленгликоля (полидиэтиленгликольадипината, полипропиленгликольадипината, полипропиленгликольсукцината, полипропиленгликольсебацината) и соединений щелочных металлов (натрия, лития), способствующих образованию атомарного углерода вследствие окислительно-восстановительных реакций при их разложении в процессе нагрева [10]. Наиболее существенная активация

диффузии в железо как углерода, так и легирующих элементов была достигнута при введении бикарбоната щелочных металлов.

Исследование коэффициента диффузии углерода в железо, проведенное с помощью радиометрического анализа с использованием радиоактивного изотопа C^{14} (в виде $BaC^{14}O_3$ или элементарного C^{14}) по методу интегрального остатка, показало, что при введении бикарбоната натрия коэффициент диффузии углерода повышается практически в 2 раза. С помощью просвечивающего электронного микроскопа на фольгах во вторичных и ОЖЕ-электронах было установлено, что натрий образует нанодисперсные соединения ферритного типа $Na_3Fe_5O_9$, которые вследствие их гомофильности располагаются преимущественно по границам зерен и структурным неоднородностям, препятствуя собирательной рекристаллизации и способствуя формированию мелкозернистой структуры. Кроме того, имея высокое сродство к металлоидам, натрий взаимодействует с примесями (в местах расположения натрия обнаружены примеси серы, фосфора, кремния), способствуя очищению границ зерен от их сегрегаций, увеличивая тем самым силы связи между зернами и, соответственно, прочность порошковой стали в 1,4–1,5 раза.

Повышение механических и триботехнических свойств псевдосплавов на основе железа достигалось не только изменением состава каркаса, но и легированием инфильтрата оловом, никелем, хромом, свинцом, а также введением в него оксида алюминия дисперсностью 400–700 нм [26].

Все разработанные составы псевдосплавов и режимы получения из них деталей узлов трения запатентованы.

Закключение

Разработанные в Институте порошковой металлургии имени академика О.В. Романа (г. Минск, Беларусь) режимы получения псевдосплавов на основе железа и способы повышения их механических и триботехнических характеристик позволили получить необходимый уровень свойств для применения их в тяжело нагруженных узлах трения. В расчетной модели параметрически нестационарной высокотемпературной инфильтрации учтены изменения структуры и свойств взаимодействующих фаз, что позволило рассчитать время заполнения пор и оптимизировать режим получения псевдосплавов, увеличив длительность изотермической выдержки при инфильтрации.

Установлено, что медная фаза влияет на формирование структуры в стальном каркасе псевдосплава при изотермической выдержке, термической и термомеханической обработках. После изотермической

выдержки содержание углерода в приграничной с медной фазой области стального каркаса на 0,2–0,4 % меньше, чем в центре, а после закалки и высокотемпературного отпуска на границе с медной фазой образуется область с повышенным содержанием углерода.

Разработаны способы повышения механических и триботехнических свойств псевдосплавов на основе железа и установлены механизмы, их обеспечивающие. Так, повысить прочность, твердость, ударную вязкость, предельное давление схватывания, износостойкость и параметр PV , а также снизить коэффициент трения позволяют следующие процессы, методы и мероприятия:

- штамповка при оптимальной температуре (850–900 °C);
- повышение выдержки при отпуске (550–650 °C) после закалки;
- ВТМО при $t = 700$ °C со степенью деформации 45–65 % или НТМО при 550 °C с $\varepsilon = 45$ %;
- легирование стального каркаса никелем или хромом в количестве 2–4 %;
- модифицирование структуры введением 0,2–1,0 % УДА – ультрадисперсных оксидов алюминия ($d = 0,5 \div 0,8$ мкм) и циркония (100–200 нм), смеси наноразмерных оксидов железа (300–500 нм) никеля и цинка (40–70 нм), полученных механоактивацией;
- введение алюминидов никеля, железа, титана, как однофазных (Ni_3Al , Ti_3Al , Fe_3Al), так и двухфазных ($Al_3Ni-Al_3Ni_2$, $TiAl_2-TiAl_3$, $Fe_2Al_3-FeAl_3$), а также композитов на основе интерметаллидов $TiCrAl$, $NiTiAl$, $FeMo/TiB_2$, полученных МАСВС;
- добавка молибдата кальция $CaMoO_4$ ($d = 3 \div 5$ мкм) или гексагонального нитрида бора (2–8 мкм);
- легирование инфильтрата оловом, никелем, хромом и введение в него 3–5 % ультрадисперсного ($d = 400 \div 700$ нм) оксида алюминия.

Установлен механизм изнашивания псевдосплавов с повышенными механическими и триботехническими свойствами: в процессе трения происходит образование наноразмерной пористости и лакун, являющихся дополнительными резервуарами для смазки, что улучшает условия трения и препятствует переносу в эти места меди.

Список литературы / References

1. Гаркунов Д.Н. Триботехника (износ и безызносность). М.: МСХА, 2001. 616 с.
2. Федорченко И.М., Францевич И.Н., Радомысельский И.Д., Ковальченко М.С., Кислый П.С., Косолапова Т.Я., Май В.К., Щербань Н.И. Порошковая металлургия, материалы, технология, свойства, области применения: Справочник. Киев: Наукова думка, 1985. 624 с.

3. Савич В.В., Оглезнева С.А. Порошковая металлургия: Современное состояние и перспективы развития. Пермь: Изд-во ПНИПУ, 2021. 695 с.
4. Дорофеев Ю.Г. Динамическое горячее прессование пористых порошковых заготовок. М.: Металлургия, 1977. 216 с.
5. Еременко В.Н., Найдич Ю.В., Лавриненко П.А. Спекание в присутствии жидкой металлической фазы. Киев: Наукова думка, 1968. 123 с.
6. Тучинский Л.И. Композиционные материалы, получаемые методом пропитки. М.: Металлургия, 1986. 208 с.
7. Дьячкова Л.Н., Витязь П.А., Леонов А.Н., Дечко М.М. Закономерности высокотемпературной инфильтрации при получении антифрикционных материалов системы железо–медь. *Доклады Национальной академии наук Беларуси*. 2012;56(4):103–110.
Dyachkova L.N., Vityaz P.A., Leonov A.N., Dechko M.M. Regularities of high-temperature infiltration in the production of antifriction materials of the iron-copper system. *Doklady Natsional'noi akademii nauk Belarusi*. 2012;56(4):103–110. (In Russ.).
8. Dyachkova L.N., Vityaz P.A. The structure and properties formation in iron-carbon powder composite materials during infiltration. *Metal Powder Report Journal*. 2019;24(2):90–94.
<https://doi.org/10.1016/j.2018/12/078>
9. Дьячкова Л.Н., Витязь П.А. Закономерности формирования структуры псевдосплавов системы порошковая сталь – медный сплав, получаемых инфильтрацией. *Доклады Национальной академии наук Беларуси*. 2012;56(5):106–114.
Dyachkova L.N., Vityaz P.A. Regularities of formation of the structure of pseudoalloys of the powder steel–copper alloy system obtained by infiltration. *Doklady Natsional'noi akademii nauk Belarusi*. 2012;56(5):106–114. (In Russ.).
10. Дьячкова Л.Н. Порошковые материалы на основе железа с повышенными механическими и триботехническими свойствами. Минск: Беларуская навука, 2020. 203 с.
11. Дьячкова Л.Н. Закономерности упрочнения псевдосплавов сталь – медный сплав, получаемых инфильтрацией, при горячей пластической деформации. *Известия Национальной академии наук Беларуси. Серия физико-технических наук*. 2022;6(2):156–166.
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-156-166>
Dyachkova L.N. Peculiarities of hardening of steel – copper alloy pseudo-alloys obtained by infiltration during hot plastic deformation. *Izvestiya Natsional'noi akademii nauk Belarusi. Seriya fiziko-tekhnikeskikh nauk*. 2022;67(2):156–166. (In Russ.).
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-2-156-166>
12. Дьячкова Л.Н. Влияние термической обработки на структуру и свойства псевдосплава сталь–медный сплав, получаемого инфильтрацией. *Известия Национальной академии наук Беларуси. Серия физико-технических наук*. 2022;67(1):27–38.
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-1-27-38>
Dyachkova L.N. Influence of heat treatment on the structure and properties of pseudo-alloy steel – copper alloy obtained by infiltration. *Izvestiya Natsional'noi akademii nauk Belarusi. Seriya fiziko-tekhnikeskikh nauk*. 2022;67(1):27–38. (In Russ.).
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2022-67-1-27-38>
13. Дьячкова Л.Н., Витязь П.А., Зверко А.А. Особенности структурообразования в антифрикционном композиционном порошковым инфильтрированном медным сплавом материале на основе железа (псевдосплаве) при высокотемпературной термомеханической обработке. *Известия Национальной академии наук Беларуси. Серия физико-технических наук*. 2023;68(3):196–207.
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2023-68-3-196-207>
Dyachkova L.N., Vityaz P.A., Zverko A.A. Features of structure formation in antifriction composite powder infiltrated with copper alloy material based on iron (pseudoalloy) under high-temperature thermomechanical treatment. *Izvestiya Natsional'noi akademii nauk Belarusi. Seriya fiziko-tekhnikeskikh nauk*. 2023;68(3):196–207. (In Russ.).
<https://doi.org/10.29235/1561-8358-2023-68-3-196-207>
14. Дьячкова Л.Н., Керженцева Л.Ф., Маркова Л.В. Порошковые материалы на основе железа. Минск: ОДО «Тонпик», 2004. 228 с.
15. Dyachkova L.N., Feldshtein E.E. Microstructures, strength characteristics and wear behavior of the Fe-based P/M composites after sintering or infiltration with Cu–Sn alloy. *Journal of Materials Science & Technology, China*. 2015;31(12):1226–1231.
<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2015.10.007>
16. Dyachkova L.N., Feldshtein E.E. Morphology of worn surfaces of iron–graphite materials sintered or infiltrated with tin bronze. *Journal of Friction and Wear*. 2015;36(5):395–399.
<https://doi.org/10.3103/S1068366615050037>
17. Feldshtein E.E., Dyachkova L.N. Wear minimization for highly loaded iron-based MMCs due to the formation of spongy-capillary texture on the friction surface. *Wear*. 2020;444–445:203161.
<https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.203161>
18. Dyachkova L.N., Kerzhentseva L.F., Vityaz P.A. Effect of steel skeleton composition on the triboeengineering properties of steel–copper pseudoalloys produced by infiltration. *Journal of Friction and Wear*. 2010;31(4):270–275.
<https://doi.org/10.3103/S1068366610040045>
19. Dyachkova L.N. The effect of the nanodiamonds introduction on the properties of powder carbon steel. *Magazin «INŻYNIERIA PRODUKCJI Metody i techniki usprawniania procesów produkcyjnych»*, Zielona Góra. 2019;16:103–112.
20. Dyachkova L.N., Feldshtein E.E., Vityaz P.A., Mikhalski M. Tribological properties of iron-based powder composite materials with addition of graphite, alumina and zirconia nanoparticles. *Journal of Friction and Wear*. 2020;41(3):198–203.
<https://doi.org/10.3103/S1068366620030046>
21. Feldshtein E.E., Dyachkova L.N. On the properties and tribological behaviors of P/M iron based composites reinforced with ultrafine particulates. *Composites Part B: Engineering*. 2013;58:16–24.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2013.10.015>

22. Дьячкова Л.Н., Лецко А.И. Исследование процесса повышения механических и триботехнических свойств порошковых материалов на основе железа введением ультрадисперсных добавок. *Известия Национальной академии наук Беларуси. Серия физико-технических наук*. 2007;3:21–26.
Dyachkova L.N., Letsko A.I. Study of the process of increasing the mechanical and tribological properties of iron-based powder materials by introducing ultrafine additives. *Izvestiya Natsional'noi Akademii nauk Belarusi. Seriya fiziko-tekhnicheskikh nauk*. 2007. 3. 21–26. (In Russ.).
23. Дьячкова Л.Н., Витязь П.А., Ильюшенко А.Ф., Воронетская Л.Я., Лецко А.И., Парницкий Н.М. Влияние ультрадисперсной добавки алюминиды железа на структуру и свойства порошковых материалов на основе железа и меди. *Доклады Национальной академии наук Беларуси*. 2019;63(3):360–369.
<https://doi.org/10.29235/1561-8323-2019-63-3-360-369>
Dyachkova L.N., Vityaz P.A., Ilyushchenko A.F., Voronetskaya L.Ya., Letsko A.I., Parnitsky N.M. Influence of the ultrafine iron aluminide additive on the structure and properties of iron and copper powder materials. *Doklady Natsional'noi akademii nauk Belarusi*. 2019;63(3):360–369. (In Russ.).
<https://doi.org/10.29235/1561-8323-2019-63-3-360-369>
24. Дьячкова Л.Н., Дечко М.М. Влияние дисперсных микродобавок на структуру и свойства порошковых углеродистой и высокохромистой сталей. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2015;(2):8–14.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2015-2-8-14>
Dyachkova L.N., Dechko M.M. Influence of dispersed microadditives on the structure and properties of powder carbon and high-chromium steels. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2016;57(5):477–483.
<https://doi.org/10.3103/S1067821216050047>
25. Дьячкова Л.Н., Волчек А.Я., Лецко И.Н. Исследование влияния состава атмосферы спекания на структуру и механические свойства порошковых низлегированных сталей. В сб.: *Порошковая металлургия*. Минск: Национальная академия наук Беларуси, 2007. Т. 30. С. 64–66.
26. Dyachkova L.N. Structure and properties of antifriction pseudo-alloys of the powder steel–copper alloy, infiltrated with materials of various compositions. *Friction and Wear*. 2023;44(4):197–203.
<https://doi.org/10.3103/S1068366623040050>

Сведения об авторах



Лариса Николаевна Дьячкова – д.т.н., профессор, гл. науч. сотрудник, Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа НАН Беларуси
 **ORCID:** 0000-0003-1850-6221
 **E-mail:** dyachkova@tut.by

Петр Александрович Витязь – д.т.н., профессор, академик НАН Беларуси, начальник управления аэрокосмической деятельности аппарата НАН Беларуси
 **ORCID:** 0000-0001-9950-2120
 **E-mail:** vitiaz@presidium.bas-net.by

Information about the Authors

Larisa N. Dyachkova – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Chief Researcher, State Research Institution O.V. Roman Powder Metallurgy Institute, National Academy of Sciences of Belarus
 **ORCID:** 0000-0003-1850-6221
 **E-mail:** dyachkova@tut.by

Pyotr A. Vityaz – Dr. Sci. (Eng.), Academician of the National Academy of Sciences of Belarus, Professor, Head of the Department of Aerospace Activities of the Apparatus of the National Academy of Sciences of Belarus
 **ORCID:** 0000-0001-9950-2120
 **E-mail:** vitiaz@presidium.bas-net.by

Вклад авторов



Л. Н. Дьячкова – формирование основной концепции, постановка цели и задачи исследования, подготовка текста, формулировка выводов
П. А. Витязь – научное руководство, корректировка текста

Contribution of the Authors

L. N. Dyachkova – formation of the main concept, goal and objectives of the study; writing the text, formulation of the conclusions.
P. A. Vityaz – scientific guidance, correction of the text and conclusions.

Статья поступила 16.04.2025 г.
Доработана 21.05.2025 г.
Принята к публикации 26.05.2025 г.

Received 16.04.2025
Revised 21.05.2025
Accepted 26.05.2025



УДК 621.762.016

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-28-39>

Научная статья

Research article



Особенности уплотнения, формирования структуры и свойств порошкового титана при горячей штамповке

В. Ю. Дорофеев¹, А. Н. Свиридова¹,С. В. Свиридова², Л. И. Свистун³¹ Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И. Платова
Россия, 346428, Ростовская обл., г. Новочеркасск, ул. Просвещения, 132² Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина
Россия, 392000, г. Тамбов, ул. Интернациональная, 33³ Кубанский государственный технологический университет
Россия, 350072, г. Краснодар, ул. Московская, 2 dvys56.56@mail.ru

Аннотация. Работы в области порошковой металлургии титана проводятся уже более 60 лет. Несмотря на это, примеров практического использования порошкового титана не так много, что связано с неудовлетворительным характером показателей надежности и долговечности получаемых изделий. Способность титановых изделий сопротивляться воздействию статических и динамических нагрузок определяется наличием остаточной пористости, неметаллических включений, а также характеристиками микроструктуры. В настоящее время при изготовлении изделий из порошкового титана наибольшее распространение получила технология прессования–спекания. Однако пористость спеченного титана составляет 3–15 %, что снижает его сопротивляемость действию нагрузок и обуславливает актуальность разработки эффективных методов снижения пористости. Большой потенциал в решении указанной задачи имеют методы горячей обработки давлением, в частности горячая штамповка пористых заготовок. В работе представлены результаты исследования особенностей уплотнения, формирования структуры и свойств порошкового титана при горячей штамповке. Предложена технология получения горячештампованного порошкового титана, включающая выполнение операций гидрирования–дегидрирования пористой заготовки, обеспечивающих восстановление оксидов, локализованных на поверхностях открытых пор, водородом и их активизацию, что способствует улучшению условий формирования межчастичного сращивания при последующей горячей допрессовке и повышению трещиностойкости и пластичности получаемых образцов в сравнении с образцами-свидетелями. Установлены значения величины максимальной приведенной работы горячего уплотнения пористого порошкового титана, необходимой для достижения плотности монолита, при разных температурах преддеформационного нагрева заготовок. Показано, что немонотонность температурной зависимости максимальной приведенной работы уплотнения связана с формированием крупнозернистой структуры и с уменьшением пластичности деформируемого материала в интервале температур фазового $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения.

Ключевые слова: горячая штамповка, пористые заготовки, порошковый титан, работа уплотнения, трещиностойкость, пластичность, прочность, вязкий излом, межчастичное разрушение, восстановление оксидов, гидрирование, дегидрирование, межчастичное сращивание, активация

Благодарности: Снимки на растровом микроскопе-микроанализаторе Quanta 200 i 3D получены в Центре коллективного пользования «Нанотехнологии» ЮРГПУ (НПИ). Авторы выражают благодарность компании «Хёганес Восточная Европа» за предоставленный железный порошок ABC100.30 производства фирмы Höganas AB.

Для цитирования: Дорофеев В.Ю., Свиридова А.Н., Свиридова С.В., Свистун Л.И. Особенности уплотнения, формирования структуры и свойств порошкового титана при горячей штамповке. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2025;19(4):28–39. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-28-39>

Features of densification, structure formation, and properties of powder titanium under hot die forging

V. Yu. Dorofeyev¹ , A. N. Sviridova¹,
S. V. Sviridova², L. I. Svistun³

¹Platov South-Russian State Polytechnic University (NPI)
132 Prosveshcheniya Str., Rostov region, Novocherkassk 346428, Russia

²Tambov State University named after G.R. Derzhavin
33 Internatsionalnaya Str., Tambov 392000, Russia

³Kuban State Technological University
2 Moskovskaya Str., Krasnodar 350072, Russia

 dvyyu56.56@mail.ru

Abstract. Research in the field of titanium powder metallurgy has been ongoing for more than 60 years. Nevertheless, there are relatively few examples of the practical application of powder titanium, which is associated with insufficient reliability and durability of the manufactured products. The ability of titanium parts to withstand static and dynamic loads is determined by residual porosity, non-metallic inclusions, and microstructural characteristics. At present, the most widely used method for producing powder titanium components is the press–sinter route. However, the porosity of sintered titanium typically ranges from 3 to 15 %, which reduces its load-bearing capacity and highlights the need for effective methods to minimize porosity. Hot working methods, particularly hot die forging of porous preforms, hold considerable potential in addressing this issue. This study presents the results of investigating the features of densification, structure formation, and properties of powder titanium under hot die forging. A technology for producing hot-forged powder titanium is proposed, which includes hydriding–dehydriding of porous preforms. This operation promotes the reduction of oxides localized on the surfaces of open pores by hydrogen and their activation, thereby improving conditions for interparticle bonding during subsequent hot repressing. As a result, the obtained samples demonstrate higher fracture toughness and ductility compared with reference samples. The values of the maximum specific work of hot densification of porous powder titanium, required to achieve monolithic density at different preheating temperatures of the preforms, were determined. It was shown that the non-monotonic temperature dependence of the maximum specific densification work is associated with the formation of a coarse-grained structure and with reduced ductility of the deformable material in the temperature range of the $\alpha \rightarrow \beta$ phase transformation.

Keywords: hot die forging, porous preforms, powder titanium, densification work, fracture toughness, ductility, strength, ductile fracture, interparticle fracture, oxide reduction, hydriding, dehydriding, interparticle bonding, activation

Acknowledgements: The SEM images were obtained using a Quanta 200 i 3D microanalyzer at the Nanotechnology Shared Research Facility of Platov South-Russian State Polytechnic University. The authors express their gratitude to Höganäs Eastern Europe for providing the ABC100.30 iron powder manufactured by Höganäs AB.

For citation: Dorofeyev V.Yu., Sviridova A.N., Sviridova S.V., Svistun L.I. Features of densification, structure formation, and properties of powder titanium under hot die forging. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(4):28–39. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-28-39>

Введение

Уникальные свойства титана – высокая удельная прочность и коррозионная стойкость, а также хорошая биосовместимость, обуславливают широкое применение этого металла и сплавов на его основе в аэрокосмической промышленности, автомобилестроении, медицине и других отраслях [1]. Перспективность порошковых технологий получения изделий на основе титана и его сплавов определяется высокой затратностью альтернативных литейных технологий [2; 3]. Затратность производства литого титана усугубляется его большими потерями при механообработке. Среднее значение коэффициента использования материала при получении титановых

изделий из проката не превышает 18 %, а зачастую и намного меньше [4].

Работы в области порошковой металлургии титана проводятся уже более 60 лет. Несмотря на это, примеров его практического использования не так много. Зачастую потребители предпочитают литой титан порошковому из-за неудовлетворительных механических свойств и/или высокой стоимости последнего [1]. Задача снижения стоимости изделий из порошкового титана предполагает необходимость разработки экономически эффективных технологий производства как титанового порошка, так и изделий на его основе [5].

Одним из направлений снижения стоимости титанового порошка является использование в качестве

исходного сырья побочных продуктов производства титановой губки. Определенные перспективы в этом плане имеет также технология гидрирования–дегидрирования (HDH – *hydride-dehydride*), которая предусматривает механическое измельчение предварительно гидрированного губчатого титана, стружки, обрезки и других отходов металлообработки с последующим дегидрированием измельченного материала [6–8].

Задача повышения механических свойств изделий из порошка титана в процессе его технологического передела имеет важное самостоятельное значение, хотя зачастую успех в ее решении напрямую зависит от качества исходного порошка [9]. Способность титановых изделий сопротивляться воздействию статических и динамических нагрузок определяется наличием остаточной пористости, неметаллических включений, а также характеристиками микроструктуры [10]. Величина остаточной пористости порошкового титана определяется технологией его получения. В последние десятилетия наибольшее распространение получила технология прессования–спекания [1; 11; 12]. Пористость порошкового титана в спеченном (недеформированном) состоянии составляет 3–15 %. Поры, будучи концентраторами напряжений, уменьшают «живое» сечение образца и снижают сопротивляемость материала действию нагрузок. В связи с этим повышение физико-механических свойств порошкового титана предполагает необходимость разработки эффективных методов снижения пористости [1].

Использование мелкодисперсных, аморфных и наноструктурированных порошков, а также термодиффузия в интервале температур фазового $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения ($t = 800 \div 1100$ °C), термомеханическая обработка и технология искрового плазменного спекания являются эффективными методами активирования процесса спекания [11; 13–15]. Кроме того, положительные результаты в этом плане обеспечивает применение активирующих добавок, которые подразделяются на 2 типа [16].

Добавки первого типа активируют самодиффузию элемента основы, что улучшает условия уплотнения при спекании. Диффузия переходных металлов и фосфора в α -Ti на 3–5 порядков выше, чем его самодиффузия [17]. Самодиффузию титана увеличивают также элементы, снижающие температуру солидуса сплава [16].

К добавкам второго типа относят элементы, которые способствуют формированию жидкой фазы, исчезающей в процессе спекания и обеспечивающей эффективные диффузионные пути массопереноса, что обуславливает увеличение плотности спеченных изделий. Кроме того, механизм формирования жидкой фазы может быть связан с эвтектической

реакцией между двумя выделившимися фазами (твердожидкое спекание). Существенная активация уплотнения наблюдается при жидкофазном спекании аморфных порошков титана [13]. В качестве активаторов используют порошки железа, никеля, кремния, кобальта и меди [18–26]. Тем не менее технология жидкофазного спекания имеет ряд недостатков: искажение формы заготовок, сегрегация твердой и жидкой фаз, а также быстрый рост зерен, оказывающие негативное влияние на механические и эксплуатационные свойства изделий.

Высокая скорость массопереноса наблюдается в процессе спекания титанового порошка, полученного по технологии гидрирования–дегидрирования [27]. Это связано с формированием большого количества дефектов кристаллической решетки при дегидрировании, которые способствуют активации процессов диффузии [28].

К числу новых технологий активации спекания порошкового титана следует отнести методы индукционного вакуумного спекания, а также технологию FAST (*Field-assisted sintering technology*), предусматривающую использование сильных электромагнитных полей [29; 30]. Серьезным ограничением их использования является необходимость применения дорогостоящего специализированного оборудования, что повышает себестоимость изделий [31].

Лимитирующими факторами являются также низкие пластичность и вязкость порошкового титана и его сплавов, что негативным образом отражается на показателях трещиностойкости и выносливости [32; 33]. В связи с этим уместно вспомнить одно событие из совсем недавнего прошлого. В 2021 г. на Олимпиаде в Токио произошла авария велосипеда австралийского гонщика, причина которой заключалась в усталостном разрушении руля, изготовленного по технологии аддитивного производства из порошкового сплава Ti–6Al–4V [34; 35].

Несмотря на то, что показатели удельной прочности порошкового титана примерно в 4 раза превышают аналогичные характеристики сталей, его сопротивление действию циклических нагрузок зачастую находится на низком уровне в связи с малой пластичностью. Помимо пористости негативное влияние на пластичность, трещиностойкость и выносливость оказывают примеси элементов внедрения (O, H, N, C) и характеристики микроструктуры [32]. Наличие примесей связано с высоким химическим сродством титана к указанным элементам, что обуславливает необходимость проведения операций нагрева в вакууме или в инертных средах.

Зависимость усталостной долговечности от характеристик микроструктуры определяется длиной пути скольжения при пластическом сдвиге кристаллической решетки, которая в материалах на основе титана

соответствует диаметру зерна α -фазы в равноосных структурах, либо ширине пластины α -фазы в структурах типа корзиночного плетения, либо размеру колоний в пластинчатых структурах [33]. Уменьшение длины пути скольжения при измельчении структурных составляющих способствует повышению выносливости. Следует отметить, что длительные высокотемпературные выдержки при спекании приводят к росту зерен. Это обуславливает целесообразность применения при производстве изделий из порошкового титана методов, обеспечивающих возможность одновременного снижения пористости и размеров структурных составляющих.

Большой потенциал в решении указанной задачи заключают в себе методы горячей обработки давлением. Первые работы в этом направлении были выполнены в конце 1950-х – начале 1960-х гг. В Новочеркасском политехническом институте И.Н. Гончаровым был предложен способ кузнечной сварки под молотом частиц титанового порошка или измельченной титановой губки [36]. Уплотнение проводилось в изотермических условиях в предварительно нагретой матрице при $t = 900 \div 920$ °С. Полученные образцы имели высокую плотность (4,46–4,48 г/см³). Также отмечались высокая пластичность и деформируемость ковального порошкового титана. Поскольку горячей деформации подвергался порошок или частицы губки, предложенный в те годы И.Н. Гончаровым метод получения титана в современной терминологии следует отнести к технологии прямой штамповки порошка (DPF – *direct powder forging*).

В практику промышленного производства горячая штамповка (ГШ) свободно насыпанного в оболочку порошка была внедрена позднее – в 1970-х гг., применительно к получению высоколегированных инструментальных сталей [37]. В последнее время проведены работы по изучению возможности применения технологии DPF для производства изделий из порошкового титана [31; 38]. Получен высокоплотный порошковый материал Ti–6Al–4V с однородной пластинчатой двухфазной ($\alpha + \beta$)-структурой, который характеризуется высокой пластичностью, низким содержанием примесей как на поверхности, так и в объеме экспериментальных образцов, а также незначительными отклонениями от химического состава исходного порошка. По этой технологии получен имплант бедренной кости, отвечающий требованиям стандарта ASTM F136-13 (2021) [39].

В качестве преимущества применения технологии DPF отмечается то обстоятельство, что большие напряжения и деформации, возникающие при штамповке на поверхностях раздела «оболочка – порошковый материал», способствуют разрушению сформировавшихся здесь интерметаллидов и оксидов,

что облегчает последующее удаление оболочки. Представляется, однако, что это преимущество может заключать в себе определенную проблему: поверхность порошкового материала после удаления оболочки представляет собой рельеф излома и предполагает необходимость проведения механической обработки.

Исследования по горячей штамповке пористых заготовок (ГШПЗ) из титана были проведены С.С. Кипарисовым с соавторами в конце 1960-х – начале 1970-х гг. [11; с. 47, 48]. В этих работах установлены оптимальные параметры ГШПЗ из титана: температура нагрева 900 °С, энергия удара 2000–2500 кДж/м². Однако верхняя граница интервала варьирования температур нагрева не превышала 900 °С, а значения энергии удара приведены не к объему образца в компактном состоянии, а к площади, что затрудняет практическое применение установленных режимов уплотнения.

Позднее В.А. Павловым с соавторами были проведены исследования по горячей обработке давлением порошков титана и других цветных металлов [40; 41]. Рассмотрены особенности штамповки пористых титановых заготовок в открытых и закрытых штампах, их нагрева в различных условиях (без защиты, с защитой стеклопокрытиями, в аргоне и в вакууме), определены характеристики деформируемости, а также энергетические затраты при холодном гидростатическом прессовании порошка титана. Однако величины энергетических затрат на уплотнение порошкового титана до беспористого состояния при горячей штамповке определены не были. Отсутствует также соответствующая информация и в работах Ю.Г. Дорофеева и представителей руководимой им научной школы. Отсутствие данных по значениям параметра $W_{\max}$ (максимальная приведенная работа уплотнения, т. е. работа, необходимая для достижения плотности монолита [42; 43]) при ГШПЗ из титана затрудняет назначение технологических режимов при получении изделий, поскольку энергия уплотнения является одним из основных управляющих параметров при реализации процессов динамической консолидации порошковых материалов [44].

Цель настоящей работы заключалась в изучении особенностей уплотнения, формирования структуры и свойств порошкового титана при горячей штамповке.

Методика исследования

Опытные образцы изготавливали на основе порошка титана электролитического марки ПТЭС-1, ТУ 48-10-22-85. Применяли порошок фракции $-0,63 + 0,18$ мм с насыпной плотностью $1,5 \cdot 10^3$ кг/м³. Технологические схемы получения образцов приве-

дены на рис. 1. На начальном этапе исследований определяли энергетические характеристики горячего уплотнения на цилиндрических образцах размером $\varnothing 20 \times 8$ мм (схема 1). При этом отношение конечной высоты образца (h_k) к диаметру (d) не изменяли ($h_k/d = 0,4 = \text{const}$). Пористость холоднопрессованных заготовок находилась в интервале 22–25 %. После нагрева до различных температур (800–1050 °С) проводили допрессовку заготовок на лабораторном копре с массой падающих частей 50 кг. Работу уплотнения (W) варьировали в интервале 30–150 МДж/м³. Нагрев заготовок перед допрессовкой осуществляли в переносном контейнере из жаростойкой стали, в который подавался гелий. Переносной контейнер с образцом помещали в муфель лабораторной печи с силитовыми нагревателями, в который также подавался гелий.

Величину W_{max} определяли графоаналитическим путем обработкой графиков зависимостей $\lg W = f(\lg \beta)$ по методике Ю.Г. Дорофеева (β – относительный объем) [42; 43]. Плотность образцов оценивали гидростатическим взвешиванием по ГОСТ 18898–89.

На следующем этапе исследований для определения механических свойств и проведения структурного анализа изготавливали призматические образцы размером 130×26×15 мм. Заготовки для получения

призматических образцов были биметаллическими для снижения вероятности окисления. Наружный слой заготовок (оболочку) получали из железного порошка марки ABC100.30 (Höganäs AB) повышенной прессуемости.

После ГШ заготовки подвергали механической обработке. Величину трещиностойкости K_{Ic} определяли на образцах типа 4 (ГОСТ 25.506–85) размером 12,5×25×112,5 мм с предварительно нанесенной трещиной по методу трехточечного изгиба. Трещину наводили при циклическом нагружении. Значения K_{Ic} рассчитывали по методике [45]. Испытания на одноосное растяжение выполняли на гагаринских образцах II типа (ГОСТ 1497–84) с диаметром рабочей части $d_0 = 5$ мм и расчетной длиной $l_0 = 25$ мм.

С учетом результатов первого этапа исследований ГШ-образцов определение механических свойств и трещиностойкости проводили при значении приведенной работы уплотнения $W = 195$ МДж/м³. Поскольку беспористые образцы на первом этапе исследований не получились, температуру преддеформационного нагрева заготовок варьировали в интервале $t_{\text{ГШ}} = 1000 \div 1200$ °С.

При изготовлении образцов по технологической схеме 3 предусматривалось выполнение операции гидрирования пористых холоднопрессованных заготовок в водороде с последующим их дегидри-

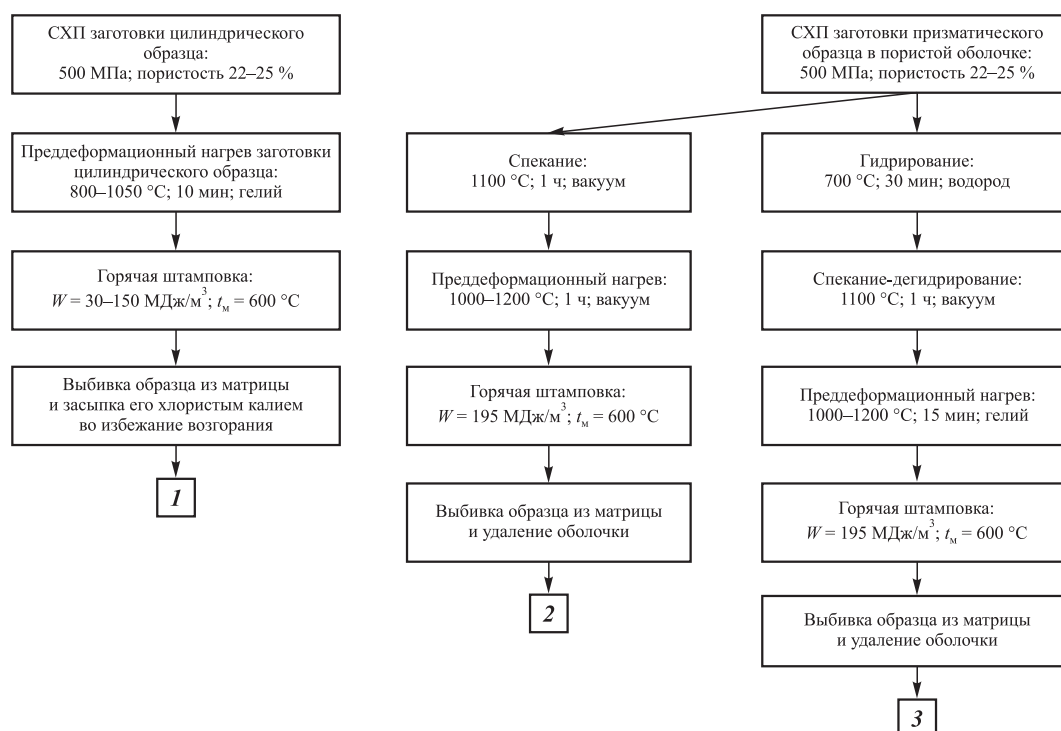


Рис. 1. Технологические схемы получения горячештампованного порошкового титана

СХП – статическое холодное прессование; t_m – температура подогрева матрицы пресс-формы для ГШ; W – приведенная работа уплотнения

Fig. 1. Processing flowcharts for producing hot die forged powder titanium

СХП – static cold pressing; t_m – preheating temperature of the die matrix for HDF; W – specific densification work

рованием при вакуумном спекании. При этом преследовалась цель снижения количества примесей и активации припоровых поверхностей в процессе последующей горячей допрессовки, которые наблюдались ранее после гидрирования–дегидрирования исходных порошков титана при спекании [27]. Для обеспечения возможности проведения сравнительного анализа изготавливались образцы-свидетели по технологической схеме 2, при реализации которой операция гидрирования холоднопрессованных заготовок не предусматривалась.

Изломы образцов изучали на растровом микроскопе-микроанализаторе Quanta 200 i 3D и бинокулярном микроскопе МБС-9. Долю элементов поверхности разрушения определяли методами сеток и площадей на электронно-микроскопических изображениях [46]. При этом изучали 10–12 полей. Металлографический анализ проводили с использованием оптического микроскопа AltamIMET-1M (ООО «Альтами», Россия) на травленных и нетравленных шлифах. В качестве травителя использовали водный раствор Кролла: 2 мл HNO_3 + 2 мл HF + 96 мл H_2O . Время травления составляло 20 с.

Результаты и их обсуждение

На рис. 2 представлены зависимости $\lg W = f(\lg \beta)$ для различных температур преддеформационного нагрева пористых заготовок из титана. Построенные

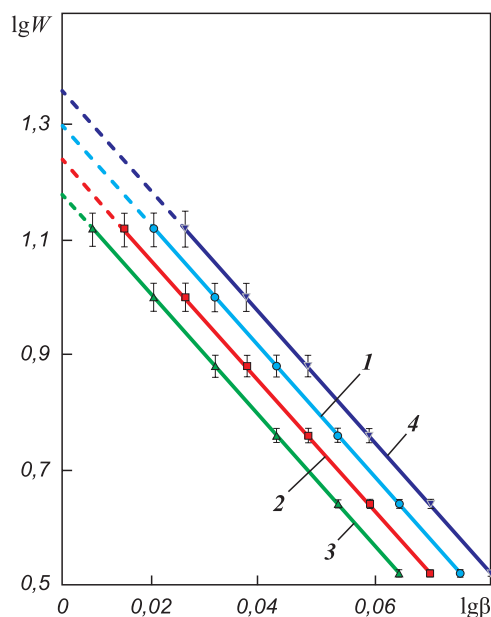


Рис. 2. Зависимости $\lg W = f(\lg \beta)$ при горячей штамповке холоднопрессованных заготовок из титанового порошка
 $t_{\text{ГШ}}$, °C: 1 – 800, 2 – 900, 3 – 950, 4 – 1000; $h_k/d = 0,4$

Fig. 2. $\lg W = f(\lg \beta)$ dependences during hot die forging of cold-pressed titanium powder billets

$t_{\text{ГШ}}$, °C: 1 – 800, 2 – 900, 3 – 950, 4 – 1000; $h_k/d = 0.4$

в логарифмических координатах зависимости удельного объема порошкового титана и приведенной работы уплотнения имеют линейный вид, что характерно для пластичных материалов [42]. Значения W_{max} могут быть определены путем продолжения линий графиков 1–4 до пересечения с осью ординат (штриховые линии).

Зависимость определенных таким образом значений W_{max} от температуры горячей допрессовки представлена на рис. 3. Видно, что она носит немонотонный характер. Увеличение $t_{\text{ГШ}}$ в интервале 800–950 °C приводит к снижению значений W_{max} в связи с повышением пластичности α -фазы; при $t_{\text{ГШ}} = 950 \div 1000$ °C величина W_{max} возрастает, что обусловлено протеканием фазового превращения и формированием β -фазы, характеризующейся пониженной пластичностью и повышенной прочностью при этих температурах; при $t_{\text{ГШ}} > 1000$ °C пластичность β -фазы увеличивается, что способствует снижению W_{max} .

Влияние фазового превращения на характеристики уплотнения и деформируемость отмечалось ранее при изучении динамического и взрывного горячего прессования пористых заготовок на основе железа [42; 43]. В отношении деформируемости титана и его сплавов существует противоречивая информация [11]. Некоторые авторы отмечают монотонный характер роста пластичности всех титановых сплавов при повышении температуры [47], другие, напротив, указывают на ее немонотонный характер [48]. При этом снижение пластичности в интервале температур фазового $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения связывают с формированием крупнозернистой структуры [49].

В наших экспериментах размер зерна в образцах, полученных при $t_{\text{ГШ}} = 950$ °C, составил 10–20 мкм (рис. 4, а), что соответствует баллу 2–3 по шкале микроструктур титановых сплавов, принятой для контроля на металлургических заводах [49], а при

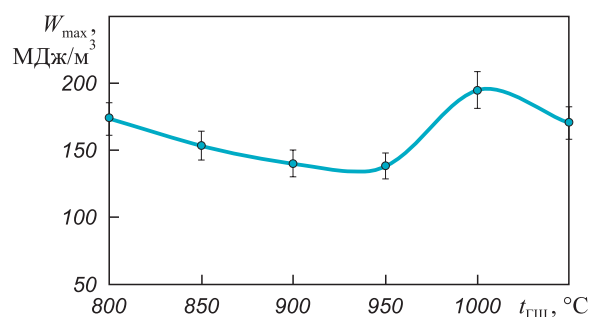


Рис. 3. Зависимость максимальной приведенной работы уплотнения от температуры нагрева пористых заготовок из титана

Fig. 3. Dependence of the maximum specific densification work on the heating temperature of porous titanium billets

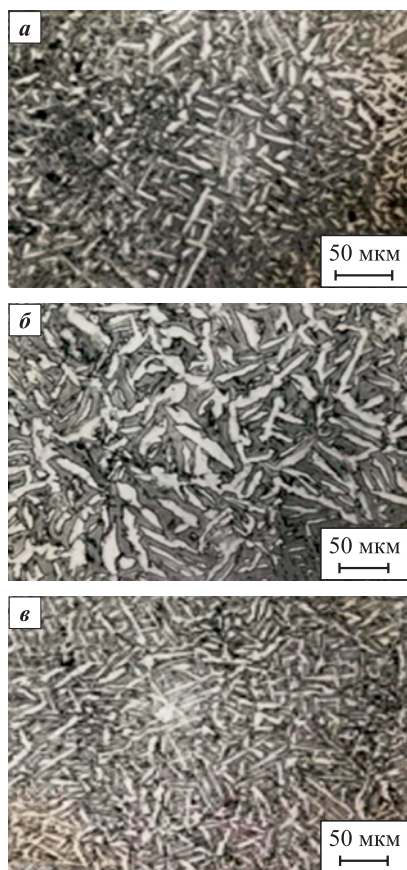


Рис. 4. Микроструктура горячештампованного порошкового титана

а, б – схема 1, в – схема 2; $t_{ГШ}$, °C: 950 (а), 1000 (б) и 1200 (в)

Fig. 4. Microstructure of hot die forged powder titanium

а, б – scheme 1, в – scheme 2; $t_{ГШ}$, °C: 950 (а), 1000 (б) and 1200 (в)

$t_{ГШ} = 1000$ °C он находился в интервале 25–35 мкм (балл 5–6) (рис. 4, б). Это позволяет с достаточной степенью достоверности предположить, что немонотонность зависимости $W_{max} = f(t_{ГШ})$ также связана с ростом зерна при фазовом превращении. В образцах наблюдается пластинчатая внутризеренная структура α -фазы с участками структуры корзиночного плетения. Ее формирование связано с распределением температур в заготовке в процессе деформации и последующего охлаждения.

Аналогичная пластинчатая внутризеренная структура α -фазы формируется в титановых отливках в условиях медленного охлаждения [48]. Поскольку в наших экспериментах охлаждение образцов после горячей деформации было достаточно медленным (после выбивки образцов из подогретой до 600 °C матрицы дальнейшее их охлаждение проходило под слоем хлористого калия), образование пластинчатой структуры можно связать с протеканием фазовой $\beta \rightarrow \alpha$ -перекристаллизации. При этом пластины α -фазы зарождаются на границах зерен β -фазы, а в дальнейшем растут вглубь зерна. Формирование

участков структуры корзиночного плетения связано, по всей видимости, с подстуживанием поверхностных слоев заготовки при контакте с внутренней поверхностью матрицы в процессе горячей допрессовки. Деформация этих зон начинается в β -области, а заканчивается в $\alpha + \beta$ -области, что является условием формирования структуры корзиночного плетения [50].

Значения величины W_{max} в исследованном интервале температур преддеформационного нагрева составляют 150–200 МДж/м³, теплота плавления титана в сопоставимых единицах измерения существенно больше – 1411 МДж/м³ [51]. Это свидетельствует о том, что при получении порошкового титана методом ГШ, как и других металлов, затраты энергии значительно меньше, чем при плавке, поскольку при уплотнении деформируется лишь часть материала частиц, которая определяется пластическими свойствами материала [43]. Значительно меньше также установленные значения W_{max} – энергии активации спекания порошкового титана, приведенной в работе [52] и составляющей ~15 000 МДж/м³, что примерно соответствует энергии активации самодиффузии в β -Ti.

На рис. 5 приведены зависимости трещиностойкости и механических свойств порошкового титана

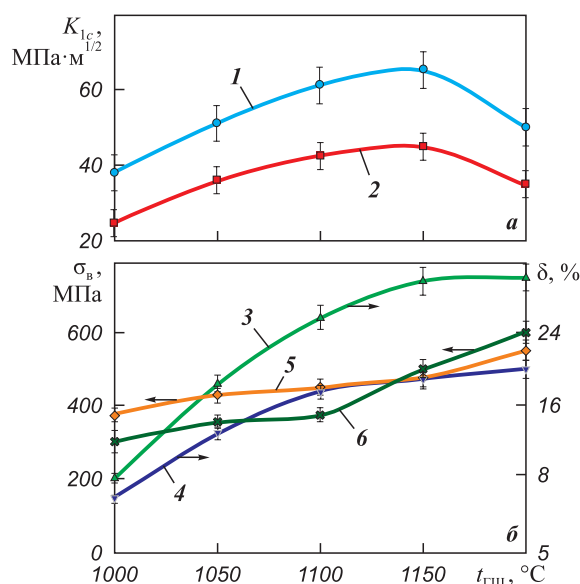


Рис. 5. Влияние температуры преддеформационного нагрева пористых заготовок из титана на трещиностойкость (а) и механические свойства (б)

1 – K_{Ic} (схема 3), 2 – K_{Ic} (схема 2); 3 – δ (схема 3), 4 – δ (схема 2), 5 – σ_b (схема 3), 6 – σ_b (схема 2); $W = 195$ МДж/м³

Fig. 5. Effect of pre-deformation heating temperature of porous titanium billets on fracture toughness (а) and mechanical properties (б)

1 – K_{Ic} (scheme 3), 2 – K_{Ic} (scheme 2); 3 – δ (scheme 3); 4 – δ (scheme 2); 5 – σ_b (scheme 3); 6 – σ_b (scheme 2); $W = 195$ MJ/m³

от температуры горячей допрессовки. Образцы изготавливались по технологическим схемам 2 и 3. Зависимости $K_{Ic} = f(t_{ГШ})$ носят немонотонный характер. Увеличение $t_{ГШ}$ до 1150 °C приводит к росту K_{Ic} в связи с улучшением деформируемости материала пористой заготовки. Дальнейшее повышение $t_{ГШ}$ до 1200 °C обуславливает снижение значения K_{Ic} , что объясняется уменьшением размера зерна (см. рис. 4, в).

Измельчение зерен в структуре образцов, полученных при $t_{ГШ} > 1150$ °C, связано с увеличением скорости последеформационного охлаждения при повышении градиента температур нагрева пористой заготовки и матрицы пресс-формы. Трещиностойкость образцов, полученных по схеме 3, во всем исследованном интервале значений $t_{ГШ}$ оказалась больше, чем образцов-свидетелей, полученных по схеме 2 (ср. кривые 1 и 2 на рис. 5, а). Это связано с различиями в особенностях разрушения сравниваемых типов образцов.

Увеличение температуры горячей допрессовки пористых заготовок обуславливает изменение характеристик излома образцов. В образцах-свидетелях,

полученных при $t_{ГШ} = 1000 \div 1100$ °C, рельеф излома исходной усталостной трещины характеризуется наличием вторичных трещин в очаге разрушения (рис. 6, а). В зоне долома, формирование которой проходило в условиях статического нагружения, излом носит вязкий мелкоямочный характер с участками межчастичного разрушения (рис. 6, б, в). Размеры ямок были в интервале 4–6 мкм. При $t_{ГШ} > 1100$ °C вторичные трещины в очаге разрушения не наблюдались, однако в зоне долома участки межчастичного разрушения фиксировались. Размеры ямок вязкого разрушения в этой зоне больше, чем в образцах-свидетелях, полученных при $t_{ГШ} = 1000 \div 1100$ °C (10–12 мкм), что свидетельствует о повышении пластичности материала (рис. 6, з).

Изломы образцов, изготовленных по схеме 3, характеризуются отсутствием вторичных трещин в очаге разрушения при всех исследованных значениях $t_{ГШ}$ (рис. 6, д). В зоне долома межчастичное разрушение не обнаружено, что предопределяет более высокую энергоёмкость разрушения по сравнению с образцами-свидетелями. При этом характер изменения размера ямок вязкого излома в зависимости

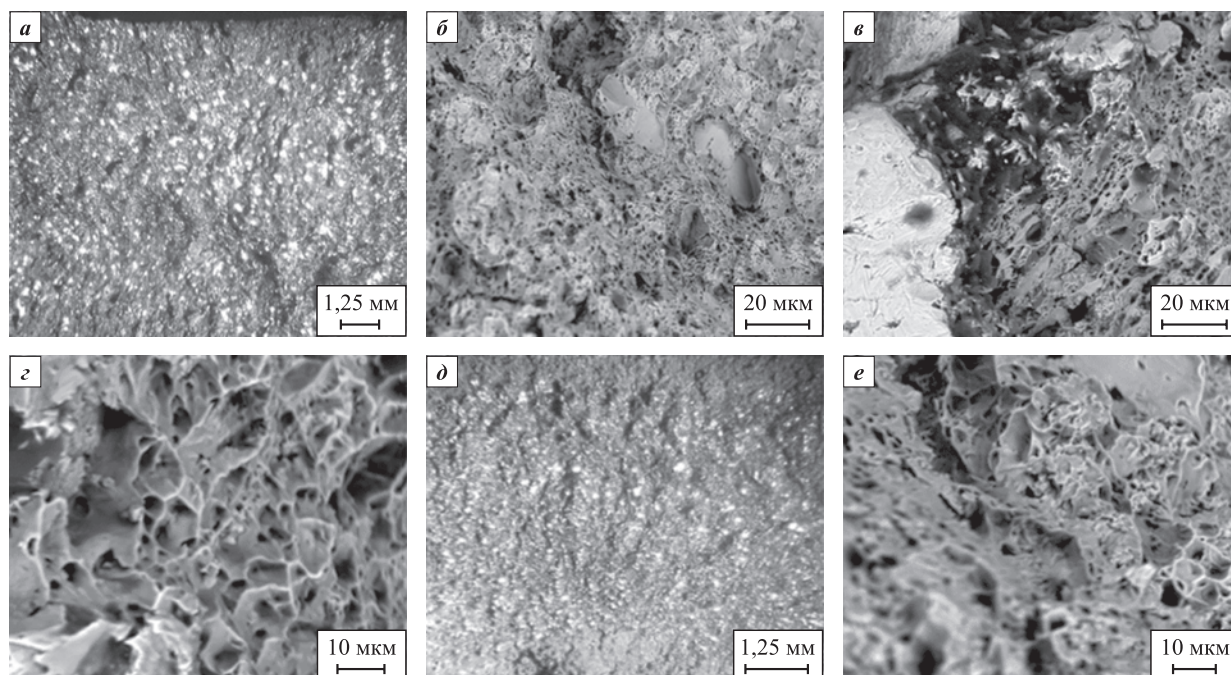


Рис. 6. Поверхности разрушения образцов порошкового титана, полученных по схемам 2 (а–з) и 3 (д, е), после испытаний на трещиностойкость

а, д – панорама излома; б, в, з, е – зона статического долома;
 б – участок вязкого мелкоямочного разрушения, в – участок межчастичного разрушения,
 з – крупные ямки вязкого излома с участками межчастичного разрушения, е – вязкий излом
 $t_{ГШ}$, °C: 1000 (а, б, в); 1100 (д, е); 1200 (з)

Fig. 6. Fracture surfaces of powder titanium samples fabricated by schemes 2 (a–z) and 3 (d, e) after fracture toughness tests

а, д – fracture panorama; б, в, з, е – final static fracture zone;
 б – area of ductile fine-dimple fracture, в – area of interparticle fracture,
 з – large dimples of ductile fracture with interparticle fracture areas, е – ductile fracture
 $t_{ГШ}$, °C: 1000 (a, b, v); 1100 (d, e); 1200 (z)

Содержание примесей в порошке титана и материалах на его основе

Impurity content in titanium powder and materials produced from it

Материал/схема получения	Содержание, мас. %						
	Fe	Cl ₂	N ₂	O ₂	C	Si	H ₂
Порошок ПТЭС-1	0,06	0,03	0,020	0,06	0,02	0,02	0,010
Схема 2	0,06	0,02	0,011	0,15	0,03	0,02	0,003
Схема 3	0,06	0,01	0,008	0,03	0,02	0,02	0,002

от $t_{ГШ}$ аналогичен описанному выше для образцов-свидетелей (см. рис. 6, е). Отсюда следует, что преобладающее влияние на формирование характеристик трещиностойкости образцов, полученных по схеме 3, оказывает проведение операций гидрирования–дегидрирования. Анализ состава примесей в исходном порошке титана и в образцах на его основе свидетельствует о том, что при реализации схемы 2 концентрация кислорода в получаемом материале увеличивается примерно в 2 раза (см. таблицу).

В образцах, полученных по схеме 3, напротив, содержание кислорода существенно снижается. В количестве других примесей значимых изменений не наблюдалось. Это связано с тем, что водород, выделяющийся из состава гидридов титана при вакуумном спекании пористых заготовок после гидрирования, способствует восстановлению оксидов, локализованных на поверхностях открытых пор, и их активизации. Аналогичный процесс активации спекания при использовании гидрированного порошка титана наблюдался ранее [27]. В наших экспериментах активация припоровых поверхностей и рафинирование их от оксидов способствуют улучшению условий формирования сращивания при последующей горячей допрессовке [53]. Относительно высокое содержание кислорода в образцах-свидетелях (схема 2), связанное с наличием оксидов на «схлопываемых» при горячей допрессовке поверхностях пор, напротив, привело к ухудшению условий контактного взаимодействия на межчастичных поверхностях и вызвало снижение трещиностойкости по сравнению с образцами, полученными по схеме 3 (рис. 5, а).

Показатели прочности и пластичности менее чувствительны к качеству межчастичных контактов и определяются в основном размером зерна. В связи с этим зависимости показателей σ_v и δ от $t_{ГШ}$ носят монотонный характер: увеличение температуры приводит к росту указанных характеристик во всем исследованном интервале (см. рис. 5, б). В данном случае преобладающее влияние оказывает уменьшение размера зерна по мере повышения $t_{ГШ}$ (см. рис. 4, в). Улучшение условий формирования межчастичного сращивания при горячей допрессовке заготовок после гидрирования–дегидрирования обеспечило большую пластичность образцов, получен-

ных по схеме 3, в сравнении с образцами-свидетелями (ср. кривые 3 и 4 на рис. 5, б).

Выводы

1. Установлены значения величины максимальной приведенной работы горячего уплотнения пористого порошкового титана, необходимой для достижения плотности монолита, при разных температурах преддеформационного нагрева заготовок. Показано, что немонотонность зависимости W_{max} от $t_{ГШ}$ связана с формированием крупнозернистой структуры и с уменьшением пластичности деформируемого материала в интервале температур фазового $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения.

2. Предложена технология получения горячештампованного порошкового титана, включающая выполнение операций гидрирования–дегидрирования пористой заготовки, обеспечивающих восстановление водородом оксидов, локализованных на поверхностях открытых пор, и их активизацию, что способствует улучшению условий формирования межчастичного сращивания при последующей горячей допрессовке и повышению трещиностойкости и пластичности получаемых образцов в сравнении с образцами-свидетелями.

3. Повышение температуры горячей допрессовки пористых заготовок порошкового титана способствует увеличению энергоемкости разрушения и пластичности образцов. При этом снижается вероятность образования вторичных трещин в очаге разрушения исходной усталостной трещины и увеличивается размер ямок вязкого разрушения в зоне долома.

Список литературы / References

1. Fang Z.Z., Paramore J.D., Sun P., Chandrana K.S.R., Zhang Y., Xia Y., Cao F., Koopman M.M., Free M.M. Powder metallurgy of titanium – past, present, and future. *International Materials Reviews*. 2018;63(7):407–459. <https://doi.org/10.1080/09506608.2017.1366003>
2. Froes F.H., Eylon D. Powder metallurgy of titanium alloys. *International Materials Reviews*. 1990;35(1):162–184. <https://doi.org/10.1179/095066090790323984>

3. Fang Z.Z., Sun P. Pathways to optimize performance/cost ratio of powder metallurgy titanium – a perspective. *Key Engineering Materials*. 2012;520:15–23.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.520.15>
4. Seong S., Younossi O., Goldsmith B.W., Lang Th., Neumann M. Titanium – industrial base, price trends, and technology initiatives. Santa Monica (CA): RAND Corporation; 2009. 128 p.
<https://doi.org/10.7249/MG789>
5. Froes F.H.S., Gungor M.N., Ashraf Imam M. Cost-affordable titanium: The component fabrication perspective. *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*. 2007;59(6):28–31.
<https://doi.org/10.1007/s11837-007-0074-8>
6. Рубцов А.Н., Олесов Ю.Г., Антонова М.М. Гидрирование титановых материалов. Киев: Наукова думка, 1971. 128 с.
7. Zhu L., Kong L., Yang B., Xu B. Production of low-oxygen titanium powder by thermochemical and electrochemical processes: Current state and perspectives. *Journal of Materials Research and Technology*. 2025;36:1522–1535.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2025.03.226>
8. Barbis D., Gasior R.M., Walker G.P., Capone J.A., Schaeffer T.S. Titanium powders from the hydride-dehydride process. In: *Titanium powder metallurgy: science, technology and applications*. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2015. P. 101–116.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-800054-0.00007-1>
9. Hidalgo A.A., Frykholm R., Ebel Th., Pyczak F. Powder metallurgy strategies to improve properties and processing of titanium alloys: A review. *Advanced Engineering Materials*. 2017;19(6):1600743.
<https://doi.org/10.1002/adem.201600743>
10. Wang H., Fang Z.Z., Sun P. A critical review of mechanical properties of powder metallurgy titanium. *International Journal of Powder Metallurgy*. 2010;46(5):45–57.
11. Анциферов В.Н., Устинов В.С., Олесов Ю.Г. Спеченные сплавы на основе титана. М.: Металлургия, 1984. 168 с.
12. Majima K., Hirata T., Shouji K. Effects of purity of titanium powder and porosity on static tensile properties of sintered titanium specimens. *Journal of The Japan Institute of Metals*. 1987;51(12):194–200.
https://doi.org/10.2320/JINSTMET1952.51.12_1194
13. Liu L.H., Yang C., Kang L.M., Qu S.G., Li X.Q., Zhang W. W., Chen W.P., Li Y.Y., Li P.J., Zhang L.C. A new insight into high-strength $Ti_{62}Nb_{12.2}Fe_{13.6}Co_{6.4}Al_{5.8}$ alloys with bimodal microstructure fabricated by semi-solid sintering. *Scientific Reports*. 2016;6(1):23467.
<https://doi.org/10.1038/srep23467>
14. Panigrahi B.B., Godkhindi M.M. Sintering of titanium: Effect of particle size. *International Journal of Powder Metallurgy*. 2006;42(2):35–42.
15. Robertson I., Schaffer G. Some effects of particle size on the sintering of titanium and a master sintering curve model. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2009;40(8):1968–1979.
<https://doi.org/10.1007/s11661-009-9894-1>
16. Qian M., Yang Y.F., Luo S.D., Tang H.P. Pressureless sintering of titanium and titanium alloys: sintering densification and solute homogenization. In: *Titanium powder metallurgy: science, technology and applications*. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2015. P. 201–218.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-800054-0.00012-5>
17. Pereloma E.V., Savvakina D.G., Carman A., Gazder A., Ivasishin O.M. Microstructure development and alloying elements diffusion during sintering of near- β titanium alloys. In: *Powder Metallurgy of Titanium*. Brisbane, Australia: Trans Tech Publications Ltd, 2012. P. 49–56.
<https://doi.org/10.4028/b-HGgP7a>
18. Panigrahi B.B. Sintering behaviour of Ti–2Ni and Ti–5Ni elemental powders. *Materials Letters*. 2007;61(1):152–155.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2006.04.025>
19. Xia Y., Schaffer G. B., Qian M. The effect of a small addition of nickel on the sintering, sintered microstructure, and mechanical properties of Ti–45Al–5Nb–0.2C–0.2B alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2013;578:195–201.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.05.104>
20. Liu H.-W., Bishop D. P., Plucknett K. P. A comparison of Ti–Ni and Ti–Sn binary alloys processed using powder metallurgy. *Materials Science and Engineering A*. 2015;644:392–404.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.07.085>
21. Robertson I.M., Schaffer G.B. Design of titanium alloy for efficient sintering to low porosity. *Powder Metallurgy*. 2009;52(4): 311–315.
<https://doi.org/10.1179/003258909X12502872942499>
22. Liu Y., Chen L.F., Tang H.P., Liu C.T., Liu B., Huang B.Y. Design of powder metallurgy titanium alloys and composites, *Materials Science and Engineering: A*. 2006;418:25–35.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.10.057>
23. Esteban P.G., Bolzoni L., Ruiz-Navas E.M., Gordo E. PM processing and characterisation of Ti–7Fe low cost titanium alloys. *Powder Metallurgy*. 2011;54(3):242–252.
<https://doi.org/10.1179/174329009X457063>
24. Yang Y.F., Luo S.D., Bettles C.J., Schaffer G.B., Qian M. The effect of Si additions on the sintering and sintered microstructure and mechanical properties of Ti–3Ni alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2011;528(24):7381–7387.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.06.029>
25. Xia Y., Yu P., Schaffer G.B., Qian M. Cobalt-doped Ti–48Al–2Cr–2Nb alloy fabricated by cold compaction and pressureless sintering. *Materials Science and Engineering: A*. 2013;574:176–185.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.03.023>
26. Xia Y., Luo S.D., Wu X., Schaffer G.B., Qian M. The sintering densification, microstructure and mechanical properties of gamma Ti–48Al–2Cr–2Nb alloy with a small addition of copper. *Materials Science and Engineering: A*. 2013;559:293–300.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.08.100>
27. Savvakina D.H., Humenyak M.M., Matviichuk M.V. Мольяр О.Н. Role of hydrogen in the process of sintering of titanium powders. *Materials Science*. 2012;47(5):651–661.
<https://doi.org/10.1007/s11003-012-9440-y>
28. Ивасишин О.М., Саввакин Д.Г., Гуменяк Н.М. Дегидрирование порошкового гидрида титана и его роль в активации спекания. *Металлофизика и новейшие технологии*. 2011;33(7):899–917.

- Ivasishin O.M., Savvakina D.G., Gumenyak N.M. Dehydrogenation of powder titanium hydride and its role in the activation of sintering. *Metallofizika i Noveishie Tekhnologii*. 2011;33:899–917. (In Russ.).
29. Raynova S., Yang F., Bolzoni L. Mechanical behaviour of induction sintered blended elemental powder metallurgy Ti alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 2020;799:140–157.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140157>
30. Weston N., Jackson M. FAST-forge – A new cost-effective hybrid processing route for consolidating titanium powder into near net shape forged components. *Journal of Materials Processing Technology*. 2017;243:335–346.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.12.013>
31. Careau S.G., Ulate-Kolitsky E., Tougas B. Direct powder forging – A new approach for near net shape processing of titanium. *Powders*. 2023;2(1):21–31.
<https://doi.org/10.3390/powders2010002>
32. Singh A.P., Gabbitas B., Zhang D. Fracture toughness of powder metallurgy and ingot titanium alloys – A review. *Key Engineering Materials*. 2013;551:143–160.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.551.143>
33. Romero C., Yang F., Bolzoni L. Fatigue and fracture properties of Ti alloys from powder-based processes – A review. *International Journal of Fatigue*. 2018;117:407–419.
<https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.08.029>
34. Weston R. Anatomy of an AM part failure: Lessons for managers, designers and producers from 2021's Olympic bike crash. *Additive Manufacturing*. 2022;8(2):115–125. URL: <https://www.metal-am.com/articles/anatomy-of-an-am-part-failure-lessons-for-managers-designers-and-producers-from-2021s-olympic-bike-crash/>
35. Baker J. An investigation into the handlebar failure that occurred in the Australian men's team pursuit race at the Tokyo 2020 Olympics. *Report*. 2022. 171 p. URL: https://assets.ausecycling.org.au/s3fs-public/2022-02/handlebar-9_21-ev-3_5-combined-inc-annexes-appendicies.pdf?utm_source=Metal+AM&utm_medium=magazine (Accessed: 30.04.2025).
36. Гончаров И.Н. Способ переработки титановой губки и устройство для осуществления способа: Авт. св-во 132409 (СССР). 1960.
37. Olsson L.R., Lampe V., Fischmeister H. Direct forging of high-alloy steel powders to bar stock. *Powder Metallurgy*. 1974;17(34):347–362.
<https://doi.org/10.1179/pom.17.34.1974.007>
38. Careau S.G., Bernard Tougas B., Ulate-Kolitsky E. Effect of direct powder forging process on the mechanical properties and microstructural of Ti–6Al–4V ELI. *Materials*. 2021;14(16):4499.
<https://doi.org/10.3390/ma14164499>
39. ASTM F136–21. Standard specification for wrought titanium–6aluminium–4vanadium ELI (Extra Low Interstitial) alloy for surgical implant applications (UNS R56401). West Conshohocken, PA: ASTM International, 2018. 5 p.
40. Павлов В.А., Кипарисов С.С., Щербина В.В. Обработка давлением порошков цветных металлов. М.: Металлургия, 1977. 170 с.
41. Павлов В.А. Обработка давлением порошков цветных металлов. Запорожье: ОАО «Мотор Сич», 2010. 347 с.
42. Дорофеев Ю.Г. Динамическое горячее прессование пористых материалов. М.: Наука, 1968. 120 с.
43. Дорофеев Ю.Г. Динамическое горячее прессование в металлокерамике. М.: Металлургия, 1972. 176 с.
44. Роман О.В., Шуганов А.Д., Смирнов Г.В. Высокоэнергетические технологии, основанные на применении взрывчатых веществ. В сб.: *50 лет порошковой металлургии Беларуси. История, достижения, перспективы*. Минск: ГНПО порошковой металлургии, 2010. С. 583–601.
45. Brown W.F.Jr., Srawley J.E. Plane strain crack toughness testing of high strength metallic materials. In: *Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials*. Ed. Committee E-24. West Conshohocken, PA: ASTM International, 1966. 129 p.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1520/STP44663S>
46. Murphy Th.F., Lindsley B. Metallographic analysis of PM fracture surfaces. 15 p. URL: <https://studylib.net/doc/10702066/metallographic-analysis-of-pm-fracture-surfaces--hoeganae...> (Accessed: 30.04.2025).
47. Мажарова Г.Е., Комановский А.З., Чечулин Б.Б., Важенин С.Ф. Обработка титановых сплавов давлением. М.: Металлургия, 1977. 96 с.
48. Илларионов А.Г., Попов А.А. Технологические и эксплуатационные свойства титановых сплавов. Екатеринбург: Изд-во Уральского ун-та, 2014. 137 с.
49. Салищев Г.А., Кайбышев О.А., Гордиенко Е.Г., Черняков М.И. Влияние исходной структуры на эффект сверхпластичности титанового сплава ВТЗ-1. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 1976;4:104–107.
 Salishchev G.A., Kajbyshev O.A., Gordienko E.G., Chernyakov M.I. Influence of initial structure on superplasticity effect of VTZ-1 titanium alloy. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 1976;4:104–107. (In Russ.).
50. Александров В.К., Аношкин Н.Ф., Белозеров А.П., Бовчар Г.А., Брун М.Я., Ерманок М.З. Полуфабрикаты из титановых сплавов. М.: ОНТИ ВИЛС, 1996. 581 с.
51. Бердоносоев С.С. Титан. В кн.: *Физическая энциклопедия*. В 5 т. (гл. ред. А.М. Прохоров). М.: Большая российская энциклопедия, 1994. Т. 4. 704 с.
52. Robertson I.M., Schaffer G.B. Some Effects of particle size on the sintering of titanium and a master sintering curve model. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2009;40A: 1968–1979.
<https://doi.org/10.1007/s11661-009-9894-1>
53. Дорофеев Ю.Г., Попов С.Н. Исследование срачивания металлов при динамическом горячем прессовании. *Порошковая металлургия*. 1971;98(2):44–51.
 Dorofeev Yu.G., Popov S.N. Welding together of metals during dynamic hot pressing. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 1971;10(2):118–124.
<https://doi.org/10.1007/BF00796409>

Сведения об авторах



Владимир Юрьевич Дорофеев – д.т.н., профессор кафедры «Материаловедение и технология машиностроения», Южно-Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И. Платова (ЮРГПУ (НПИ))

 **ORCID:** 0000-0001-6743-1727

 **E-mail:** dvyu56.56@mail.ru

Анна Николаевна Свиридова – к.т.н., доцент кафедры «Автомобили и транспортно-технологические комплексы», ЮРГПУ (НПИ)

 **ORCID:** 0000-0002-9851-1073

 **E-mail:** anysviridova@yandex.ru

Светлана Владимировна Свиридова – ординатор института медицины и здоровьесбережения, Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина

 **ORCID:** 0009-0007-5260-3726

 **E-mail:** dr.sviridova27@inbox.ru

Лев Иванович Свистун – д.т.н., профессор кафедры инженерии систем управления, материалов и технологий в машиностроении, Кубанский государственный технологический университет

 **ORCID:** 0009-0001-8552-2582

 **E-mail:** levsvistun45@gmail.com

Information about the Authors

Vladimir Yu. Dorofeyev – Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Department of material science and engineering technology, Platov South-Russian State Polytechnic University (NPI), (PSRSPU (NPI))

 **ORCID:** 0000-0001-6743-1727

 **E-mail:** dvyu56.56@mail.ru

Anna N. Sviridova – Cand. Sci. (Eng.), Associate Prof. of the Department of Automobiles and Transport-Technological Complexes, PSRSPU (NPI)

 **ORCID:** 0000-0002-9851-1073

 **E-mail:** anysviridova@yandex.ru

Svetlana V. Sviridova – Resident of the Institute of Medicine and Health Preservation, Tambov State University named after G.R. Derzhavin

 **ORCID:** 0009-0007-5260-3726

 **E-mail:** dr.sviridova27@inbox.ru

Lev I. Svistun – Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Department of Engineering of Control Systems, Materials and Technologies in Mechanical Engineering, Kuban State Technological University

 **ORCID:** 0009-0001-8552-2582

 **E-mail:** levsvistun45@gmail.com

Вклад авторов



В. Ю. Дорофеев – научное руководство, постановка цели и задачи исследования, подготовка текста, формулировка выводов.

А. Н. Свиридова – проведение механических испытаний, анализ результатов исследований.

С. В. Свиридова – проведение исследований структуры и состава опытных образцов.

Л. И. Свистун – подготовка и проведение эксперимента, руководство проведением эксперимента.

Contribution of the Authors

V. Yu. Dorofeyev – scientific supervision, formulation of research objectives and tasks, manuscript preparation, and drafting of conclusions.

A. N. Sviridova – mechanical testing and analysis of research results.

S. V. Sviridova – structural and compositional analysis of experimental samples.

L. I. Svistun – preparation and execution of the experiment, supervision of experimental work.

Статья поступила 11.05.2025 г.
Доработана 19.05.2025 г.
Принята к публикации 30.05.2025 г.

Received 11.05.2025
Revised 19.05.2025
Accepted 30.05.2025



Самораспространяющийся высокотемпературный синтез
Self-Propagating High-Temperature Synthesis



УДК 621.762

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-40-49>

Научная статья

Research article



Механизм синтеза ультратугоплавкого карбида Ta₄ZrC₅ в режиме теплового взрыва с предварительным механическим сплавлением металлов

С. Г. Вадченко[✉], А. С. Рогачев, М. И. Алымов

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

✉ vadchenko@ism.ac.ru

Аннотация. Методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) в режиме теплового взрыва получен карбид Ta₄ZrC₅. Изучен механизм его формирования, включающий процессы в ходе нагрева смесей прекурсоров до температуры воспламенения, протекающие в твердой фазе. Исследовано взаимодействие расплавленных биметаллических частиц состава Ta₄Zr с углеродом. Исходные смеси порошков готовили в две стадии. На первой – методом высокоэнергетической механической обработки (ВЭМО) в активаторе АГО-2 в атмосфере аргона происходило механическое сплавление (МС) смеси тантала с цирконием и формировались биметаллические частицы состава Ta₄Zr, представляющие собой твердый раствор циркония в тантале. При их нагреве происходило упорядочение твердого раствора и наблюдалось небольшое тепловыделение, зависящее от времени МС. На второй стадии полученный порошок Ta₄Zr смешивали с сажей и нагревали до температуры теплового взрыва (900–1250 °С), в результате которого образовывалось соединение Ta₄ZrC₅. Впервые для исследования механизма высокотемпературного взаимодействия биметаллических частиц Ta₄Zr с углеродом их наносили на подложку из графита и нагревали в вакууме при остаточном давлении 10⁻³ Па и температуре подложки до 3000 °С. В зависимости от размера частиц наблюдались два режима взаимодействия расплавленных частиц Ta₄Zr с подложкой из графита. Частицы размером менее 10 мкм из-за сил поверхностного натяжения при плавлении не растекались по подложке, а, растворяя в себе углерод, в нее погружались. Частицы большего размера растекались по подложке, причем расплав обеднялся цирконием, который более активно взаимодействовал с углеродом.

Ключевые слова: тугоплавкие соединения, высокоэнергетическая механическая обработка (ВЭМО), механическое сплавление (МС), карбиды

Для цитирования: Вадченко С.Г., Рогачев А.С., Алымов М.И. Механизм синтеза ультратугоплавкого карбида Ta₄ZrC₅ в режиме теплового взрыва с предварительным механическим сплавлением металлов. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2025;19(4):40–49. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-40-49>

Mechanism of synthesis of ultra-high temperature Ta₄ZrC₅ carbide by thermal explosion with preliminary mechanical alloying of metals

S. G. Vadchenko[✉], A. S. Rogachev, M. I. Alymov

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

✉ vadchenko@ism.ac.ru

Abstract. Tantalum–zirconium carbide Ta₄ZrC₅ was synthesized by the method of self-propagating high-temperature synthesis (SHS) in the thermal explosion mode. The mechanism of its formation was investigated, including processes occurring during the heating

of precursor mixtures to the ignition temperature, which proceed in the solid phase. The interaction of molten bimetallic Ta₄Zr particles with carbon was also studied. The initial powder mixtures were prepared in two stages. In the first stage, high-energy ball milling (HEBM) in an AGO-2 mill under an argon atmosphere was employed to carry out mechanical alloying (MA) of tantalum with zirconium, resulting in the formation of bimetallic Ta₄Zr particles representing a solid solution of zirconium in tantalum. Upon heating, ordering of the solid solution occurred, accompanied by a small exothermic effect depending on the MA duration. In the second stage, the obtained Ta₄Zr powder was mixed with carbon black and heated to the thermal explosion temperature (900–1250 °C), leading to the formation of Ta₄ZrC₅. For the first time, to study the mechanism of high-temperature interaction of Ta₄Zr bimetallic particles with carbon, the particles were deposited onto a graphite substrate and heated in vacuum at a residual pressure of 10⁻³ Pa, with the substrate temperature reaching up to 3000 °C. Depending on particle size, two modes of interaction of molten Ta₄Zr particles with the graphite substrate were observed. Particles smaller than 10 μm, due to surface tension forces, did not spread on the substrate upon melting; instead, they absorbed carbon and sank into it. Larger particles spread over the substrate, with the melt being depleted in zirconium, which more actively interacted with carbon.

Keywords: refractory compounds, high-energy ball milling (HEBM), mechanical alloying (MA), carbides

For citation: Vadchenko S.G., Rogachev A.S., Alymov M.I. Mechanism of synthesis of ultra-high temperature Ta₄ZrC₅ carbide by thermal explosion with preliminary mechanical alloying of metals. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(4):40–49. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-40-49>

Введение

Двойные карбиды системы Ta–Zr–C являются перспективной основой для создания ультратугоплавких керамических материалов [1–8]. Несмотря на интенсивные исследования этой системы, имеющиеся литературные данные остаются противоречивыми, при этом основной вопрос касается возможности формирования однофазного карбида Ta_{1-x}Zr_xC. Расчет фазовой диаграммы бинарной системы Ta–Zr показал, что при температуре ниже 800 °C эти два металла практически не смешиваются [6]. В этой температурной области образуется смесь двух твердых растворов на основе α-циркония с ГПУ-структурой и на основе тантала с ОЦК-структурой. Растворимость тантала в цирконии не превышает 2 ат. %, а циркония в тантале – менее 9 ат. %. Непрерывный ряд твердых растворов с ОЦК-структурой образуется лишь вблизи температуры 1700 °C [6].

Термодинамическое исследование системы Ta–Zr–C с помощью метода CALPHAD привело к парадоксальному выводу, что в диапазоне температур от 200 до 3600 °C в данной системе отсутствуют тройные фазы [7]. Этому выводу противоречат результаты, полученные с использованием пакета CASTEP (*Cambridge Serial Total Energy Package*), которые показывают стабильность карбида Ta_{1-x}Zr_xC и его структурное сходство с ультратугоплавким карбидом Ta₄HfC₅, представленные авторами [8]. Стабильность фазы Ta_{1-x}Zr_xC была также доказана теоретическими расчетами, основанными на первых принципах, и подтверждена экспериментально в работе [9]. При этом двойные карбиды со значениями $x = 0,9, 0,8, 0,6$ и $0,3$, полученные методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) из предварительно механически активированных смесей Ta–Zr–C и консолидированные путем горячего прессования, не проявили признаков распада на простые карбиды после отжига при 800 °C

в течение 40 ч. Предварительное механическое активирование способствует получению более однородной реакционной смеси, позволяющей синтезировать двойной карбид в режиме СВС [10–12]. Наряду с горячим прессованием весьма перспективным методом консолидации сложных ультратугоплавких карбидов является реакционное электроискровое плазменное спекание, при котором синтез и уплотнение материала происходят одновременно [13–18]. Образцы ультратугоплавкого карбида Ta_{1-x}Zr_xC были также получены с помощью оригинальной технологии электротеплового взрыва [19].

В работах по синтезу карбида Ta_{1-x}Zr_xC методом СВС основное внимание было сосредоточено непосредственно на изучении параметров процессов воспламенения и горения. Особенности протекания реакции на стадии прогрева смесей до температуры воспламенения и механизм взаимодействия расплава металлов с углеродом практически не изучены.

Задача данной работы состояла в экспериментальном исследовании макрокинетических характеристик механического сплавления, теплового взрыва и процессов при нагреве получаемых биметаллических частиц состава Ta₄Zr, а также высокотемпературного взаимодействия в системе Ta–Zr–C, приводящих к формированию карбида Ta_{1-x}Zr_xC.

Материалы и методика эксперимента

В работе использовали порошки, промышленно выпускаемые в РФ:

- тантал марки ТаП-1 (ТУ 1870-258-00196109-01), чистота 99,9 мас. %, размер частиц $d = 40 \div 63$ мкм;
- цирконий марки ЦЦРК (ТУ 48-4-234-84), чистота 99,6 мас. %, $d = 40 \div 63$ мкм;
- сажа марки П804Т, $d < 2,2$ мкм.

Высокоэнергетическую механическую обработку (ВЭМО) смесей порошков тантала с цирконием в молярном соотношении 4Ta:Zr проводили в плане-

тарной шаровой мельнице АГО-2 в атмосфере аргона, частота вращения стальных барабанов составляла 2220 об/мин, масса смесей порошков – 10 г, стальных шаров – 200 г, время обработки – от 2 до 30 мин. После обработки порошков и извлечения барабанов из активатора их поверхность разогревалась до температуры более 100 °С, поэтому их открывали через несколько часов после охлаждения до комнатной температуры.

В результате ВЭМО формировался порошок сплава Ta_4Zr , значительная часть которого (до 50 мас. %) налипала на шарики и барабан. Для измельчения и более полного извлечения порошка сплава в барабаны добавляли 30 мл гексана и проводили дополнительную ВЭМО в течение 3 мин. После осушки к полученному порошку сплава Ta_4Zr добавляли сажу в расчете на получение соединения Ta_4ZrC_5 и смешивали их в планетарной шаровой мельнице АГО-2 в течение 3–5 мин.

Исследование процессов, происходящих при нагреве сплава Ta_4Zr и тепловом взрыве в смесях $Ta_4Zr + 5C$ и $4Ta + Zr + 5C$, проводили в устройстве, описанном в работе [20]. Из порошковых смесей прессовали цилиндрические образцы диаметром 3 мм, высотой до 1,5 мм и укладывали в тигель из нитрида бора на термопару ВР 5/20, прокатанную до толщины 30 мкм. Тигель лежал на графитовой ленте, нагреваемой электрическим током. Нагрев образцов осуществляли в режиме постоянной электрической мощности, выделяемой на графитовой

ленте, в аргоне при атмосферном давлении. Для регулирования скорости и максимальной температуры нагрева изменяли величину электрической мощности. После воспламенения таблетки нагрев ленты прекращали. Точность измерения температуры, определенная по реперным точкам плавления Zn, Al, Cu, составляла ± 10 °С.

Плавление и реакцию порошков сплавов Ta_4Zr с углеродом исследовали в вакуумном poste ВУП-5 при давлении $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па. Порошки насыпали на подложку размером $25 \times 5 \times 1$ мм из мелкопористого графита ГМП или стеклогуглерода СУ 2500, которую нагревали прямым пропусканием электрического тока мощностью 1–4 кВт [21]. Подложка имела форму галтели, что позволяло в ее узкой части достигать температуру выше 3000 °С. Перед реакцией подложку прогревали в вакууме до $t \sim 3000$ °С для дегазации. После охлаждения на ее поверхности помещали биметаллические порошки.

Результаты и их обсуждение

Механическое сплавление

При ВЭМО смеси порошков $4Ta + Zr$ в результате взаимного трения, прокатки и ударов происходит механическое сплавление (МС) частиц тантала и циркония. Налипание смеси частиц на мелющие шары позволяет наблюдать процесс формирования сплава на их срезах (рис. 1, а). Вначале на шарах образуются

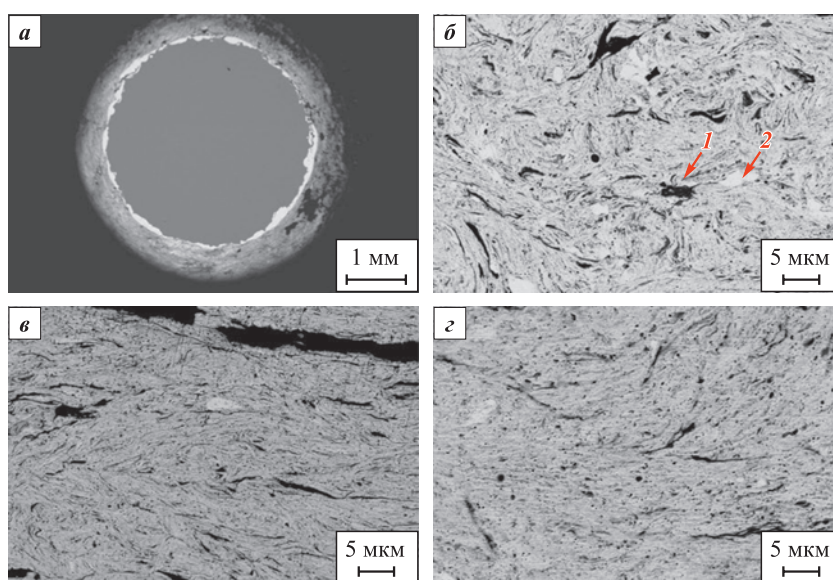


Рис. 1. Сечение шара после МС смеси $4Ta + Zr$ (а) и фрагменты сечения слоя смеси после ВЭМО в течение 2 (б), 3 (в) и 5 мин (г)

1 – пора, 2 – частица тантала. Светлые слои содержат более высокую концентрацию тантала

Fig. 1. Cross-section of a ball after MA of the $4Ta + Zr$ mixture (a) and fragments of the cross-section of the coating layer after HEBM for 2 (б), 3 (в) and 5 min (г)

1 – pore, 2 – tantalum particle. The light regions correspond to a higher tantalum concentration

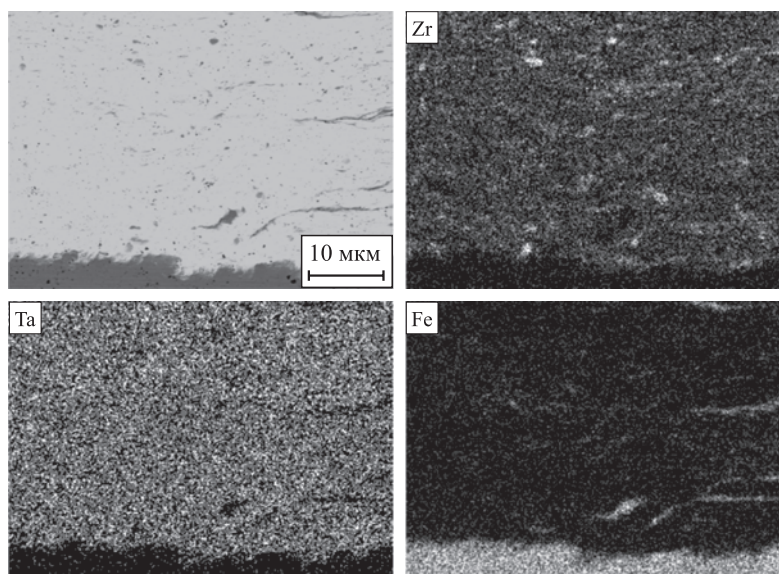


Рис. 2. Карты распределения элементов после МС смеси 4Ta + Zr в течение 10 мин

Fig. 2. Elemental distribution maps after MA of the 4Ta + Zr mixture for 10 min

биметаллические слои, которые при многократных циклах их деформации, отрыва и разрушения образуют частицы с такой же структурой, как на рис. 1, б–г. При увеличении времени обработки покрытие и образующиеся при его разрушении частицы сплава становятся более гомогенными (рис. 2). На картах распределения элементов по сечению частиц видно, что при ВЭМО крупные частицы циркония и отколовшиеся от шаров стальные частицы не успевают полностью разрушиться в течение 10 мин. Намол железа из стальных мелющих шаров и барабана является негативной характеристикой ВЭМО и загрязняет продукт. Особенно интенсивно процессы разрушения частиц и их загрязнения железом происходят при ВЭМО в гексане в результате расклинивающего действия жидкости (эффект Ребиндера).

При времени механического сплавления до 5 мин полная гомогенизация сплава не достигалась, поэтому его увеличивали до 10–30 мин, но и в этом случае распределение элементов было недостаточно равномерным (см. рис. 2). Дальнейшее увеличение длительности обработки приводило к сильному загрязнению сплава Ta_4Zr железом, поэтому время МС ограничивали 30 мин.

Результаты рентгенофазового анализа биметаллических порошков

На рис. 3 показаны дифрактограммы порошков на разных стадиях механического сплавления. Используемый порошок циркония содержит некоторое количество гидроксида циркония, обусловленное гидридно-кальциевым способом его получения. При

МС он разлагается с выделением водорода, и его дифракционные пики, а также пики циркония исчезают уже после 3 мин МС. Это может быть связано как с измельчением кристаллитов циркония, так и с его растворением в тантале.

Как показано на рис. 2, полного растворения циркония не происходит даже после 10 мин обработки, к тому же растворимости Zr и Ta друг в друге весьма

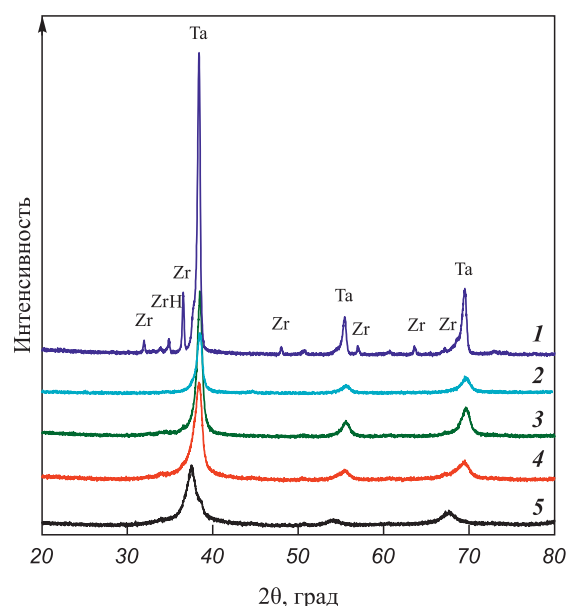


Рис. 3. Дифрактограммы порошков после различной длительности МС

τ_{MC} , мин: 0 (1), 3 (2), 10 (3), 20 (4) и 30 (5)

Fig. 3. XRD patterns of powders after different durations of MA
 τ_{MA} , min: 0 (1), 3 (2), 10 (3), 20 (4) and 30 (5)

ограниченны [6]. Поэтому наиболее вероятной причиной исчезновения пиков является интенсивная пластическая деформация циркония, приводящая к измельчению кристаллитов (областей когерентного рассеяния) и размытию дифракционных пиков. После 30 мин МС на дифрактограмме видны 3 сильно уширенных пика, характерных для ОЦК-структуры. Несимметричная форма наиболее интенсивного пика позволяет предположить существование двух фаз с близкими межплоскостными расстояниями. Такая дифракционная картина может указывать на сосуществование двух твердых растворов с ОЦК-структурой на основе Та.

Нагрев биметаллических порошков и воспламенение их смесей с сажей

На рис. 4 показаны термограммы первичного и повторного нагревов образцов из исходных смесей $4Ta + Zr$ (кр. 1a и 1b), биметаллических частиц Ta_4Zr , полученных при МС в течение 10 и 30 мин (кр. 2a, 2b и 3a, 3b соответственно), и смеси $Ta_4Zr + 5C$ (кр. 4a, 4b). Перегибы на термограммах в области температур от 700 до 900 °С (кр. 3) связаны с фазовым $\alpha \rightarrow \beta$ -переходом в цирконии. Тантал понижает его температуру с 863 до 800–875 °С [22; 23]. Согласно диаграмме фазового состояния системы $Zr-Fe$ растворение в тантале более 4 ат. % железа также приводит к понижению температуры $\alpha \rightarrow \beta$ -перехода в цирконии до 785 °С [22]. Увеличение времени МС до 30 мин

приводит к более явному проявлению фазового перехода при нагреве порошков. Выше температуры фазового перехода наблюдается экзотермический эффект. Тепловыделение пропорционально площади под кривой Δt , представляющей разность температур при первичном и повторном нагревах смесей (кр. 1c–4c). Экзотермический эффект возрастает с увеличением длительности МС и обусловлен, по-видимому, взаимодействием сплава Ta_4Zr с намототым железом. При воспламенении и горении эта реакция вносит небольшой вклад в тепловыделение. Так, например, энтальпия образования Zr_3Fe ($\Delta H(298,15) = -13,51$ кДж/моль) [6] на порядок меньше таковой в случае карбидов ZrC ($\Delta H(298,15) = -207,1$ кДж/моль) и TaC ($\Delta H(298,15) = -141,8$ кДж/моль) [24]. Это подтверждают приведенные для сравнения кривые нагрева смеси $Ta_4Zr + 5C$ (см. рис. 4, кр. 4a, 4b, 4c).

На рис. 5 представлены результаты исследования влияния нагрева и теплового взрыва на фазовый состав порошков. Кривые 1, 2 соответствуют твердому раствору с ОЦК-структурой, а кривая 3 – соединению Ta_4ZrC_5 с ГЦК-структурой. В процессе нагрева образцов из смеси $Ta_4Zr + 5C$ до температуры воспламенения происходит упорядочение структуры сплава. Это видно по уменьшению ширины рефлексов и их сдвигу на дифрактограмме биметаллических частиц Ta_4Zr после их кратковременного нагрева в аргоне (см. кр. 2 на рис. 5). При их реакции с углеродом формируется сплав, близкий по составу к Ta_4ZrC_5 , но

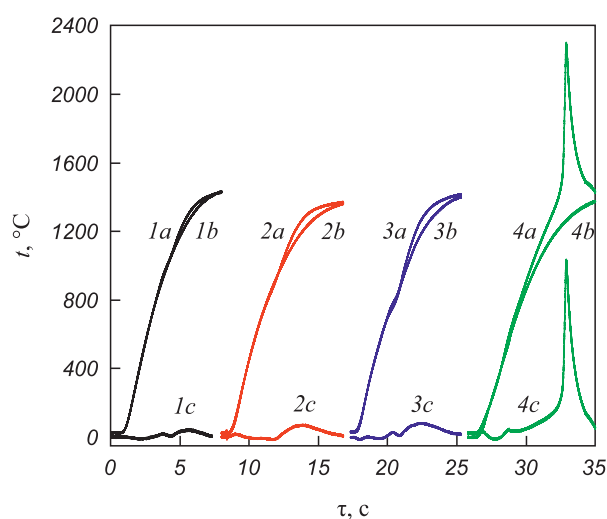


Рис. 4. Термограммы нагрева исходной смеси $4Ta + Zr$ (1a), биметаллических частиц Ta_4Zr после 10 мин МС (2a) и 30 мин МС (3a), а также смеси $Ta_4Zr + 5C$ (4a) 1b–4b – повторный нагрев; 1c–4c – разность температур (Δt)

Fig. 4. Thermograms of heating of the initial $4Ta + Zr$ mixture (1a), Ta_4Zr bimetallic particles after 10 min of MA (2a) and 30 min of MA (3a), and the $Ta_4Zr + 5C$ mixture (4a) 1b–4b – repeated heating; 1c–4c – temperature difference (Δt)

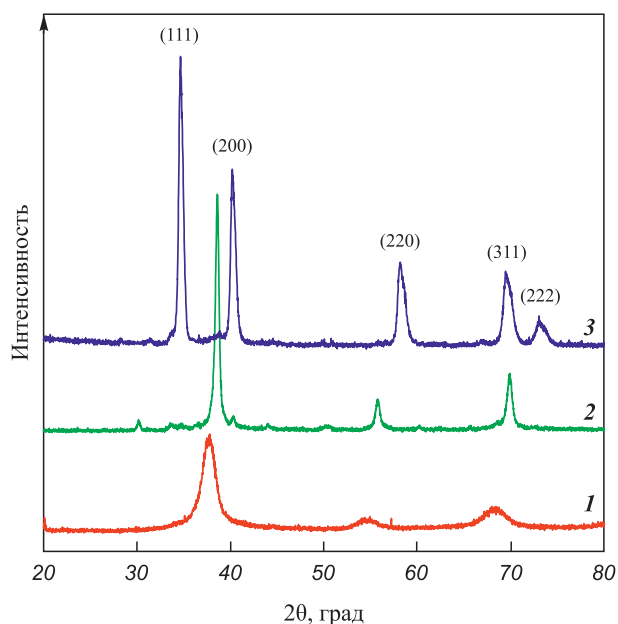


Рис. 5. Дифрактограммы биметаллического порошка после 30 мин МС (1), нагрева до 1400 °С в течение 10 с (2) и продуктов теплового взрыва (3)

Fig. 5. XRD patterns of bimetallic powder after 30 min of MA (1), heating to 1400 °C for 10 s (2), and thermal explosion products (3)

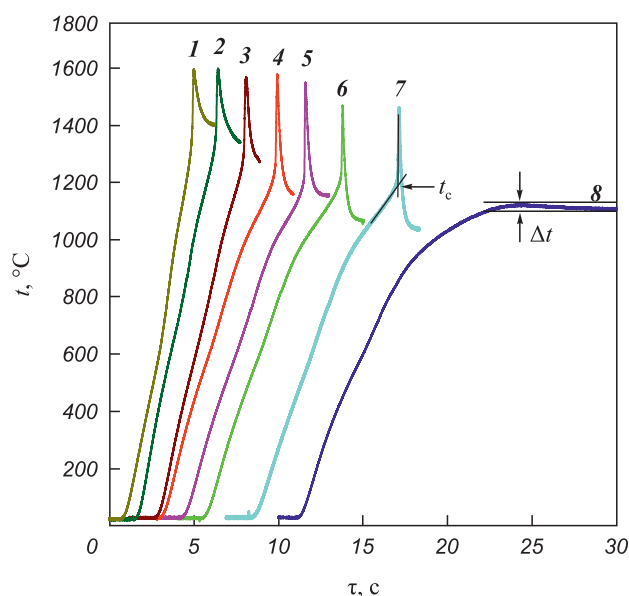


Рис. 6. Термограммы воспламенения образцов из смеси $Ta_4Zr + 5C$ при изменении средней начальной скорости нагрева
 v , °C/s: 277 (1), 275 (2), 260 (3), 205 (4), 195 (5), 190 (6), 185 (7), 180 (8)

Fig. 6. Thermograms of ignition of $Ta_4Zr + 5C$ mixtures at different average initial heating rates
 v , °C/s: 277 (1), 275 (2), 260 (3), 205 (4), 195 (5), 190 (6), 185 (7), 180 (8)

в некоторых экспериментах на уровне фона на дифрактограммах наблюдались следы Ta и его карбида Ta_2C . Это связано с неполной гомогенизацией сплава Ta_4Zr при длительности ВЭМО менее 60 мин.

На рис. 6 показаны термограммы нагрева смесей биметаллических частиц Ta_4Zr ($\tau_{MC} = 5$ мин) с сажей при различных скоростях нагрева (v). При температурах до 1100 °C наблюдается разогрев, не приводящий к воспламенению (рис. 6, кр. 8). Критической температурой воспламенения (t_c) соответствует точка пересечения касательных к участкам нагрева образца и резкого роста температуры. Критическая температура воспламенения зависит от длительности МС и времени смешения биметаллических порошков с сажей и может изменяться в пределах 900–1250 °C. При увеличении скорости нагрева величина t_c растет (рис. 7).

Как показывают эксперименты, температура воспламенения смеси значительно ниже температур плавления циркония (1852 °C) и сплава Ta_4Zr (1855–2600 °C) в зависимости от степени гомогенности [14]. Расчеты для тройной системы, проведенные в работе [7], также показали, что жидкая фаза появляется только при температурах выше 1800 °C. Разогрев смесей порошков $Ta_4Zr + 5C$, наблюдающийся при 900–1100 °C, и их воспламенение показывают, что реакция начинается в твердой фазе. Расчетные адиабатические температуры горения по

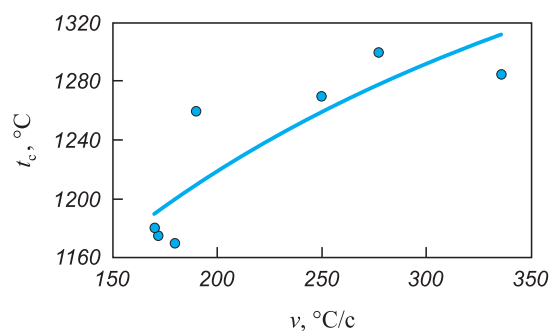


Рис. 7. Зависимость критической температуры воспламенения смесей $Ta_4Zr + 5C$ от скорости нагрева образцов

Fig. 7. Dependence of the critical ignition temperature of $Ta_4Zr + 5C$ mixtures on the heating rate

программе Thermo [25] в ходе протекания реакции $4Ta + Zr + 5C = 4TaC + ZrC$ при начальных температурах 25 и 900 °C составляют 2640 и 3180 °C соответственно. Таким образом, при тепловом взрыве и в волне горения достигается температура плавления биметаллических частиц, и реакция происходит при переносе реагентов через жидкую фазу.

Рентгеноструктурный анализ продуктов теплового взрыва показывает образование однофазного двойного карбида с гранецентрированной кубической структурой (кр. 3 на рис. 5).

Высокотемпературное взаимодействие расплава Ta_4Zr с углеродом

Изучение механизма высокотемпературных процессов затруднено из-за высокой скорости процессов, протекающих в волне горения. Для исследования взаимодействия расплава Ta_4Zr с углеродом были проведены модельные эксперименты. Для этого на подложку из графита или стеклоуглерода помещали частицы Ta_4Zr и Ta, нагревали до температуры плавления тантала и выдерживали в течение 10–30 с. Плавление тантала марки ТВЧ (температура плавления 2996 °C) служило реперной точкой для оценки температуры подложки. Отметим, что, по данным ЭДА, имеющиеся в исходных частицах примеси железа после нагрева отсутствовали, что объясняется его испарением.

Характер взаимодействия частиц с подложкой зависит от их размера. Мелкие ($d < 10$ мкм) частицы под действием сил поверхностного натяжения не растекаются, а, растворяя в себе углерод, погружаются в подложку (рис. 8). Это связано с соотношением времени растекания частицы (τ_s) и длительности ее науглероживания (τ_d). Для мелких частиц $\tau_s > \tau_d$, для крупных — $\tau_s < \tau_d$. Критическое время растекания определяется соотношением $\tau_s \sim R^2/D$,

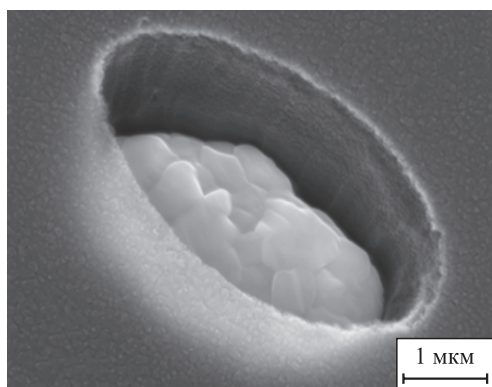


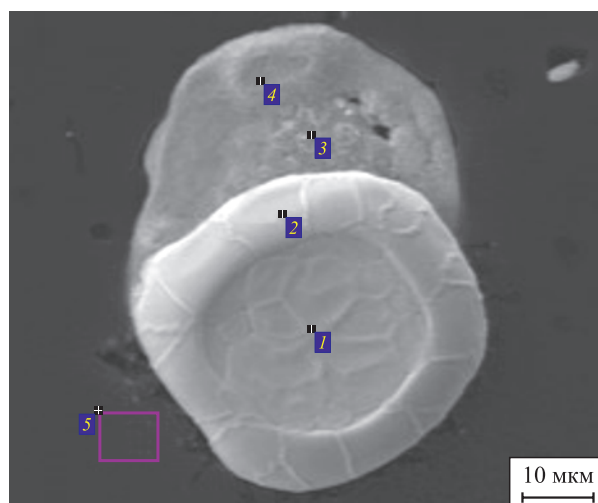
Рис. 8. Фотография частицы Ta_4Zr , погружившейся при расплавлении в подложку из стеклоглерода

Fig. 8. Photograph of a Ta_4Zr particle that penetrated into a glassy carbon substrate upon melting

где R – радиус частицы, D – коэффициент диффузии углерода в расплаве [26].

Плавление частиц начинается в области их касания с горячей подложкой. Поэтому при плавлении и растекании частиц размером более 10 мкм реакция начинается в центре пятна с образованием кольцевой структуры, имеющей форму кратера (рис. 9).

Образующаяся капля, как правило, движется по поверхности подложки, оставляя на ней след. Характерными особенностями формирующихся в последнем случае структур являются пониженная концентрация циркония на поверхности растекшейся капли и его повышенная концентрация в отпечатке. Образование такой структуры связано, по-видимому, с более высокой диффузионной подвижностью атомов



Спектр	Содержание, ат. %			
	C	Zr	Ta	Σ
1	9,6	3,3	87,1	100,0
2	35,7	1,7	62,6	100,0
3	15,6	16,6	67,8	100,0
4	11,3	10,4	78,3	100,0
5	98,1	1,2	0,7	100,0

Рис. 9. Фотография расплавленной частицы Ta_4Zr и результаты ее элементного анализа

Fig. 9. Photograph of a molten Ta_4Zr particle and results of its elemental analysis

циркония в расплаве и его сродством по отношению к углероду. В некоторых случаях практически весь цирконий диффундирует в подложку (рис. 10), при этом структуры областей с концентрацией циркония, близкой к исходной, и обедненных цирконием, существ-

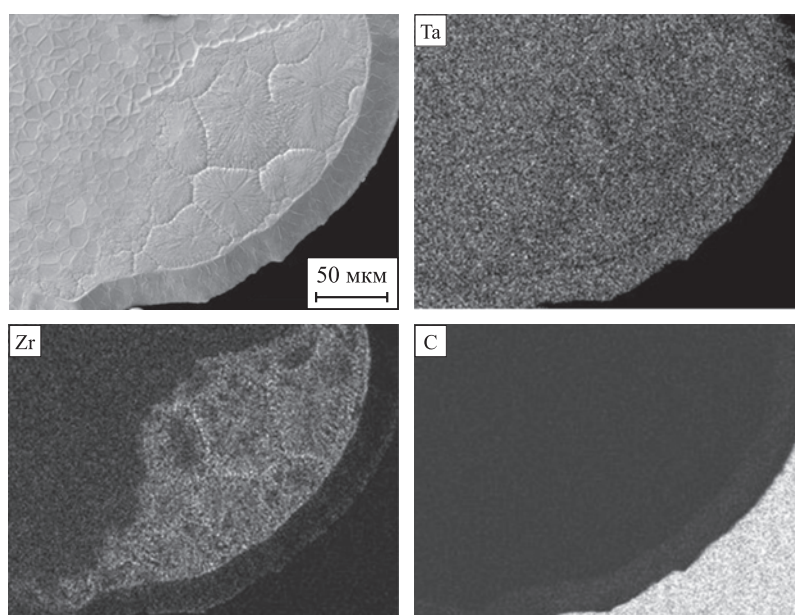


Рис. 10. Карты распределения элементов в расплавленной частице

Fig. 10. Elemental distribution map of a molten particle

венно отличаются. Обращают на себя внимание также края кратера с высоким содержанием углерода.

Выводы

Проведено экспериментальное исследование формирования ультратугоплавкого карбида Ta_4ZrC_5 методом механического сплавления в планетарной мельнице с последующим синтезом в режиме теплового взрыва. Проведены эксперименты, моделирующие процессы, протекающие при воспламенении и горении в зоне высокой температуры. Полученные данные о формировании биметаллических частиц, воспламенении их смесей с сажей и высокотемпературном взаимодействии с углеродом позволяют расширить понимание механизма синтеза ультратугоплавких карбидов и керамических материалов на их основе для применения в условиях высоких температур и сделать следующие выводы.

1. Высокоэнергетическая обработка смесей порошков $4Ta + Zr$ в планетарной мельнице позволяет получить твердые растворы с ОЦК-структурой в качестве исходных реагентов для последующего синтеза. Полученный после механического сплавления порошок состоит из биметаллических частиц с характерной слоистой («композиционной») структурой.

2. Смесей биметаллических порошков с углеродом (сажей) при нагреве в атмосфере аргона самовоспламеняются при температурах 900–1250 °C, зависящих от условий нагрева. Так как они ниже точки плавления биметаллических частиц, инициатором самоподдерживающейся реакции служит твердофазное взаимодействие.

3. В результате выделения тепла от экзотермической реакции биметаллов с углеродом температура резко возрастает и превышает температуру плавления металлов. Образование конечного продукта происходит в результате взаимодействия металлического расплава с углеродом.

4. Продуктом синтеза в режиме теплового взрыва является ультратугоплавкий карбид Ta_4ZrC_5 .

5. Модельные высокотемпературные эксперименты, проведенные в системе «расплавленные биметаллические частицы Ta_4Zr – углерод», показали, что в зависимости от размера частиц Ta_4Zr наблюдаются два механизма взаимодействия: крупные частицы растекаются по поверхности углеродной подложки с преимущественной диффузией циркония в подложку, а в мелкие частицы преимущественно диффундирует углерод.

Список литературы / References

1. Andrievskii R.A., Strel'nikova N.S., Poltoratskii N.I., Kharkhardin E.D., Smirnov V.S. Melting point in systems

$ZrC-HfC$, $TaC-ZrC$, $TaC-HfC$. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 1967;(6):65–67.

<https://doi.org/10.1007/BF00773385>

2. Гусев А.И. Диаграммы состояния псевдобинарных карбидных систем $TiC-NbC$, $TiC-TaC$, $ZrC-NbC$, $ZrC-TaC$ и $HfC-TaC$. *Журнал физической химии*. 1985; 59(3):579–584.

Gusev A.I. Phase diagrams of the pseudo-binary $TiC-NbC$, $TiC-TaC$, $ZrC-NbC$, $ZrC-TaC$, and $HfC-TaC$ carbide systems. *Russian Journal of Physical Chemistry A*. 1985;59:336–340.

3. Fan Z., Zhilin T., Bin L. Research progress on carbide ultra-high temperature ceramic anti-ablation coatings for thermal protection system. *Journal of Inorganic Materials*. 2025; 40(1):1–16.

<https://doi.org/10.15541/jim20240317>

4. Farhadizadeh A., Ghomi H. Mechanical, structural, and thermodynamic properties of $TaC-ZrC$ ultra-high temperature ceramics using first principle methods. *Materials Research Express*. 2020;7(3):1-10.

<https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab79d2>

5. Wang Y., Wen B., Jiao X., Li Y., Chen L., Wang Y., Dai F.-Z.. The highest melting point material: Searched by Bayesian global optimization with deep potential molecular dynamics. *Journal of Advanced Ceramics*. 2023;12(4):803–814.

<https://doi.org/10.26599/JAC.2023.9220721>

6. Guillermet A.F. Phase diagram and thermochemical properties of the $Zr-Ta$ system. An assessment based on Gibbs energy modeling. *Journal of Alloys and Compounds*. 1995;226(1–2):174–184.

[https://doi.org/10.1016/0925-8388\(95\)01582-5](https://doi.org/10.1016/0925-8388(95)01582-5)

7. Zhou P., Peng Y., Du Y., Wang S., Wen G., Xie W., Chang K. A thermodynamic description of the $C-Ta-Zr$ system. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2013;41:408–415.

<https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2013.05.015>

8. Zhang S., Liu S., Yan D., Yu Q., Ren H., Yu B., Li D. Structural stability, hardness, fracture toughness and melting points of $Ta_{1-x}Hf_xC$ and $Ta_{1-x}Zr_xC$ ceramics from first-principles. *Research Square*. 25 March 2020, PREPRINT.

<https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-19083/v1>

9. Vorotilo S., Sidnov K., Mosyagin I. Yu., Khvan A.V., Levashov E.A., Patsera E.I., Abrikosov I.A. *Ab-initio* modeling and experimental investigation of properties of ultra-high temperature solid solutions $Ta_xZr_{1-x}C$. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019;778:480–486.

<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.219>

10. Курбаткина В.В., Пацера Е.И., Левашов Е.А., Воротыло С.А., Тимофеев А.Н. Влияние схемы и условий механического активирования на карбидообразование в СВС-системе $Ta-Zr-C$. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2016;2:30–40.

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2016-2-30-40>

Kurbatkina V.V., Patsera E.I., Levashov E.A., Vorotilo S.A., Timofeev A.N. Impact of mechanical activation pattern and conditions on carbide formation in $Ta-Zr-C$ SHS system. *Powder Metallurgy and Functional Coa-*

- tings. 2016;(2):30–40. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2016-2-30-40>
11. Kurbatkina V.V., Patsera E.I., Vorotilo S., Levashov E.A., Timofeev A.N. Conditions for fabricating single-phase (Ta,Zr)C carbide by SHS from mechanically activated reaction mixtures. *Ceramic International Journal*. 2016;42(15):16491–16498.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.06.207>
 12. Patsera E.I., Levashov E.A., Kurbatkina V.V., Kovalyev D.Yu. Production of ultra-high temperature carbide (Ta,Zr)C by self-propagating high-temperature synthesis of mechanically activated mixtures. *Ceramic International Journal*. 2015;41(7):8885–8893.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.03.146>
 13. Demirskyi D., Nishimura T., Suzuki T.S., Yoshimi K., Vasylykiv O. Consolidation and high-temperature properties of ceramics in the TaC–NbC system. *Journal of the American Ceramic Society*. 2022;105:7567–7581.
<https://doi.org/10.1111/jace.18660>
 14. Demirskyi D., Suzuki T.S., Yoshimi K., Vasylykiv O. Synthesis and high-temperature properties of medium-entropy (Ti,Ta,Zr,Nb)C using the spark plasma consolidation of carbide powders. *Open Ceramics*. 2020;2:100015.
<https://doi.org/10.1016/J.OCERAM.2020.100015>
 15. Demirskyi D., Borodianska H., Suzuki T.S., Sakka Y., Yoshimi K., Vasylykiv O. High-temperature flexural strength performance of ternary high-entropy carbide consolidated via spark plasma sintering of TaC, ZrC and NbC. *Scripta Materialia*. 2019;164:2–16.
<https://doi.org/10.1016/J.SCRIPTAMAT.2019.01.024>
 16. Stacy J., Hilmas G., Watts J., Taylor B., Rosales J. Spark plasma sintering of (Zr,Nb)C ceramics. *Journal of Alloys and Compounds*. 2025;1013:178630.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2025.178630>
 17. Wang X.G., Liu J.X., Kan Y.M., Zhang G.J. Effect of solid solution formation on densification of hot-pressed ZrC ceramics with MC (M = V, Nb, and Ta) additions. *Journal of the European Ceramic Society*. 2012;32:1795–1802.
<https://doi.org/10.1016/J.JEURCERAMSOC.2011.10.045>
 18. Orrù R., Cao G. Comparison of reactive and non-reactive spark plasma sintering routes for the fabrication of monolithic and composite ultra high temperature ceramics (UHTC) materials. *Materials*. 2013;6(5):1566–1583.
<https://doi.org/10.3390/ma6051566>
 19. Щербakov В.А., Грядунев А.Н., Вадченко С.Г., Алымов М.И. Экзотермический синтез и консолидация однофазного ультратугоплавкого композита Ta₄ZrC₅. *Доклады РАН*. 2019;488(2):153–156.
<https://doi.org/10.31857/S0869-56524882153-156>
 20. Вадченко С.Г. Период индукции теплового взрыва в смесях порошков титана и алюминия. *Физика горения и взрыва*. 2023;(4):60–70.
Vadchenko S.G. Induction period of a thermal explosion in titanium and aluminum powder mixtures. *Combustion, Explosion, and Shock Waves*. 2023;59(4):447–456.
<https://doi.org/10.1134/S0012500819090027>
 21. Vadchenko S.G., Shchukin A.S., Sytshev A.E., Boyarchenko O.D. Peculiarities of structure formation in Ni–C, Al–C, and Ni–Al–C systems at high-temperature heating. *Inorganic Materials: Applied Research*. 2022;13(1):1–6.
<https://doi.org/10.1134/S2075113322010385>
 22. Okamoto H. Desk Edition: Phase diagram for binary alloys. 2nd ed. ASM International. 900 p.
 23. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник. В 3 т. Т. 3, кн. 2. Под общ. ред. Н.П. Лякишева. М: Машиностроение, 2000. 448 с.
 24. Аристова Н.М., Белов Г.В. Термодинамические свойства карбида циркония ZrC_{0.95–0.99} в конденсированном состоянии. *Теплофизика высоких температур*. 2022;60(1):23–32.
<https://doi.org/10.31857/S004036442201001X>
 25. Shiryayev A. Program for thermodynamics equilibrium calculations “Thermo”. <http://www.ism.ac.ru/thermo>
 26. Вадченко С.Г., Григорьев Ю.М., Мержанов А.Г. Исследование механизма воспламенения и горения систем Ti + C, Zr + C электротермографическим методом. *Физика горения и взрыва*. 1976;12(5):676–682.
Vadchenko S.G., Grigoriev Yu.M., Merzhanov A.G. Study of the ignition and combustion mechanism of Ti + C, Zr + C systems by the electrothermographic method. *Fizika goreniya i vzryva*. 1976;12(5):676–682. (In Russ.).

Сведения об авторах



Information about the Authors

Сергей Георгиевич Вадченко – к.ф.-м.н., вед. науч. сотрудник лаборатории динамики микрогетерогенных процессов, Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук (ИСМАН)
 ORCID: 0000-0002-2360-2114
 E-mail: vadchenko@ism.ac.ru

Александр Сергеевич Рогачев – д.ф.-м.н., гл. науч. сотрудник, профессор, зав. лабораторией динамики микрогетерогенных процессов, ИСМАН
 ORCID: 0000-0003-1554-0803
 E-mail: rogachev@ism.ac.ru

Sergei G. Vadchenko – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Leading Researcher, Microheterogenic Process Dynamics Laboratory, Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science of the Russian Academy of Sciences (ISMAN)
 ORCID: 0000-0002-2360-2114
 E-mail: vadchenko@ism.ac.ru

Aleksander S. Rogachev – Dr. Sci. (Phys.-Math.), Professor, Senior Researcher, Head of the Microheterogenic Process Dynamics Laboratory, ISMAN
 ORCID: 0000-0003-1554-0803
 E-mail: rogachev@ism.ac.ru

Михаил Иванович Алымов – д.т.н., профессор, чл. корр. РАН, директор ИСМАН
 **ORCID:** 0000-0001-6147-5753
 **E-mail:** director@ism.ac.ru

Mikhail I. Alymov – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Corresponding Member of Russian Academy of Sciences, Director of ISMAN
 **ORCID:** 0000-0001-6147-5753
 **E-mail:** director@ism.ac.ru

Вклад авторов



Contribution of the Authors

С. Г. Вадченко – подготовка и проведение эксперимента, подготовка текста, формулировка выводов.
А. С. Рогачев – научное руководство, формирование основной концепции, корректировка текста, корректировка выводов.
М. И. Алымов – постановка цели и задачи исследования, корректировка текста, корректировка выводов.

S. G. Vadchenko – preparation and conduct of the experiment, preparing the text, formulating conclusions.
A. S. Rogachev – scientific guidance, the formation of the main concept, text correction, correction of conclusions.
M. I. Alymov – setting the goal and objectives of the study, text correction, correction of conclusions.

Статья поступила 15.05.2025 г.
Доработана 16.06.2025 г.
Принята к публикации 20.06.2025 г.

Received 15.05.2025
Revised 16.06.2025
Accepted 20.06.2025



УДК 666-492.2: 620.193: 549.6

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-50-59>Научная статья
Research article

Влияние морфологии керамических порошков $ZrO_2-Y_2O_3$, используемых в теплозащитных покрытиях, на стойкость к силикатным отложениям

С. А. Оглезнева , В. Б. Кульметьева, А. А. Сметкин, А. Е. МалышевПермский национальный исследовательский политехнический университет
Россия, 614990, г. Пермь, Комсомольский пр-т, 29 svetlana.iron@yandex.ru

Аннотация. Коррозия теплозащитных покрытий деталей газотурбинных двигателей, выполненных из жаропрочных сплавов, обусловленная взаимодействием с расплавленными силикатными отложениями (CMAS), снижает их устойчивость к высоким температурам и приводит к преждевременным отказам в эксплуатации. Проблема стойкости к CMAS покрытий с внешним керамическим слоем из диоксида циркония, стабилизированного иттрием, остается весьма актуальной, и ее решение имеет важное практическое применение. Объектом изучения в настоящей работе являлись керамические материалы на основе диоксида циркония, используемые для нанесения теплозащитных покрытий. Исследовано взаимодействие керамических покрытий с силикатными отложениями при температурах до 1300 °С. С помощью сканирующей электронной микроскопии, энергодисперсионной спектроскопии, дериватографии и рентгеноструктурного анализа выполнены исследования взаимодействия CMAS с керамикой YSZ на модельных образцах из порошков марок Z7Y10-80A, Zr7Y20-60 и Metco 204NS различной морфологии. Установлен механизм взаимодействия CMAS и YSZ при $t = 1200 \div 1300$ °С. Показано, что характер и интенсивность взаимодействия существенно зависят от строения и морфологии частиц керамики. Плотная структура частиц керамики на основе порошков Z7Y10-80A и Metco 204NS снижает проникновение CMAS в отличие от Zr7Y20-60 с более пористой структурой частиц. Установлено, что характер взаимодействия между CMAS и YSZ един для всех исследуемых керамик и происходит по механизму растворения–осаждения оксида циркония в расплаве стекла. Показано, что с ростом температуры происходит изменение степени тетрагональности оксида циркония, обусловленное снижением содержания иттрия из-за его диффузии в стекло. Это может привести к полиморфной трансформации диоксида циркония с увеличением объема, последующим растрескиванием и отслоением теплозащитного покрытия.

Ключевые слова: газотурбинный двигатель, теплозащитные покрытия, керамический слой, оксид циркония, силикатные отложения, морфология порошков

Для цитирования: Оглезнева С.А., Кульметьева В.Б., Сметкин А.А., Малышев А.Е. Влияние морфологии керамических порошков $ZrO_2-Y_2O_3$, используемых в теплозащитных покрытиях, на стойкость к силикатным отложениям. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2025;19(4):50–59. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-50-59>

Effect of $\text{ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ powder morphology on CMAS resistance of thermal barrier coatings

S. A. Oglezneva , V. B. Kulmetyeva, A. A. Smetkin, A. E. Malyshev

Perm National Research Polytechnic University
29 Komsomolskiy Prosp., Perm 614990, Russia

 svetlana.iron@yandex.ru

Abstract. Corrosion of thermal barrier coatings on gas turbine engine components made of heat-resistant alloys, caused by interaction with molten silicate deposits (CMAS), reduces their high-temperature stability and leads to premature failure during service. The problem of CMAS resistance in coatings with an outer ceramic layer of yttria-stabilized zirconia (YSZ) remains highly relevant, and its solution has important practical implications. The present study focused on zirconia-based ceramic materials used for the deposition of thermal barrier coatings. The interaction of ceramic coatings with silicate deposits was investigated at temperatures up to 1300 °C. Scanning electron microscopy, energy-dispersive spectroscopy, thermogravimetric/differential thermal analysis, and X-ray diffraction were employed to study the interaction of CMAS with YSZ on model samples prepared from powders of grades Z7Y10-80A, Zr7Y20-60, and Metco 204NS with different morphologies. The interaction mechanism between CMAS and YSZ at 1200–1300 °C was established. It was shown that the nature and intensity of the interaction strongly depend on the structure and morphology of the ceramic particles. The dense particle structure of ceramics based on Z7Y10-80A and Metco 204NS powders reduces CMAS penetration, in contrast to Zr7Y20-60 powders with a more porous particle structure. The interaction mechanism between CMAS and YSZ was found to be the same for all ceramics studied and occurs through dissolution–precipitation of zirconia in the glass melt. It was demonstrated that with increasing temperature, the degree of zirconia tetragonality changes due to the reduction of yttrium content caused by its diffusion into the glass. This can lead to a polymorphic transformation of zirconia accompanied by volume expansion, followed by cracking and spallation of the thermal barrier coating.

Keywords: gas turbine engine, thermal barrier coatings, ceramic layer, zirconia, silicate deposits, powder morphology

For citation: Oglezneva S.A., Kulmetyeva V.B., Smetkin A.A., Malyshev A.E. Effect of $\text{ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ powder morphology on CMAS resistance of thermal barrier coatings. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(4):50–59.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-50-59>

Введение

Эффективность работы газотурбинных двигателей (ГТД) напрямую связана с температурой газа на входе в турбину высокого давления, превышающей 1200 °C [1; 2]. Высокие рабочие температуры обуславливают повышенные требования к защите деталей из жаропрочных сплавов, используемых в ГТД. Теплозащитные покрытия (ТЗП), наносимые на турбинные рабочие и сопловые лопатки, и также элементы камеры сгорания, обеспечивают снижение температуры на 100 °C [3–6].

Современные ТЗП состоят из внешнего керамического слоя и металлического связующего жаростойкого подслоя на никелевой основе. Внешний керамический слой должен обладать целым комплексом высокотемпературных свойств – минимальным коэффициентом теплопроводности в области рабочих температур, высокой устойчивостью к тепловому удару, фазовой и структурной стабильностью, высокими коэффициентом теплового расширения и адгезией к жаростойкому слою ТЗП [7–10]. В промышленном производстве авиационного двигателестроения в настоящее время в качестве внешнего керамического слоя используется диоксид циркония, стабили-

зированный оксидом иттрия (YSZ). Этот материал обладает низкой теплопроводностью (2,3 Вт/(м²·К) при $t = 1000$ °C) для плотного материала, высокими температурой плавления (2680 °C) и коэффициентом термического расширения ($11 \cdot 10^{-6}$ К⁻¹ при $t \sim 1000$ °C) [5; 11].

Следует отметить, что покрытия из YSZ подвержены отказам, которые подразделяются на внутренние и внешние. Примером внутренних является образование дефектов из-за фазового превращения или чрезмерного температурного градиента, возникающего во время спекания [12]. Внешние отказы обычно связаны с повреждением ТЗП из-за эрозии, возникающей в результате попадания твердых, достаточно мелких (<75 мкм) частиц из окружающей среды и повреждения посторонними предметами. Мелкие частицы, как правило, попадают в ГТД из пылевых песчаных бурь и вулканического пепла, а также с взлетно-посадочных полос аэропортов, при этом уровень концентрации твердых частиц относительно высок и обычно составляет от 350 до 13 000 мкг/м³ [13].

Частицы проникают в зону компрессора низкого давления и в конечном итоге попадают в камеру сгорания. В условиях эксплуатации при высоких темпе-

ратурах они плавятся, разлагаются и осаждаются на поверхности деталей, что приводит к разрушению структуры и изменению химического состава ТЗП. Мелкие частицы в основном состоят из соединений $CaO-MgO-Al_2O_3-SiO_2$ (*Calcium-Magnesium-Alumina-Silicate* – *CMAS*). На сегодняшний день есть четкое представление об их негативном воздействии на элементы авиационных двигателей. Поэтому необходимо развитие исследований для получения данных о механизмах взаимодействия CMAS с покрытиями лопаток турбины высокого давления [14–16].

Для нанесения керамических верхних слоев ТЗП используются методы электронно-лучевого осаждения из газовой фазы (EB-PVD) и атмосферного плазменного напыления (APS). APS-технология хорошо зарекомендовала себя в качестве основной методики нанесения комплексных ТЗП за счет высокой производительности процесса, большого количества параметров, обеспечивающих гибкое регулирование процесса напыления, относительной дешевизны процесса и возможности использования большой номенклатуры порошковых материалов [17–21]. Подавая порошки с помощью транспортируемого газа в струю плазмы, можно управлять поровой структурой ТЗП. APS-технология обеспечивает гибкость в отношении формирования микроструктуры различных типов, особенно для керамических покрытий. Наиболее часто используют слоистый тип структуры с микро-трещинами и пористостью порядка 15 % [5; 8].

Структура покрытий по APS-технологии – либо пористая, либо плотная с вертикальными трещинами. В этом контексте характеристики порошков исходного сырья играют решающую роль в получении эффективных теплозащитных покрытий. Размер частиц порошков для процесса APS обычно составляет 10–100 мкм. Слишком крупные частицы, как правило, не расплавляются полностью, в то время как более мелкие частицы не попадают в плазму и остаются в более холодных областях, что приводит к недостаточному нагреву во время полета.

Морфология порошков существенно влияет на их технологические свойства и поведение в струе плазмы в ходе APS. Для достижения желаемых свойств и функциональности покрытий керамичес-

кие порошки из исходного сырья обрабатывают с использованием таких методов, как плавление и дробление, агломерация и спекание, агломерация и сфероидизация. В результате порошки могут обладать различной морфологией – осколочной, сферической и полый сферической [22–25].

Необходимо отметить, что проблема влияния морфологии частиц порошка на коррозионную стойкость к CMAS мало изучена и актуальна на сегодняшний день. В связи с этим цель нашей работы заключалась в исследовании эволюции структуры и фазового состава порошков различной морфологии, используемых для нанесения ТЗП, при высокотемпературном воздействии $CaO-MgO-Al_2O_3-SiO_2$ -расплава стекла. Результаты исследования позволят определить механизм изменения фазового состава стабилизированного диоксида циркония в исходных порошках и в дальнейшем провести подобные эксперименты на теплозащитных покрытиях.

Материалы и методы исследования

В качестве исходных материалов использовали порошки теплозащитных керамик на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия (YSZ):

– Z7Y10-80A (ООО «Т: СП», Россия) – агломерированный порошок осколочного типа, спеченный и измельченный;

– Zr7Y20-60 (ООО «Т-СФЕРА», Россия) – агломерированный и спеченный порошок сфероидальной формы;

– Metco 204NS (Oerlikon Metco, США) – полый сферический порошок, агломерированный и обработанный плазмой.

Гранулометрический состав керамических порошков YSZ определен методом лазерной дифракции (Analizette 22 NanoTech, Fritsch, ФРГ) и представлен в табл. 1.

Для проведения исследований, связанных с расплавом CMAS, получали стекло, химический состав которого, по данным рентгенфлуоресцентного анализа (спектрометр EDX-800HS, Shimadzu, Япония), содержал, мас. %: SiO_2 – 53,3, CaO – 30,4, Al_2O_3 – 10,7, MgO – 5,4. Стекло предварительно растапливали в яшмо-

Таблица 1. Гранулометрический состав керамических порошков YSZ

Table 1. Particle size distribution of YSZ ceramic powders

Марка порошка	Технология получения	Гранулометрический состав, мкм		
		d_{10}	d_{50}	d_{90}
Z7Y10-80A	Спеченный, измельченный	4,0	48,9	75,3
Zr7Y20-60	Агломерированный, спеченный	11,2	28,1	37,9
Metco 204NS	Агломерированный, обработанный плазмой (HOSP)	13,4	41,9	62,8

вой ступке и затем измельчали в планетарной мельнице в воде в течение 2 ч при скорости вращения 160 об/мин. Высушенный порошок протирали через сито. Полученное стекло по своему химическому составу приблизительно соответствовало стеклу из литературных источников [26–28]. Его состав, мас. %: SiO_2 – 48,5, CaO – 33,2, Al_2O_3 – 11,8, MgO – 6,5, отражает средний состав отложений на лопатках в эксплуатируемых авиационных двигателях. Синхронный термический анализ стекла, выполненный на установке ZCT-H (Jing Yi Gao Ke), показал, что эндотермический пик плавления начинается при $t = 1200^\circ\text{C}$ и достигает своего максимума при $t = 1244^\circ\text{C}$.

Для изучения инфильтрации CMAS и эволюции микроструктуры были изготовлены модельные образцы прессованием керамических порошков YSZ с последующим спеканием полученных прессовок. Для приготовления пресс-порошков использовали раствор 4 %-ного поливинилового спирта (ГОСТ 10779–78) в количестве 10 % от массы порошка. Он выступал в роли временной технологической связки при прессовании, которое проводили с помощью ручного гидравлического пресса (Carl Zeiss, Германия) при удельном давлении $1,5\text{ т/см}^2$. Спекание модельных образцов керамики YSZ осуществляли в печи НТ 64/17 (Nabertherm, Германия) при $t = 1700^\circ\text{C}$ с выдержкой $\tau = 2\text{ ч}$.

На поверхность полученных модельных образцов из порошков марок Z7Y10-80A, Zr7Y20-60 и Metco 204NS наносили суспензию порошка CMAS на основе этилового спирта в количестве 20 мг/см^2 . Высокотемпературные испытания образцов с нанесенными на поверхность суспензиями проводили также в электрической печи НТ 64/17 в атмосфере воздуха. Скорость ее нагрева – 10°C/мин , диапазон температурных испытаний составил $1200\text{--}1300^\circ\text{C}$ с выдержкой от 2 до 24 ч.

Для детального анализа высокотемпературных химических реакций между керамикой и CMAS готовили смеси порошков в соотношении 3:1. Смешивание проводили в этиловом спирте, высушивали и прессовали таблетки при давлении 50 МПа, которые затем изотермически обрабатывали при $t = 1200\text{--}1300^\circ\text{C}$ в течение 2 ч.

Структуру экспериментальных образцов изучали на поперечных шлифах с помощью СЭМ EM-30AX (Sохem Co. Ltd., Республика Корея) с интегрированным энергодисперсионным спектрометром. Исследования фазового состава и структурных параметров материалов выполняли на рентгеновском дифрактометре XRD-6000 (Shimadzu, Япония) с применением полнопрофильного анализа. Съемку дифрактограмм образцов осуществляли в интервале углов $2\theta = 20\text{--}90^\circ$ в CuK_α -излучении с шагом сканирования $0,02^\circ$ и экспозицией 2 с на точку. Качественный фазо-

вый анализ проводили в программе Crystallographica Search-Match (CSM) с использованием PDF-картотеки International Centre for Diffraction Data (ICDD).

Результаты и их обсуждение

Структура керамических порошков YSZ

Анализ гранулометрического состава (табл. 1) показал, что средний размер частиц порошков Z7Y10-80A и Metco 204NS близок и составляет $d_{50} = 48,9$ и $41,9\text{ мкм}$ соответственно. Однако в образце Z7Y10-80A присутствует наибольшее количество мелких частиц в сравнении с другими. Наименьший средний размер частиц $d_{50} = 28,1\text{ мкм}$ у порошка Zr7Y20-60.

СЭМ-изображения морфологии и поперечных сечений частиц порошков представлены на рис. 1. По морфометрическим параметрам образец Z7Y10-80A обладает осколочной формой,

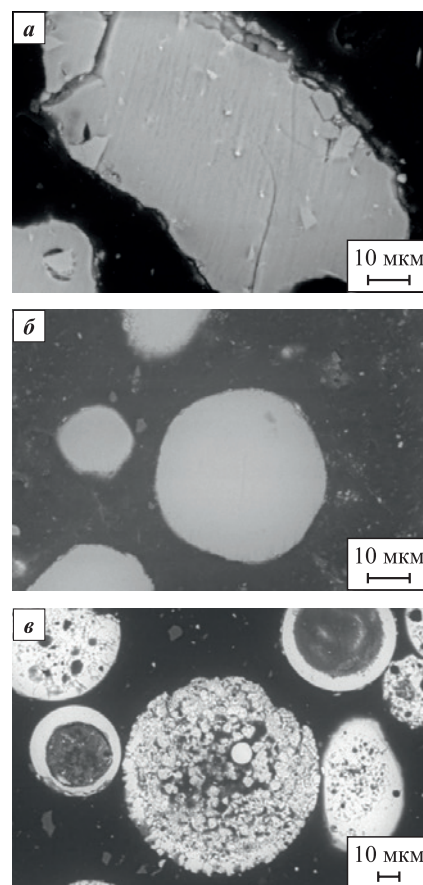


Рис. 1. СЭМ-изображения морфологии и поперечных сечений частиц керамических порошков Z7Y10-80A (а), Zr7Y20-60 (б) и Metco 204NS (в)

Fig. 1. SEM images of the morphology and cross sections of YSZ ceramic powder particles Z7Y10-80A (a), Zr7Y20-60 (b) and Metco 204NS (c)

Таблица 2. Структурные параметры порошков YSZ

Table 2. Structural parameters of YSZ powders

Марка порошка	Фазы	Параметры решетки, нм			Размер кристаллитов D , нм	Микроискажения решетки da/a , %
		a	b	c		
Z7Y10-80A	t	0,36142	0,36142	0,51706	21	0,14
Zr7Y20-60	t	0,36131	0,36131	0,51670	51	0,06
Metco 204NS	t	0,36143	0,36143	0,51580	200	0,01
	m	0,51617	0,52052	0,53221	65	0,05

Zr7Y20-60 – близкой к сферической, а Metco 204NS – полый сферической. Частицы всех образцов, за исключением Metco 204NS, обладают пористостью во всем объеме. Порошок Metco 204NS содержит как сферические полые частицы, так и неполые пористые, схожие по строению с остальными. При этом оболочка сфер наиболее плотная в сравнении с неплыми частицами.

Рентгеноструктурный анализ показал (рис. 2), что порошки Z7Y10-80A и Zr7Y20-60 состоят из тетрагональной фазы ZrO_2 пространственной группы $P4_2/nmc$ (137). Результаты полнопрофильного уточнения параметров структуры и фазового состава методом Ритвельда представлены в табл. 2. Параметры тетрагональной фазы практически совпадают с табличными данными (номер карточки в базе данных PDF № 80-2155). Порошок Metco 204NS состоит из тетрагональной фазы $P4_2/nmc$ (137) и моноклинной фазы $P2_1/c$ (14) в соотношении 79 и 21 % соответственно. Размеры кристаллитов наименьшие у порошка Z7Y10-80A и наибольшие у Metco 204NS. Оценка микроискажений da/a показала, что максимальные из них выявлены у порошка Z7Y10-80A, что обусловлено его механическим измельчением.

Рентгеноструктурный анализ модельных образцов, спеченных при $t = 1700$ °C, $\tau = 2$ ч, показал, что их фазовый состав не отличается от состава исходных порошков.

Механизм взаимодействия керамики YSZ с CMAS подробно изучен и освещен во многих публика-

циях [13; 15; 26; 27; 29–31]. Его суть заключается в том, что в расплаве CMAS происходит растворение YSZ с последующим переосаждением зерен ZrO_2 с различными полиморфными формами и составом, исходя из локального химического состава расплава. Ионы Y^{3+} обладают высокой растворимостью в CMAS по сравнению с ионами Zr^{4+} и поэтому легко диффундируют в расплав, тем самым обедняя диоксид циркония. Это вызывает переход в YSZ из тетрагональной фазы в моноклинную.

Взаимодействие образца Z7Y10-80A с CMAS

Взаимодействие CMAS с керамическими порошками начинается при температурах ниже температуры плавления стекла за счет формирования эвтектики в системе $SiO_2-CaO-Al_2O_3$ [29; 32]. Поэтому независимо от морфологии частиц взаимодействие со стеклом протекает уже при $t = 1200$ °C.

Выше показано, что частицы порошка Z7Y10-80A (рис. 1, а) обладают плотной структурой, которая обусловлена технологией получения, что оказывает влияние на характер взаимодействия частиц керамики с CMAS, которое наблюдается только в приповерхностном слое толщиной не более 2 мкм. При этом преимущественно сохраняется плотная структура частиц (рис. 3, а). Увеличение температуры испытаний до 1300 °C приводит к развитию механизмов растворения/осаждения YSZ, обуславливающих разрыхление структуры частиц (рис. 3, б). Расплав стекла из межчастичного пространства проникает во внутренний объем частиц, что вызывает исчезновение границ между ними.

Поскольку чувствительность PCA в оценке изменений фазового состава керамики при взаимодействии с CMAS невысокая в случае нанесения стекла на поверхность образца Z7Y10-80A, были изготовлены дополнительно образцы смесей Z7Y10-80A:CMAS в соотношении 3:1. Далее их выдерживали на воздухе при $t = 1200, 1250, 1300$ °C в течение 2 ч. Это позволило наиболее точно проанализировать механизмы взаимодействия CMAS с керамикой Z7Y10-80A.

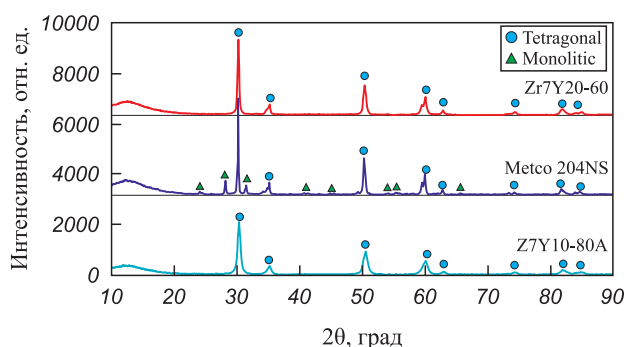


Рис. 2. Дифрактограммы исходных порошков YSZ

Fig. 2. XRD patterns of YSZ powders

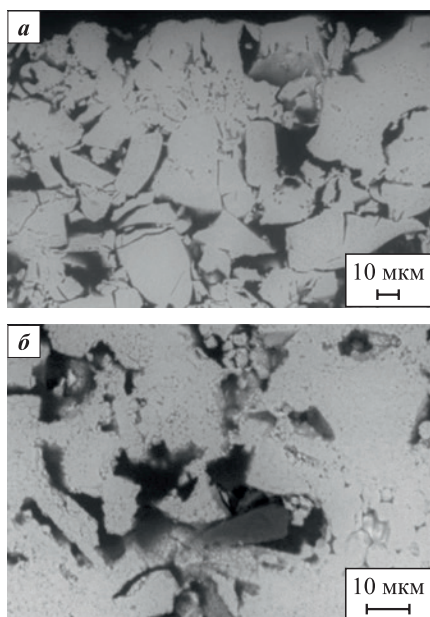


Рис. 3. СЭМ-изображения образцов Z7Y10-80A после взаимодействия с CMAS

при $t = 1200\text{ °C}$, $\tau = 2\text{ ч}$ (а), $t = 1300\text{ °C}$, $\tau = 12\text{ ч}$ (б)

Fig. 3. SEM images of Z7Y10-80A samples after interaction with CMAS

at 1200 °C for 2 h (a) and 1300 °C for 12 h (b)

На рис. 4 представлены дифрактограммы образцов Z7Y10-80A:CMAS после испытаний при вышеуказанных температурах. Введение в ZrO_2 6–8 мас. % Y_2O_3 привело к формированию метастабильной тетрагональной t' -фазы – так называемой непревращаемой, в отличие от тетрагональной t -фазы, которая менее стабильна. Для различия двух тетрагональных фаз (t и t') используют отношение

Таблица 3. Параметры кристаллической решетки тетрагональной фазы YSZ

Table 3. Lattice parameters of the tetragonal phase in YSZ

Марка порошка	$t, \text{ °C}$	$a, \text{ нм}$	$c, \text{ нм}$	$c/a\sqrt{2}$
Z7Y10-80A	20	0,36142	0,51706	1,0116
	1200	0,36145	0,51707	1,0115
	1250	0,36087	0,51710	1,0132
	1300	0,36104	0,51692	1,0124
Zr7Y20-60	20	0,36131	0,51670	1,0112
	1200	0,36091	0,51661	1,0122
	1250	0,36094	0,51659	1,0120
	1300	0,36041	0,51701	1,0143
Metco 204NS	20	0,36143	0,51580	1,0091
	1200	0,36135	0,51663	1,0110
	1250	0,36150	0,51724	1,0117
	1300	0,36179	0,51767	1,0118

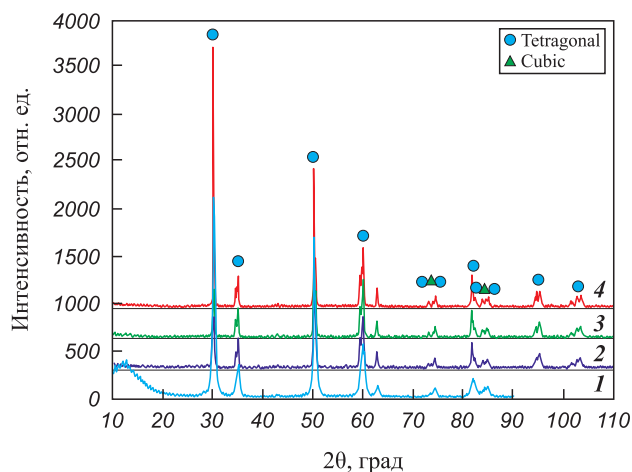


Рис. 4. Дифрактограммы образцов Z7Y10-80A после взаимодействия с CMAS при различных температурах

1 – исходный, 2 – 1200 °C , 3 – 1250 °C , 4 – 1300 °C

Fig. 4. XRD patterns of Z7Y10-80A samples after interaction with CMAS at different temperatures

1 – as-received, 2 – 1200 °C , 3 – 1250 °C , 4 – 1300 °C

$c/a\sqrt{2}$ (степень тетрагональности), которое стремится к 1,010 для параметров ячейки t' [33].

Исходный порошок Z7Y10-80A состоит из оксида циркония тетрагональной модификации, при этом на углах 35 и 60° не обнаружено характерных дуплетов. После испытаний на дифрактограммах отчетливо фиксируется разделение линий на углах 35 и 60° , появляется кубическая фаза (линия 400) в диапазоне углов $72\text{--}76^\circ$. В исходном порошке степень тетрагональности составляла 1,0116 и сохранилась после испытаний при $t = 1200\text{ °C}$. Повышение температуры до 1250 °C привело к росту степени тетрагональности, обусловленному снижением содержания иттрия в YSZ, т.е. произошел распад t -фазы на t - и c -фазы.

При $t = 1300\text{ °C}$ за счет встречной диффузии Ca и Mg из стекла в YSZ степень тетрагональности уменьшается, но не достигает первоначальных значений (табл. 3). Ее изменение в зависимости от количества иттрия хорошо согласуется с результатами, полученными в [34], где авторы показали, что независимо от метода синтеза YSZ-порошков тетрагональный характер уменьшается при увеличении количества иттрия.

Взаимодействие образца Zr7Y20-60 с CMAS

Частицы керамики Zr7Y20-60 обладают пористой поверхностью с плотным ядром (см. рис. 1, б). Такая структура податлива для инфильтрации расплава CMAS не только в макропоры керамики, но и в объем частиц. Уже при $t = 1200\text{ °C}$ наблюдается взаимодействие YSZ с CMAS (рис. 5), а при $t = 1300\text{ °C}$

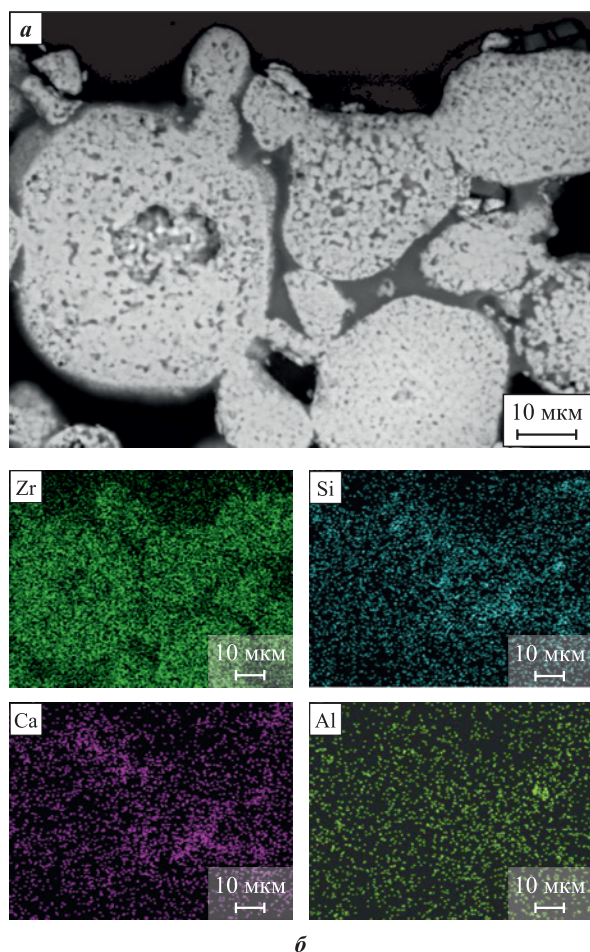


Рис. 5. СЭМ-изображение (а) и результаты EDS-анализа (б) образцов Zr7Y20-60 после взаимодействия с CMAS при $t = 1200\text{ °C}$ в течение 2 ч

Fig. 5. SEM image (a) and EDS analysis (b) of Zr7Y20-60 samples after interaction with CMAS at 1200 °C for 2 h

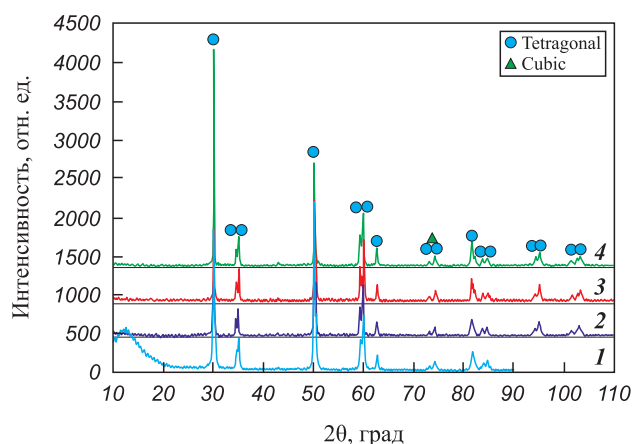


Рис. 6. Дифрактограммы образцов Zr7Y20-60 после взаимодействия с CMAS при различных температурах
1 – исходный, 2 – 1200 °C , 3 – 1250 °C , 4 – 1300 °C

Fig. 6. XRD patterns of Zr7Y20-60 samples after interaction with CMAS at different temperatures
1 – as-received, 2 – 1200 °C , 3 – 1250 °C , 4 – 1300 °C

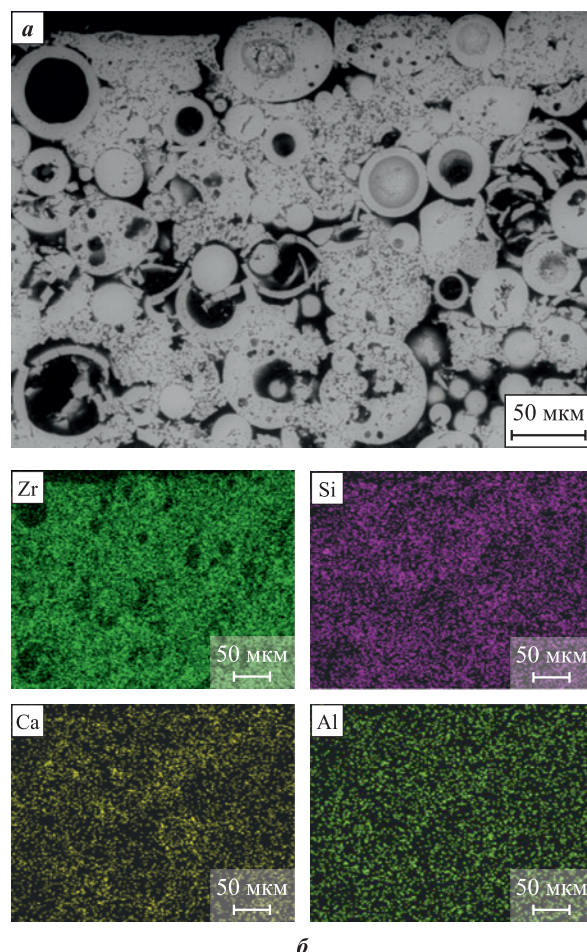


Рис. 7. СЭМ-изображение (а) и результаты EDS-анализа (б) образцов Metco 204NS после взаимодействия с CMAS при $t = 1300\text{ °C}$ в течение 24 ч

Fig. 7. SEM image (a) and EDS analysis (b) of Metco 204NS samples after interaction with CMAS at 1300 °C for 24 h

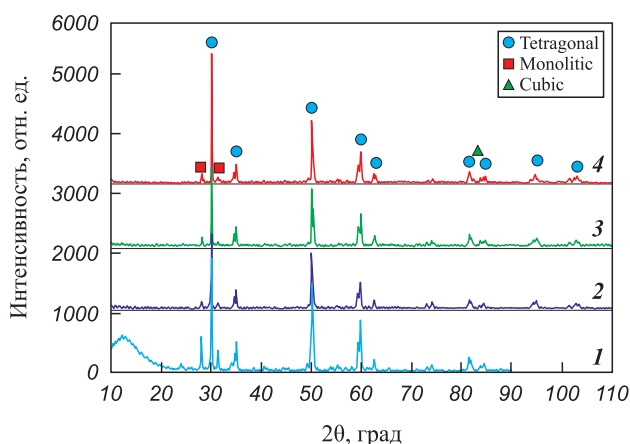


Рис. 8. Дифрактограммы образцов Metco 204NS после взаимодействия с CMAS при различных температурах
1 – исходный, 2 – 1200 °C , 3 – 1250 °C , 4 – 1300 °C

Fig. 8. XRD patterns of Metco 204NS samples after interaction with CMAS at different temperatures
1 – as-received, 2 – 1200 °C , 3 – 1250 °C , 4 – 1300 °C

оно активизируется, границы между отдельными зернами керамики стираются, формируя обширную реакционную зону.

Исходный порошок Zr7Y20-60 также состоит из оксида циркония тетрагональной модификации, но на углах 35 и 60° уже заметно формирование характерных дуплетов (рис. 6). После испытаний при $t = 1200^\circ\text{C}$ они четко фиксируются. Степень тетрагональности с повышением температуры увеличивается с 1,0112 до 1,0143 (табл. 3). При $t = 1300^\circ\text{C}$ появляется кубическая фаза, о чем свидетельствует появление пика (400) между линиями тетрагональной фазы (004) и (220).

Взаимодействие образца Metco 204NS с CMAS

Строение порошка керамики Metco 204NS характеризуется наличием как полых сферических частиц с плотной оболочкой, так и неполых с пористой структурой. Поэтому последние наиболее активно взаимодействуют с CMAS за счет инфильтрации стекла (рис. 7). С повышением температуры до 1300°C границы между отдельными неполыми частицами керамики стираются, формируя обширную реакционную зону. Плотная оболочка сферических частиц менее подвержена воздействию CMAS вплоть до $t = 1300^\circ\text{C}$, сохраняя свою структуру.

Рентгеноструктурный анализ показал, что после испытаний на CMAS-коррозию количество моноклинной фазы ($m\text{-ZrO}_2$) уменьшается с 20,6 до 10,0 % (рис. 8). Наблюдается снижение интенсивности линий (111), (111) и увеличение степени тетрагональности (см. табл. 2). Это обусловлено дополнительной стабилизацией оксида циркония оксидами кальция и магния. При $t = 1300^\circ\text{C}$ фиксируется появление кубической фазы (400).

Заключение

Проведенные исследования взаимодействия CMAS с керамикой ТЗП на основе порошков Z7Y10-80A, Zr7Y20-60 и Metco 204NS на модельных образцах позволили установить, что механизм взаимодействия между CMAS и YSZ един для всех керамик, содержащих иттрий. Он основан на явлении растворения–осаждения оксида циркония в расплаве стекла. Показано, что под воздействием CMAS при $t = 1200\div 1300^\circ\text{C}$ происходит формирование новой тетрагональной фазы оксида циркония, обедненной иттрием, из-за диффузии последнего в стекло. С ростом температуры меняется степень тетрагональности оксида циркония, что обусловлено снижением содержания иттрия. Однако встречной диффузии ионов Ca и Mg из стекла в оксид циркония недостаточно для достижения

первоначальных значений степени тетрагональности. Это может привести к полиморфной трансформации диоксида циркония с увеличением объема, последующим растрескиванием и отслоением ТЗП.

Показано, что характер и интенсивность взаимодействия CMAS и YSZ зависят от строения и морфологии частиц керамики. Плотная структура частиц керамики на основе порошков Z7Y10-80A и Metco 204NS снижает проникновение CMAS в отличие от образца Zr7Y20-60 с более пористой структурой частиц.

Список литературы / References

1. Каблов Е.Н. Литые лопатки газотурбинных двигателей: Сплавы, технология, покрытия. 2-е изд. М.: Наука, 2006. 632 с.
2. Zeraati M., Oganov A., Fan T., Solodovnikov S. Searching for low thermal conductivity materials for thermal barrier coatings: A theoretical approach. *Physical Review Materials*. 2024;8(3):033601. <https://doi.org/10.1103/PhysRevMaterials.8.033601>
3. Huang L.L., Meng H.M., Tang J., Li S., Yu Z.Q. Overview on double ceramic layer thermal barrier coatings. *Advanced Materials Research*. 2014;1053:364–372. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.1053.364>
4. Liu B., Liu Y., Zhu C., Xiang H., Chen H., Sun L., Gao Y., Zhou Y. Advances on strategies for searching for next generation thermal barrier coating materials. *Journal of Materials Science and Technology*. 2019;35(5):833–851. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2018.11.016>
5. Vaßen R., Bakan E., Mack D.E., Guillon O. A Perspective on thermally sprayed thermal barrier coatings: current status and trends. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2022;31(4):685–698. <https://doi.org/10.1007/s11666-022-01330-2>
6. Панков В.П., Бабаян А.Л., Куликов М.В., Коссой В.А., Варламов Б.С. Теплозащитные покрытия лопаток турбин авиационных газотурбинных двигателей. *Ползуновский Вестник*. 2021;1:161–172. <https://doi.org/10.25712/ASTU.2072-8921.2021.01.023>
Pankov V.P., Babayan A.L., Kulikov M.V., Kossoy V.A., Varlamov B.S. Heat-protective coatings for turbine blades of aircraft gas turbine engines. *Polzunovskiy vestnik*. 2021;1:161–172. (In Russ.). <https://doi.org/10.25712/ASTU.2072-8921.2021.01.023>
7. Dudnik E., Lakiza S., Hrechanyuk I., Ruban A.K., Redko V.P., Marek I.O., Shmibelsky V.B., Makudera A.A., Hrechanyuk N.I. Thermal barrier coatings based on ZrO_2 solid solutions. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 2020;59(3):179–200. <https://doi.org/10.1007/s11106-020-00151-8>
8. Bakan E., Vaßen R. Ceramic top coats of plasma-sprayed thermal barrier coatings: materials, processes, and properties. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2017;26(12):992–1010. <https://doi.org/10.1007/s11666-017-0597-7>
9. Sezavar A., Sajjadi S.A. A review on the performance and lifetime improvement of thermal barrier coatings. *Journal*

- of the European Ceramic Society. 2025;45(1):117274.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2025.117274>
10. Iqbal A., Moskal G., Cavaleiro A., Amjad A., Khan M.J. The current advancement of zirconate based dual phase system in thermal barrier coatings (TBCs): New modes of the failures: Understanding and investigations. *Alexandria Engineering Journal*. 2024;91:161–196.
<https://doi.org/10.1016/j.aej.2024.01.063>
11. Bogdan M., Peter I. A comprehensive understanding of thermal barrier coatings (TBCs): applications, materials, coating design and failure mechanisms. *Metals*. 2024; 14(5):575. <https://doi.org/10.3390/met14050575>
12. Pakseresht A., Sharifianjazi F., Esmailkhanian A., Bazli L., Reisi Nafchi M., Bazli M., Kirubakaran K. Failure mechanisms and structure tailoring of YSZ and new candidates for thermal barrier coatings: A systematic review. *Materials and Design*. 2022;222:111044.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.111044>
13. Nieto A., Agrawal R., Bravo L., Hofmeister-Mock C., Pepi M., Ghoshal A. Calcia–magnesia–alumina–silicate (CMAS) attack mechanisms and roadmap towards Sandphobic thermal and environmental barrier coatings. *International Materials Reviews*. 2021;66(7):451–492.
<https://doi.org/10.1080/09506608.2020.1824414>
14. Guo L., Xin H., Li Y., Yu Y. Self-crystallization characteristics of calcium-magnesium-alumina-silicate (CMAS) glass under simulated conditions for thermal barrier coating applications. *Journal of the European Ceramic Society*. 2020;40(15):5683–5691.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.07.025>
15. Толмачев Я.В., Заварзин С.В., Лощинина А.О., Князев А.В. Высокотемпературная окисная коррозия керамических материалов ГТД. *Труды ВИАМ*. 2023;7:69–83.
<https://doi.org/10.18577/2307-6046-2023-0-7-69-83>
 Tolmachev Ya.V., Zavarzin S.V., Loshchinina A.O., Knyazev A.V. High temperature oxide corrosion of ceramic materials in turbine engines. *Trudy VIAM*. 2023;7: 69–83. (In Russ.).
<https://doi.org/10.18577/2307-6046-2023-0-7-69-83>
16. Nair R.B., Brabazon D. Calcia magnesia alumino silicate (CMAS) corrosion attack on thermally sprayed thermal barrier coatings: A comprehensive review. *npj Materials Degradation*. 2024;8:44.
<https://doi.org/10.1038/s41529-024-00462-w>
17. Kadam N.R., Karthikeyan G., Jagtap P.M., Kulkarni D.M. An atmospheric plasma spray and electron beam-physical vapour deposition for thermal barrier coatings: a review. *Australian Journal of Mechanical Engineering*. 2022;21(5):1729–1754.
<https://doi.org/10.1080/14484846.2022.2030088>
18. Vaßen R., Bakan E., Mack D., Guillon O. A perspective on thermally sprayed thermal barrier coatings: current status and trends. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2022;31(4):685–698.
<https://doi.org/10.1007/s11666-022-01330-2>
19. Kubaszek T., Goral M., Pedrak P. Influence of air plasma spraying process parameters on the thermal barrier coating deposited with micro- and nanopowders. *Materials Science-Poland*. 2022;40(3):80–92.
<https://doi.org/10.2478/msp-2022-0034>
20. Пузряков А.Ф. Теоретические основы технологии плазменного напыления. М.: Изд. МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2003. 360 с.
21. Bernard B.A., Quet A., Bianchi L., Joulia A., Malie A., Schick V., Remy B. Thermal insulation properties of YSZ coatings: suspension plasma spraying (SPS) versus electron beam physical vapor deposition (EB-PVD) and atmospheric plasma spraying (APS). *Surface and Coatings Technology*. 2017;318:122–128.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.06.010>
22. Ильинкова Т.А., Барсукова Е.А., Тагиров А.Т. Взаимосвязь характеристик порошковых материалов и механических свойств плазменных теплозащитных покрытий. *Вестник Казанского технологического университета*. 2015;18(15):116–121.
 Il'inkova T.A., Barsukova E.A., Tagirov A.T. The relationship between the characteristics of powder materials and the mechanical properties of plasma thermal barrier coatings. *Vestnik Kazanskogo tekhnologicheskogo universiteta*. 2015;18(15):116–121. (In Russ.).
23. Qiu J., Yu D., Chen Y., Li D., Islam M.S., Peng X. Controllable preparation of YSZ-STHS in arc plasma spheroidization: exploring the plasma flow characteristics' impact on powder quality. *Ceramics International*. 2024;50(15):26569–26582.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.04.385>
24. Guo H.B., Murakami H., Kuroda S. Effect of hollow spherical powder size distribution on porosity and segmentation cracks in thermal barrier coatings. *Journal of the American Ceramic Society*. 2006;89(12):3797–3804.
<https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01322.x>
25. Zhao L., Zhang Z., Duan Y., Cui H., Gao Y. Preparation of yttria-stabilized zirconia hollow sphere with reduced shell thickness by controlling ambient temperature during plasma process. *Coatings*. 2018;8(7):245.
<https://doi.org/10.3390/coatings8070245>
26. Kraemer S., Yang J., Levi C., Johnson C. Thermomechanical interaction of thermal barrier coatings with molten CaO–MgO–Al₂O₃–SiO₂ (CMAS) Deposits. *Journal of the American Ceramic Society*. 2006;89:3167–3175.
<https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01209.x>
27. Morelli S., Testa V., Bolelli G., Ligabue O., Molinari E., Antolotti N., Lusvardi L. CMAS corrosion of YSZ thermal barrier coatings obtained by different thermal spray processes. *Journal of the European Ceramic Society*. 2020;40(12):4084–4100.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.04.058>
28. Wu Y., Luo H., Cai C., Wang Y., Zhou Y., Yang L., Zhou G. Comparison of CMAS corrosion and sintering induced microstructural characteristics of APS thermal barrier coatings. *Journal of Material Science and Technology*. 2019;35(3):440–447.
<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2018.09.046>
29. Vidal-Setif M.H., Rio C., Boivin D., Lavigne O. Microstructural characterization of the interaction between 8YPSZ (EB-PVD) thermal barrier coatings and a synthetic CAS. *Surface and Coatings Technology*. 2014;239:41–48.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.11.014>
30. Ramachandran C.S., Balasubramanian V., Ananthapadmanabhan P.V. Thermal cycling behaviour of plasma sprayed

lanthanum zirconate based coatings under concurrent infiltration by a molten glass concoction. *Ceramics International*. 2013;39(2):1413–1431.

<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.07.084>

31. Boissonnet G., Chalk C., Nicholls J., Bonnet G., Pedraza F. Thermal insulation of CMAS (Calcium-Magnesium-Alumino-Silicates)-attacked plasma-sprayed thermal barrier coatings. *Journal of the European Ceramic Society*. 2020;40(5):2042–2049.

<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2019.12.040>

32. Працкова С.Е., Бурмистров В.А., Старикова А.А. Термодинамическое моделирование оксидных расплавов системы CaO – Al_2O_3 – SiO_2 . *Известия высших учебных заведений. Химия и химическая технология*. 2020;63(1):45–50.

<https://doi.org/10.6060/ivkkt.20206301.6054>

Pratskova S.E., Burmistrov V.A., Starikova A.A. Thermodynamic modeling of oxide melts of CaO – Al_2O_3 – SiO_2 systems. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Khimiya*

i khimicheskaya tekhnologiya. 2020;63(1):45–50. (In Russ.). <https://doi.org/10.6060/ivkkt.20206301.6054>

33. Толкачев О.С., Двилис Э.С., Алишин Т.Р., Хасанов О.Л., Михеев Д.А., Чжан Ц. Оценка гидротермальной стойкости керамики Y-TZP по степени тетрагональности основных фаз. *Письма о материалах*. 2020;10(4):416–421.

<https://doi.org/10.22226/2410-3535-2020-4-416-421>

Tolkachev O.S., Dvilis E.S., Alishin T.R., Khasanov O.L., Miheev D.A., Chzhan T. Assessment of the hydrothermal resistance of Y-TZP ceramics by the degree of tetragonality of major phases. *Pis'ma o materialakh*. 2020;10(4):416–421. (In Russ.).

<https://doi.org/10.22226/2410-3535-2020-4-416-421>

34. Viazzi C., Bonino J.-P., Ansart F., Barnabe A. Structural study of metastable tetragonal YSZ powders produced via a sol-gel route. *Journal of Alloys and Compounds*. 2008;452(2):377–383.

<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.10.155>

Сведения об авторах



Светлана Аркадьевна Оглезнева – д.т.н., профессор, доцент кафедры механики композиционных материалов и конструкций, Пермский национальный исследовательский политехнический университет (ПНИПУ)

ORCID: 0000-0002-5529-4259

E-mail: svetlana.iron@yandex.ru

Валентина Борисовна Кульметьева – к.т.н., доцент кафедры механики композиционных материалов и конструкций, ПНИПУ

ORCID: 0000-0002-5214-0932

E-mail: kulmetevavb@pstu.ru

Андрей Алексеевич Сметкин – к.т.н., доцент кафедры механики композиционных материалов и конструкций, ПНИПУ

ORCID: 0000-0001-8736-0575

E-mail: smetkinaa@pstu.ru

Александр Евгеньевич Малышев – студент магистратуры Передовой инженерной школы «Высшая школа авиационного двигателестроения», ПНИПУ

ORCID: 0009-0004-6923-9316

E-mail: malyshev.4lex@yandex.ru

Information about the Authors

Svetlana A. Oglezneva – Dr. Sci. (Eng.), Associate Professor of the Department of mechanics of composite materials and structures, Perm National Research Polytechnic University (PNRPU)

ORCID: 0000-0002-5529-4259

E-mail: svetlana.iron@yandex.ru

Valentina B. Kulmetyeva – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor of the Department of mechanics of composite materials and structures, PNRPU

ORCID: 0000-0002-5214-0932

E-mail: kulmetevavb@pstu.ru

Andrey A. Smetkin – Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor of the Department of Mechanics of composite materials and structures, PNRPU

ORCID: 0000-0001-8736-0575

E-mail: smetkinaa@pstu.ru

Alexander E. Malyshev – Master's Degree Student at the Advanced Engineering School "Higher School of Aviation Engine Engineering", PNRPU

ORCID: 0009-0004-6923-9316

E-mail: malyshev.4lex@yandex.ru

Вклад авторов



С. А. Оглезнева – научное руководство, анализ результатов исследований, корректировка текста, корректировка выводов.

В. Б. Кульметьева – формирование основной концепции, постановка цели и задачи исследования, подготовка текста, анализ результатов исследований, формулировка выводов.

А. А. Сметкин – подготовка эксперимента, проведение экспериментов, постановка цели и задачи исследования, подготовка текста, формулировка выводов.

А. Е. Малышев – проведение испытаний образцов, подготовка текста статьи.

Contribution of the Authors

S. A. Oglezneva – scientific supervision, analysis of research results, manuscript revision, revision of conclusions.

V. B. Kulmetyeva – development of the main concept, formulation of the research aim and objectives, manuscript drafting, analysis of research results, formulation of conclusions.

A. A. Smetkin – experiment preparation, conducting experiments, formulation of the research objectives, manuscript drafting, formulation of conclusions.

A. E. Malyshev – sample testing, manuscript drafting

Статья поступила 12.05.2025 г.

Доработана 18.06.2025 г.

Принята к публикации 20.06.2025 г.

Received 12.05.2025

Revised 18.06.2025

Accepted 20.06.2025



УДК 669.717: 669.718: 621.9.048

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-60-76>

Научная статья

Research article



Комбинированная технология электроискрового и катодно-дугового формирования износо- и жаростойких покрытий

С. К. Муканов[✉], М. И. Петржик, А. Е. Кудряшов, П. А. Логинов,
Н. В. Швындина, А. Н. Шевейко, К. А. Купцов, Е. А. Левашов

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

✉ smukanov@misis.ru

Аннотация. Изучены закономерности формирования стойких к износу и окислению покрытий при комбинированной электроискровой и катодно-дуговой обработке (ЭИКДО) жаропрочного сплава АЖК. Исследовано влияние полярности стержневых электродов на основе Al–Са и их микролегирования РЗМ (Ce, Er) на структуру, упрочнение и жаростойкость полученных покрытий. Установлено, что при подключении электрода с анодной полярностью формируются покрытия без трещин на основе интерметаллида γ' -Ni₃Al (тип L1₂, 3,600 Å). Их толщина достигает 15–20 мкм в результате направленного роста кристаллитов с поперечным размером менее 300 нм. При подключении к электроду катодной полярности формируются покрытия, в структуре которых найдены зерна двух интерметаллидов: β -NiAl (тип B2, 2,895 Å) и γ' -Ni₃Al (тип L1₂, 3,595 Å). Структурно-фазовые превращения, происходящие при обработке электродами с разной полярностью подложки из АЖК с твердостью 5,2 ГПа, являются доминирующими факторами упрочнения. Максимальное значение твердости (12,3 ГПа) зафиксировано в покрытиях, состоящих из β -NiAl и γ' -Ni₃Al. При анодной полярности электрода твердость покрытий составляет 7,3 ГПа, и при этом они имеют низкие (112 ГПа) значения модуля упругости. Величина приведенного износа покрытий находится в пределах от $6,0 \cdot 10^{-5}$ до $7,5 \cdot 10^{-5}$ мм³/(Н·м), что в 6 раз меньше, чем у необработанного сплава АЖК. При *in-situ* ПЭМ-исследовании установлена превосходная термическая стабильность интерметаллидной структуры γ' -Ni₃Al при нагреве до $t = 700$ °С ламели, вырезанной из покрытия, полученного при анодном режиме обработки. Результаты испытаний на стойкость к высокотемпературному окислению при $t = 1000$ °С свидетельствуют, что покрытия меняют закон окисления сплава АЖК с линейного на логарифмический. Минимальная толщина оксидного слоя (около 3 мкм) установлена у покрытий, полученных при ЭИКДО электродом Al–Са–Er с анодной полярностью, что в 10 раз меньше таковой для сплава АЖК. Переход к логарифмическому закону окисления обусловлен замедлением диффузии кислорода через образующийся при отжиге барьерный слой NiAl₂O₄/α-Al₂O₃, упрочненный частицами CaMoO₄, что обеспечивает превосходную стойкость к окислению сплава АЖК.

Ключевые слова: электроискровая обработка, катодно-дуговое испарение, легкоплавкие электроды, микролегирование РЗМ, полярность электродов, интерметаллиды, твердость, износостойкость, барьерный оксидный слой, жаростойкость

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания (проект FSME-2025-0003).

Для цитирования: Муканов С.К., Петржик М.И., Кудряшов А.Е., Логинов П.А., Швындина Н.В., Шевейко А.Н., Купцов К.А., Левашов Е.А. Комбинированная технология электроискрового и катодно-дугового формирования износо- и жаростойких покрытий. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2025;19(4):60–76.

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-60-76>

Combined technology of electrospark and cathodic-arc formation of wear- and oxidation resistant coatings

S. K. Mukanov[✉], M. I. Petrzhik, A. E. Kudryashov, P. A. Loginov,
N. V. Shvyndina, A. N. Sheveyko, K. A. Kuptsov, E. A. Levashov

National University of Science and Technology “MISIS”
1 Bld, 4 Leninskiy Prosp., Moscow 119049, Russia

✉ smukanov@isis.ru

Abstract. The regularities of formation of wear- and oxidation-resistant coating under combined electrospark and cathodic-arc treatment (ESCAT) of AZhK superalloy were studied. The effect of electrode polarity and rare-earth (Ce, Er) microalloying of Al–Ca-based rod electrodes on the structure, strengthening and oxidation resistance of the deposited coatings was studied. It was found that anodic polarity secures the formation of crack-free coatings predominantly composed of γ' -Ni₃Al intermetallic (L1₂-type structure, 3.600 Å). These coatings reached a thickness of 15–20 µm due to the oriented growth of crystallites with a transverse size below 300 nm. In contrast, the coatings formed at cathodic polarity have consisted of two intermetallic phases: β -NiAl (B2 structure, 2.895 Å) and γ' -Ni₃Al (L1₂, 3.595 Å). Structural and phase transformations occurring during the treatment of a AZhK substrate (initial hardness of 5.2 GPa) using electrodes of different polarities constitute the dominant strengthening factors. The maximum hardness (12.3 GPa) was recorded for coatings composed of β -NiAl and γ' -Ni₃Al phases. Coatings obtained with anodic electrode polarity exhibited relatively lower hardness values (7.3 GPa) accompanied by low elastic modulus values (112 GPa). The wear rate of these coatings ranged from 6 to $7.5 \cdot 10^{-5}$ mm³/(N·m), representing a sixfold improvement of wear resistance compared to the untreated AZhK alloy. *In-situ* TEM studies revealed excellent thermal stability of the γ' -Ni₃Al intermetallic structure upon heating the coating lamellae cut of the coating obtained under anodic polarity up to 700 °C. Results of high-temperature oxidation tests at 1000 °C indicate that the coating the AZhK alloy change the oxidation law from linear to logarithmic one. The minimum thickness of the oxide layer (about 3 µm) was found in the coatings obtained by ESCAT using Al–Ca–Er electrode with anodic polarity. That is 10 times less than the thickness of the oxide layer of AZhK alloy. The change of oxidation law during annealing to the logarithmic one is due to in-situ formed the NiAl₂O₄/α-Al₂O₃ barrier layer strengthened with CaMoO₄ particles. It slowing down of oxygen diffusion in bulk of substrate providing its excellent oxidation resistance.

Keywords: electrospark treatment, cathodic arc deposition, fusible electrodes, rare-earth metals microalloying, electrode polarity, intermetallic compounds, hardness, wear resistance, barrier oxide layer, high-temperature oxidation resistance

Acknowledgements: This work was supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation under state research assignment, project No. FSME-2025-0003.

For citation: Mukanov S.K., Petrzhik M.I., Kudryashov A.E., Loginov P.A., Shvyndina N.V., Sheveyko A.N., Kuptsov K.A., Levashov E.A. Combined technology of electrospark and cathodic-arc formation of wear- and oxidation resistant coatings. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(4):60–76. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-60-76>

Введение

На протяжении последних десятилетий большое внимание уделяется развитию способов, позволяющих повысить ресурс конструкционных сплавов, применяемых при высокотемпературной эксплуатации [1; 2], необходимых для развития авиационного, химического и энергетического машиностроения. Одним из ключевых ограничений использования жаропрочных сплавов для ответственных деталей является недостаточная стойкость к износу и окислению, что требует создания эффективных методов модифицирования поверхности [3].

Электроискровая обработка (ЭИО) представляет собой перспективную технологию упрочнения и восстановления функциональных поверхностей, а также обеспечивает формирование покрытий с повышенной износо- и жаростойкостью [4–6]. Ее достоинст-

вом является локальное воздействие электрического разряда, что позволяет проводить обработку проблемных участков ответственных деталей без перегрева. Особенностью технологии является необходимость разумного подбора и поддержания режимов обработки, которые обеспечивают формирование покрытий без трещин.

Гибкость применения ЭИО определяется большой номенклатурой составов разработанных электродов, позволяющей подобрать конкретную марку, использование которой улучшает поверхностно-чувствительные свойства изделия. В частности, использование легкоплавких электродов Al–Si, Al–Ca–Si и Al–Ca–Mn при ЭИО образцов сплава ЭП741НП, выращенных селективным лазерным сплавлением (СЛС), приводит к формированию покрытий, содержащих синтезированные при ЭИО частицы интерметаллидов Ni_xAl_y в [7; 8]. Это позволило не только повысить

износостойкость в 4,5 раза за счет интерметаллидного упрочнения, но и снизить шероховатость поверхности до $R_a = 3$ мкм благодаря залечиваю поверхностных дефектов, присущих СЛС. Кроме этого, реакционный *in-situ* синтез наночастиц (Al,Ca)O в процессе окислительного отжига покрытий при $t = 1000$ °С обеспечивает 4-кратное повышение стойкости к окислению сплава ЭП741НП [8]. Дополнительно понизить скорость окисления возможно [9] за счет улучшения трещиностойкости и адгезии оксидного слоя с основой путем микролегирования покрытий редкоземельными металлами (РЗМ). В этой связи особый интерес представляет исследование влияния легирования электродов редкоземельными металлами Al–Ca–РЗМ, где РЗМ = Се; Ер. Такие добавки особенно актуальны для покрытий, наносимых на жаропрочные сплавы для повышения температуры их эксплуатации.

Перспективным является совмещение в одном технологическом цикле процессов автоматизированной электроискровой и катодно-дуговой обработки (ЭИКДО) [10]. Очевидными преимуществами компьютерного управления комбинированной технологией обработки является повышение воспроизводимости технологии и интенсификация массопереноса при катодно-дуговом испарении электрода.

Целью данной работы являлось исследование условий формирования изнoso- и жаростойких покрытий при комбинировании электроискровой и катодно-дуговой обработки жаропрочного сплава АЖК.

Методика исследований

Для проведения ЭИКДО использовали стержневые электроды диаметром 4 мм из околоэвтектических сплавов Al–Ca–Се и Al–Ca–Ер, приготовленные в соответствии с ТУ 24.45.30–042–11301236–2024. Электроды были получены по двухстадийной технологии: (1) переплавом компонентов шихты в слиток в печи электросопротивления; (2) индукционной плавкой слитка с последующей разливкой расплава в медную изложницу в вакуумной камере при давлении аргона 0,2 атм.

В качестве подложек использовали жаропрочный никелевый сплав марки АЖК, полученный селективным лазерным сплавлением (СЛС) в АО «Композит» (Россия). Химический состав подложек из сплава АЖК представлен ниже [11], мас. %:

Ni	59,9–66,2	Al	4,0–5,0
Cr	15,0–16,0	Nb	2,5–3,5
Mo	7,0–9,0	Hf	0,1–0,4
Co	5,0–7,0	C	0,02–0,05

Электроискровую и катодно-дуговую обработку в одном цикле проводили на модернизированной

установке колпачного типа УВН-2М (Россия), оснащенной системой ЧПУ для программируемого латерального перемещения образца в процессе обработки по заданному режиму. После достижения форвакуума вакуумную камеру заполняли аргоном до давления 20 Па в соответствии с ТИ 65–11301236–2024. Такое давление является условием возникновения дугового разряда одновременно с электроискровым [10]. Схема реализации ЭИКДО представлена на рис. 1.

Микроструктура и состав образцов изучены на растровом электронном микроскопе S-3400N (Hitachi, Япония), оснащенном энергодисперсионным спектрометром NORAN System 7 Xray Microanalysis System (Thermo Scientific, США). Для детального исследования микроструктуры покрытий были приготовлены поперечные шлифы с использованием стандартных методов пробоподготовки (шлифовка, полировка) и последующим электрохимическим травлением при постоянном напряжении 10 В в 10 %-ном растворе H_2SO_4 .

Рентгеноструктурный фазовый анализ (РСФА) проводили по дифрактограммам, полученным на дифрактометре ДРОН-4 (НПП «Буревестник», Россия) с использованием монохроматического излучения CuK_α (1,5418 Å), а в случае исследования оксидных слоев – CoK_α (1,7902 Å) в интервале углов от 20 до 110°. Для изучения тонкой структуры покрытий применяли просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) JEM-2100 (Jeol, Япония), оснащенный энергодисперсионным детектором Oxford Instruments X-Max 80. Ламели вырезали из поверхностного слоя покрытия сфокусированным ионным пучком (ФИП) на приборе Quanta 200 3D FIB (FEI Company, США). Фольги для ПЭМ готовили ионным травлением на установке PIPS II (Gatan, Inc., США). *In-situ* исследования структуры покрытий при нагреве до температур 400, 600 и 700 °С, проводили непосредственно

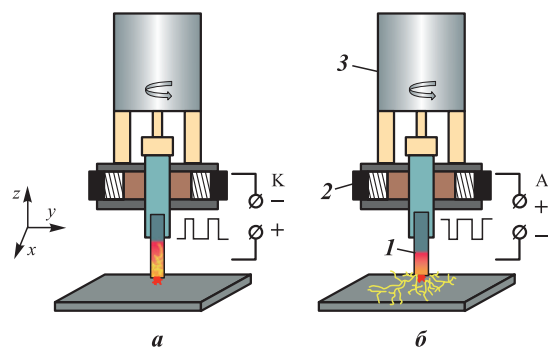


Рис. 1. Схема автоматизированной ЭИКДО при катодной (а) и анодной (б) полярностях
1 – электрод, 2 – щеточный узел, 3 – двигатель

Fig. 1. Schematic diagram of the automated ESCAT setup under cathodic (a) and anodic (b) electrode polarity

1 – electrode, 2 – brush unit, 3 – motor

венно в колонне электронного микроскопа. Скорость нагрева составляла 50 °С/мин. Светлопольные изображения структуры и электронограммы получали при выдержке около 15 мин в процессе ступенчатого нагрева ламели.

Для оценки механических свойств (твердости H и модуля упругости E) покрытий проводили измерительное индентирование их поперечных шлифов на нанотвердомере Nano-HardnessTester (CSM Instruments, Швейцария) при максимальной нагрузке 10 мН. Трибологические испытания осуществляли на автоматизированной машине трения Tribometer (CSM Instruments, Швейцария) в соответствии с ASTM G133-22 при комнатной температуре на воздухе в режиме возвратно-поступательного движения. В качестве неподвижного контртела использовали шарик диаметром 3 мм из стали марки 100Cr6 (аналог ШХ15). Условия испытаний были следующими: длина дорожки – 4 мм, прикладываемая нагрузка – 2 Н, максимальная скорость – 5 см/с. Дорожки износа изучали на оптическом профилометре WYKO NT1100 (Veeco, США).

Испытания на стойкость к высокотемпературному окислению осуществляли при циклическом нагреве–охлаждении в муфельной электропечи марки SNOL 7,2/1200 (Литва), выдерживая образцы на воздухе при $t = 1000$ °С. Суммарное время изотермической выдержки на воздухе составило 30 ч. После каждого термоцикла «нагрев – изотермическая выдержка – охлаждение» образцы взвешивали

на аналитических весах ALC-210d4 Acculab (США) с точностью 10^{-5} г. Удельный прирост массы (K) рассчитывали по формуле:

$$K = \Delta m / S_0,$$

где Δm – разность между массами образца до испытания и после окисления, мг; S_0 – суммарная площадь поверхности образца до испытания, см².

Результаты

Структура легкоплавких электродов Al–Ca–РЗМ (Ce, Er)

На рис. 2, а, б приведены микроструктуры легкоплавких электродов, а на дифракционном спектре (рис. 2, в) отмечены линии, соответствующие их фазовым составляющим. Видно, что электроды Al–Ca–Ce имеют околэвтектическую структуру, что соответствует результатам работы [12]. Она состоит (табл. 1) из дисперсных двойной e_1 [(Al) + CaAl₄] и тройной E_1 [(Al) + CaAl₄ + (Ca,Ce)Al₄] эвтектик, а также дендритов со структурой твердого раствора на основе алюминия (Al).

Как видно на рис. 2, б, присутствие Er в составе электрода Al–Ca–Er приводит к формированию светлых ограниченных первичных кристаллов Al₃(Er,Ca). Таким образом, основными структурными составляющими электрода Al–Ca–Er являются дисперсные

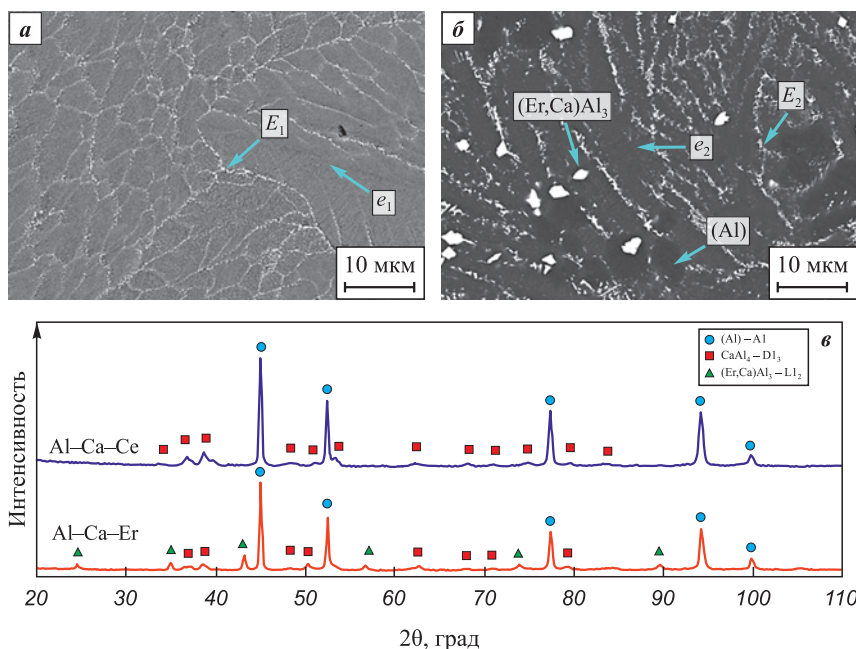


Рис. 2. РЭМ-изображения в режиме обратноотраженных электронов микроструктуры Al–Ca–Ce (а) и Al–Ca–Er (б), а также дифрактограммы электродов (в)

Fig. 2. SEM backscattered electron images of the microstructure of Al–Ca–Ce (a) and Al–Ca–Er (b), and diffraction patterns of the electrodes (v)

Таблица 1. Распределение элементов по структурным составляющим по данным ЭДС (см. рис. 2)

Table 1. Elemental distribution across structural constituents according to EDS data (see Fig. 2)

Область анализа	Содержание, ат. %			
	Al	Ca	Ce	Er
$e_1 [(Al) + CaAl_4]$	94,8	4,3	0,8	–
$E_1 [(Al) + CaAl_4 + (Ca,Ce)Al_4]$	93,8	5,2	1,0	–
$e_2 [(Al) + CaAl_4]$	93,9	6,1	–	–
$E_2 [(Al) + CaAl_4 + (Er,Ca)Al_3]$	93,5	3,8	–	2,8
$(Er,Ca)Al_3$	81,8	2,3	–	15,7
(Al)	100,0	–	–	–

двойная $[(Al) + CaAl_4]$ и тройная $[(Al) + CaAl_4 + (Er,Ca)Al_3]$ эвтектики, а также первичные кристаллы $Al_3(Er,Ca)$ и дендриты (Al) . Распределение элементов по структурным составляющим электродов $Al-Ca-Ce$ и $Al-Ca-Er$ показано в табл. 1.

Кинетика формирования и структура покрытий

Кинетические кривые массопереноса в зависимости от установленной полярности представлены на рис. 3. Наибольший удельный привес массы подложки, соответствующий максимальной толщине покрытия, независимо от полярности электродов наблюдается после 5 мин обработки. Причем удельная эрозия при катодном подключении элект-

рода после 5 мин обработки ($\Delta A_5 = -94,9 \cdot 10^{-4}$ г) на порядок выше, чем при анодной полярности ($\Delta A_5 = -7,1 \cdot 10^{-4}$ г). Кривая прироста массы подложки при реализации анодной полярности (ACe) свидетельствует о низком вкладе массопереноса ($\Delta K_5 = 4,8 \cdot 10^{-4}$ г). В данном случае увеличение массы наблюдается только после 3 мин обработки.

На поверхности покрытий серии ACe можно отметить наличие вытянутых застывших капель (рис. 3, в), некоторые из которых выделены желтыми стрелками. Их образование при анодной полярности можно объяснить протеканием локального плавления легкоплавких структурных составляющих в катодном пятне [12]. Также на поверхности этих покрытий обнаружены оксидные частицы (выделены оранжевыми стрелками) размером около 15 мкм. По данным ЭДС в этих частицах помимо кислорода установлена высокая концентрация Al (от 28 до 33 ат. %) и Ca (от 6 до 10 ат. %). По этим данным оксидные частицы содержат около 1 ат. % Ce и Er , что ожидаемо из-за их высокого сродства к кислороду. При катодной полярности поверхность покрытий (KEr и KCe) приобретает вид перекрывающихся друг друга затвердевших капель расплава. Но при этом они менее однородны по составу. Стоит отметить, что в отличие от серии A на поверхности покрытий K обнаружены трещины.

Анализ рентгеновских спектров (рис. 4, а) исходной и подвергнутой ЭИКДО подложек показал различие фазового состава покрытий в зависимости от полярности электродов. При катодной полярности (обр. KCe) в покрытии формируется

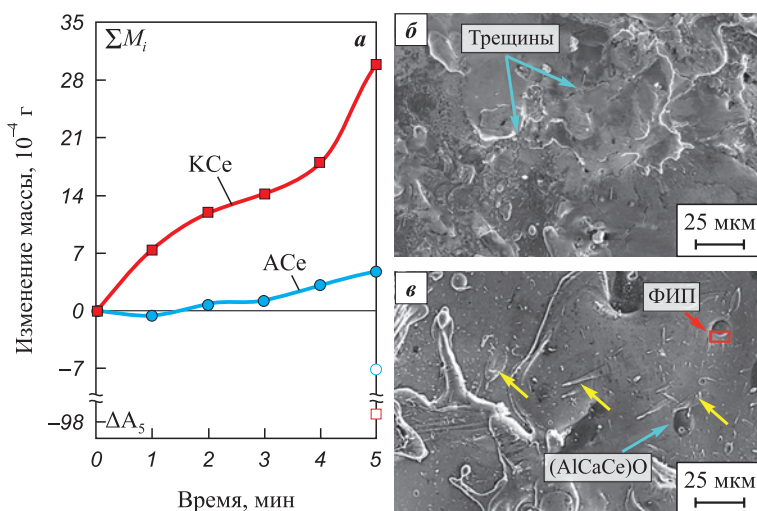


Рис. 3. Кинетические кривые массопереноса электрода $Al-Ca-Ce$ при ЭИКДО подложки из сплава АЖК (а) и РЭМ-изображения поверхности покрытий KEr (б) и ACe (в)

$\Sigma \Delta M_i$ – привес массы подложки; ΔA_5 – эрозия электрода после 5 мин обработки

Fig. 3. Kinetic curves of mass transfer for the $Al-Ca-Ce$ electrode during ESCAT on the AZhK alloy substrate (a) and SEM images of the surface of coatings: KEr (b) and ACe (в)

$\Sigma \Delta M_i$ – mass gain of the substrate; ΔA_5 – electrode erosion after 5 min of treatment

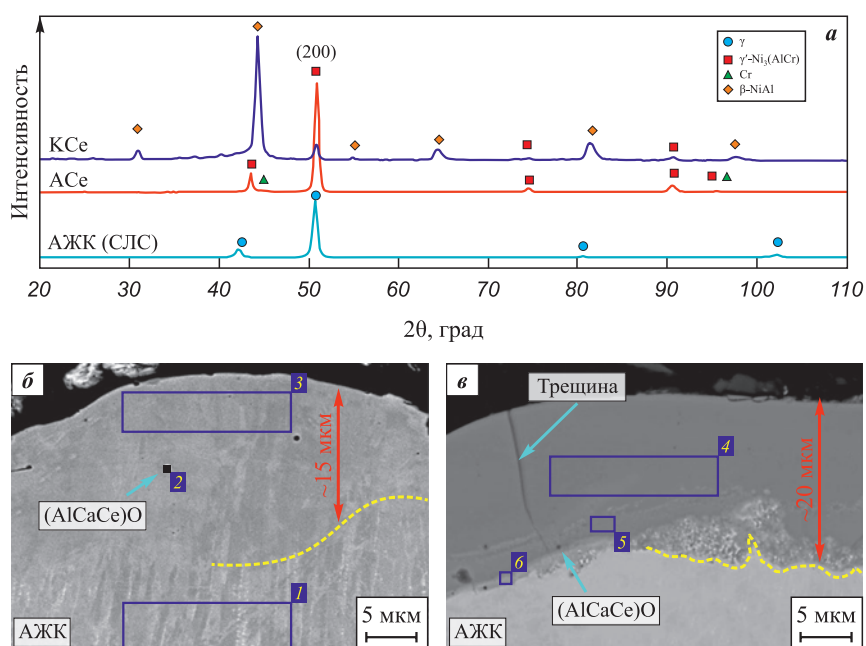


Рис. 4. Дифрактограммы исходного и подвергнутого ЭИКДО сплава АЖК электродом Al–Ca–Ce (а), типичные изображения поперечных шлифов покрытий АСс (б) и КСс (в)

Fig. 4. Diffraction patterns of the initial AZhK alloy and after ESCAT with an Al–Ca–Ce electrode (а), and typical cross-sectional images of the АСс (б) and КСс (в) coatings

фаза β-NiAl, имеющая упорядоченную кубическую кристаллическую решетку типа B2, и γ'-Ni₃(AlCr) с упорядоченной L1₂ сверхструктурой. Причем доля β-фазы является наибольшей (табл. 2) и составляет 84,6 мас. %.

Подключение анодной полярности к электроду (обр. АСс) приводит к формированию покрытия, состоящего преимущественно из фазы γ'-Ni₃(AlCr) (97,6 мас. %). Дифракционные пики β-фазы на дифрактограмме не обнаружены. Это свидетельствует о недостаточном количестве свободного Al в ЭИ-расплаве, необходимого для формирования эквиатомного алюминида NiAl.

На рис. 4, б, в представлены типичные изображения поперечных шлифов покрытий. Покрытия АСс и АЕг не имеют ярко выраженной границы раздела с подложкой, что связано с близкой концентрацией элементов (табл. 3). Однако, по данным

ЭДС, (обл. 1 и 3) содержание Al (15 ат. %) в покрытиях практически вдвое выше, чем в сплаве АЖК (9 ат. %). В объеме покрытия Са не обнаружено, а содержание Сс не превышает 0,2 ат. %. Однако в структуре покрытий распределены мелкие черные включения, идентифицированные ЭДС как (AlCaCe)O (табл. 3, обл. 2). Более крупные частицы такого же состава были обнаружены на поверхности этих покрытий (см. рис. 3, в).

Толщина покрытий (от 18 до 20 мкм), сформированных при катодной полярности, выше по сравнению с анодными покрытиями АСс и АЕг (15 мкм). Микроструктура этих покрытий (рис. 4, в) имеет заметные отличия из-за увеличения в них содержания элементов из электродов Al–Ca–РЗМ. Так, в табл. 3 показано, что в покрытиях серии К концентрация Al достигает 74 ат. %, при этом содержание Ni падает до 15 ат. %. Причем можно четко проследить границу

Таблица 2. Фазовый состав сплава АЖК – исходного и подвергнутого ЭИКДО

Table 2. Phase composition of the AZhK alloy – initial and after ESCAT

Образец	Фаза	Пространственная группа (структурный тип)	Доля, мас. %	Период решетки a, Å
АЖК	γ	<i>Fm-3m</i> (Cu)	100,0	3,609
АСс	γ'-Ni ₃ (AlCr)	<i>Pm-3m</i> (L1 ₂)	97,6	3,600
	Cr	<i>Im-3m</i> (W)	2,4	2,870
КСс	B-NiAl	<i>Pm-3m</i> (B2)	84,6	2,895
	γ'-Ni ₃ (AlCr)	<i>Fm-3m</i> (L1 ₂)	15,4	3,595

Таблица 3. Результаты ЭДС областей покрытий АСс и КСс, показанных на рис. 4

Table 3. EDS results for coating regions АСс and КСс shown in Fig. 4

Область	Концентрация элементов, ат. %									
	Al	Ni	Ca	Cr	Co	Mo	Nb	Ce	O	Hf
1	9,3	60,9	–	16,3	7,6	4,1	1,8	–	–	–
2 (АСс)	24,7	1,5	12,8	0,6	–	–	–	1,0	58,9	0,6
3 (АСс)	15,0	57,4	–	15,7	5,9	4,1	1,7	0,2	–	–
4 (КСс)	74,4	14,9	2,9	4,1	1,4	1,3	0,4	0,6	–	–
5 (КСс)	67,8	19,8	1,5	6,0	1,9	1,8	0,7	0,5	–	–
6 (КСс)	55,5	31,6	1,2	6,2	3,0	1,7	0,5	0,3	–	–

раздела между АЖК-подложкой и покрытиями: она неоднородна по структуре и составу, а содержание Ni в этой зоне составляет около 30 ат. %. Следует отметить, что при катодной полярности Ca и PЗМ распределены в покрытиях более равномерно в отличие от образцов АСс и АЕг. При этом содержание PЗМ в них не превышает 0,6 ат. %.

Микроструктура покрытий серии А (рис. 5, а, б) состоит из однородных тонких столбчатых кристаллов, что полностью отличается от микроструктур как электродов, так и подложки. Желтые пунктирные линии обозначают границы закристаллизовавшихся капель расплава. Ориентация кристаллитов совпадает с направлением роста АЖК-сплава, что также можно проследить по увеличению интенсивности пика $200\gamma'$ в районе $2\theta = 50^\circ$ (рис. 4, а). Столбчатые кристаллиты растут от границы раздела к поверхности при кристаллизации капель расплава.

Покрытия, сформированные при катодной полярности, имеют иную структуру (рис. 5, в, г).

Она характеризуется менее выраженной металлографической текстурой. По сравнению с подложкой покрытие менее подвержено химическому травлению, что указывает на его высокую коррозионную стойкость.

Для детального исследования структуры покрытий без трещин, полученных при анодной полярности, рассмотрена тонкая структура образца АСс. На рис. 6, а приведено светлопольное изображение ламели, вырезанной с его поверхности (см. рис. 3. в). Покрытие состоит из столбчатых кристаллов с высокоориентированным направлением роста вдоль оси зоны $[01-1]$. Оксидная частица, расположенная выше столбчатых кристаллов на поверхности покрытия, имеет аморфную структуру, что подтверждено электронной дифракцией с аморфным гало (вставка на рис. 6, а).

Столбчатые кристаллы сечением около 300 нм, по данным электронной дифракции, состоят из γ' -фазы с упорядоченной кристаллической структурой $L1_2$.

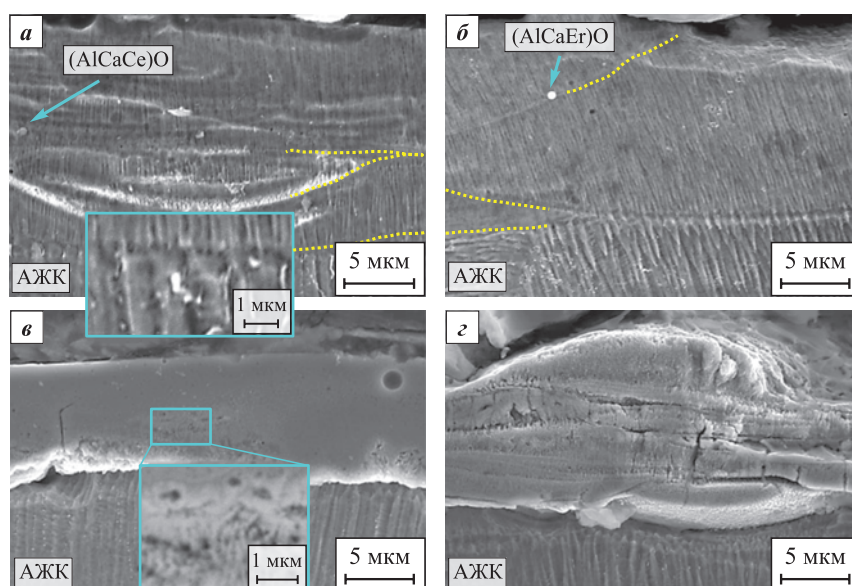


Рис. 5. РЭМ-изображения в режиме вторичных электронов микроструктуры покрытий АСс (а), АЕг (б), КСс (в), КЕг (г)

Fig. 5. SEM secondary electron images of coating microstructures: АСс (а), АЕг (б), КСс (в), and КЕг (г)

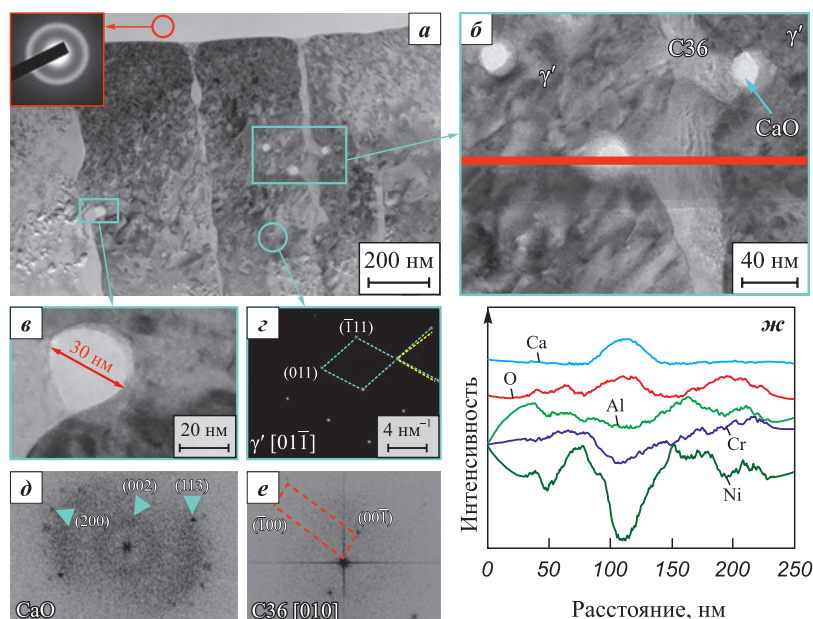


Рис. 6. Тонкая структура образца АСс, полученного при анодной полярности ЭИО

a – ПЭМ-изображение ламели покрытия АСс; *б* – ПЭМ ВР изображение границы столбчатых кристаллов γ' ; *в* – наночастицы СаО; *г* – электронная дифракция столбчатого кристалла; *д* – Фурье-преобразования частицы СаО; *е* – фазы Лавеса С36; *ж* – распределение элементов из рис. *б*

Fig. 6. Fine structure of the ACe sample obtained under anodic polarity in ESCAT

a – TEM image of the ACe coating lamella; *b* – HRTEM image of γ' columnar crystal boundaries; *c* – CaO nanoparticles; *d* – electron diffraction pattern of a columnar crystal; *e* – Fourier transform of a CaO particle; *f* – C36 Laves phase; *g* – elemental distribution map corresponding to Fig. *b*

Анализ электронограммы (рис. 6, *г*), соответствующей γ' -фазе, показал смещение атомных плоскостей (отмечены желтой штриховой линией), что может быть результатом движения дислокаций.

Преимущественно по границам столбчатых кристаллов расположены сферические наночастицы размером до 30 нм (рис. 6, *в*). Анализ этих частиц показал (рис. 6, *б*, *ж*), что они обогащены кальцием и кислородом, но при этом установлено резкое понижение концентрации всех остальных элементов. По данным рис. 6, *д* эти оксиды обладают орторомбической решеткой со структурой типа СаО.

Между тем границы зерен γ' содержат сильно искаженную вторичную фазу (рис. 6, *б*). Судя по данным ЭДС она представляет соединение $\text{Ni}_{53,21}\text{Al}_{20}\text{Cr}_{15,85}\text{Co}_{6,5}\text{Mo}_{4,45}$. Большое межплоскостное расстояние ($d = 5,7 \text{ \AA}$), по данным Фурье-преобразования (рис. 6, *д*), позволяет предположить, что дифракция получена от плоскости $[10\text{--}10]$ гексагональной фазы Лавеса (AB_2) структурного типа С36. Расчетный период кристаллической решетки для тетрагональной фазы составил $a = 6,63 \text{ \AA}$ и $c = 11,05 \text{ \AA}$. На основании соотношения элементов можно предположить, что фаза Лавеса имеет формулу $(\text{Ni},\text{Co})_2(\text{Al},\text{Cr},\text{Mo})$.

На рис. 7 приведены внешний вид ламели и увеличенные изображения выделенной области до

и после вакуумного отжига при $t = 700 \text{ }^\circ\text{C}$. Заметное изменение контраста в некоторых областях свидетельствует о релаксации внутренних напряжений (рис. 7, *б*). Представленный ряд электронограмм (рис. 7, *в*), полученных от столбчатых кристаллов γ' -фазы при нагреве ламели до $700 \text{ }^\circ\text{C}$, подтверждает ее хорошую термическую стабильность. Вместе с этим при $t = 600 \text{ }^\circ\text{C}$ в аморфной частице $(\text{AlCaCe})\text{O}$, расположенной на поверхности покрытия, наблюдаются нанокристаллические частицы (рис. 7, *г*). Их межплоскостные расстояния ($3,05 \text{ \AA}$, $2,90 \text{ \AA}$) соответствуют смешанному оксиду CaAl_2O_4 моноклинной сингонии.

Механические и трибологические свойства покрытий

Результаты инструментального наноиндентирования (рис. 8, *а*) показали, что ЭИКО увеличивает твердость и понижает модуль упругости подложки из сплава АЖК. Присутствие Ег в покрытиях оказывает более заметное влияние на твердость по сравнению с легированием электрода Се. Причем максимальные ее значения ($12,3 \pm 0,3$ и $10,2 \pm 0,3$ ГПа соответственно) зафиксированы после использования при обработке катодной полярности. На рис. 8, *б* также представлены зависимости отношения H/E , характеризую-

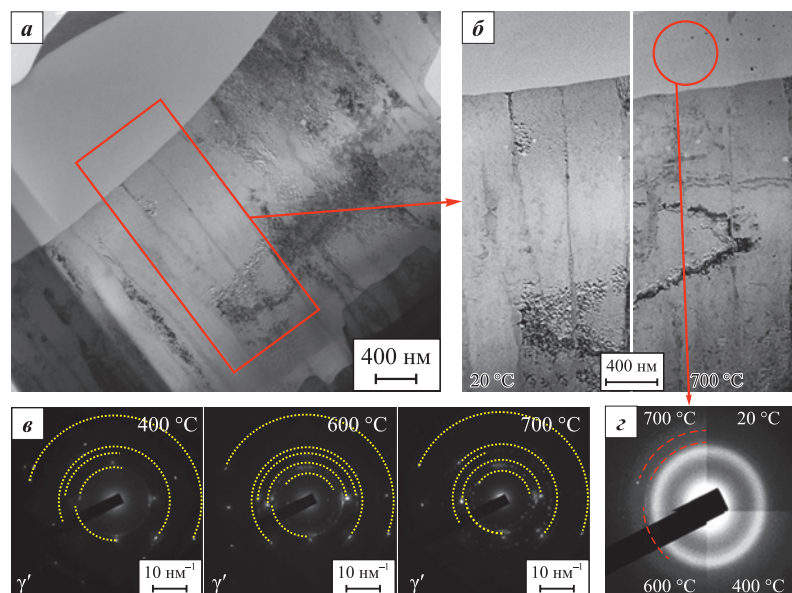


Рис. 7. Общий вид ламели (а), увеличенные ее изображения до и после вакуумного нагрева от 400 до 700 °С в колонне ПЭМ (б), а также картины дифракции от зон столбчатых кристаллов γ' (в) и аморфного оксида (г)

Fig. 7. Overall view of the lamella (a), images before and after vacuum heating to 400 and 700 °C in the TEM column (b), electron diffraction patterns from γ' columnar crystal zones (c), and from the amorphous oxide (d)

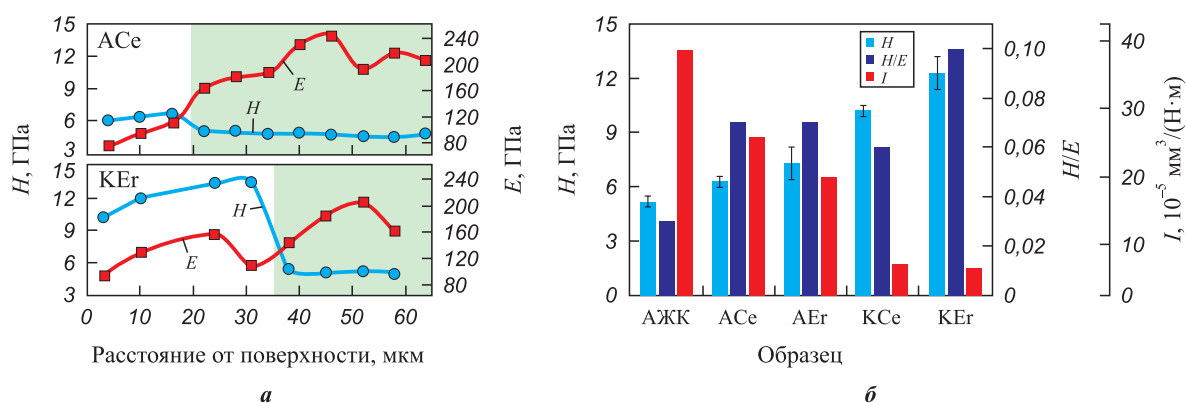


Рис. 8. Распределение твердости и модуля упругости по толщине образца (а) и сопоставление значений H , H/E и приведенного износа образцов (б)

Fig. 8. Profiles of hardness (H) and Young's modulus (E) across the sample thickness (a) and comparison of hardness, H/E ratio, and wear rate of the samples (b)

щего «живучесть» покрытий. Примечательно, что покрытия имеют низкие значения модуля упругости ($E \leq 160$ ГПа), что не типично для интерметаллидов: 178 ГПа для Ni_3Al и 284 для NiAl [14].

На рис. 8, б и 9, б видно, что ЭИКДО приводит к повышению износостойкости никелевого сплава, причем для катодной полярности в большей степени (до 6 раз), чем для анодной (до 2 раз). Эрбий в составе покрытия сильнее влияет на повышение этих характеристик. Отмеченные особенности влияния РЗМ и полярности электродов на износостойкость покрытий коррелируют со структурой, состоящей из двух интерметаллидов. В частности, покрытия со структурой ($\beta\text{-NiAl} + \gamma'\text{-Ni}_3\text{Al}$), обладающие максимальной

твердостью, характеризуются отличной износостойкостью, значения которой находятся в пределах от $6,0 \cdot 10^{-5}$ до $7,5 \cdot 10^{-5}$ мм³/(Н·м).

Представленные на рис. 9, а зависимости коэффициента трения от количества циклов иллюстрируют повышенную амплитуду коэффициента трения–скольжения в паре со стальным шариком для необработанного сплава АЖК и после анодной ЭИКДО. Средние его значения находятся в интервале от 0,45 до 0,35, и их снижение до 0,3 наблюдается у покрытий, полученных при катодной полярности (серия К).

Для детального исследования механизма износа образцов получены РЭМ-изображения дорожек (рис. 10) и проведена ЭДС. На основе анализа полу-

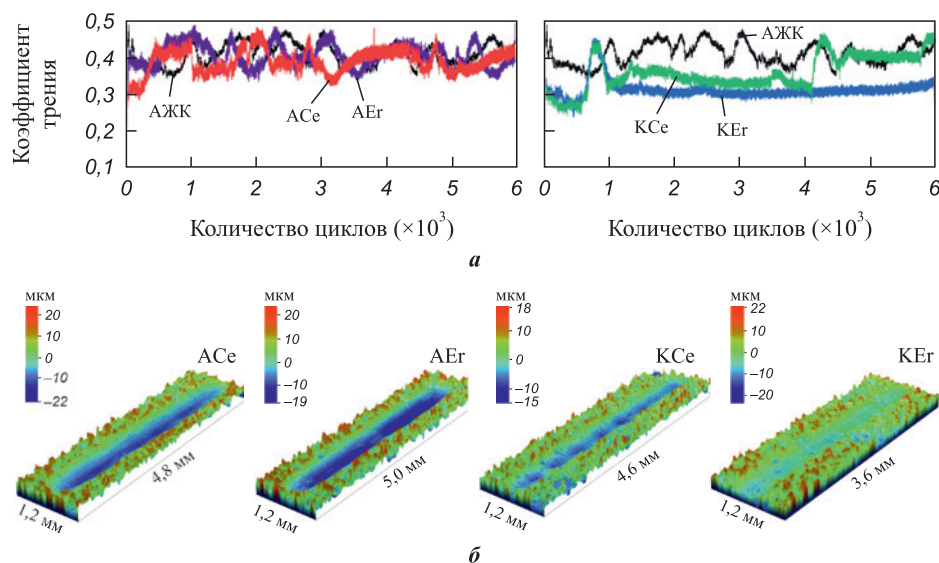


Рис. 9. Кривые коэффициента трения (а) и 3D-изображения дорожек износа (б)

Fig. 9. Friction coefficient curves (a) and 3D images of wear tracks (b)

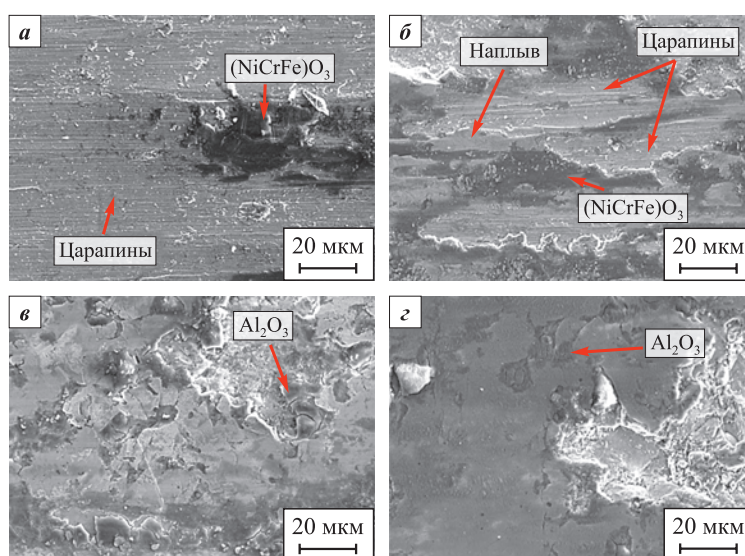


Рис. 10. РЭМ-изображения во вторичных электронах дорожек износа образцов ACe (а), AEr (б), KCe (в), KEr (г)

Fig. 10. SEM secondary electron images of wear tracks for the samples: ACe (a), AEr (b), KCe (v), and KEr (z)

ченных данных можно предположить два основных механизма износа покрытий. Они коррелируют с их структурой, определяемой полярностью электродов при ЭИКДО. Так, скольжение шарика по покрытиям серии А сопровождается образованием глубоких бороздок, а также многочисленными наплывами, что связано с возникновением локальной пластической деформации (рис. 10, а, б).

Поверхности дорожек износа покрытий серии К имеют другую морфологию, для которой характерны спрессованные при испытании под нагрузкой продукты износа (рис. 10, в, г). По данным ЭДС, дно дорожки износа обеднено алюминием (28,2 ат. % Al и 47,9 ат. % Ni). При этом продукты износа состоят

из Al_2O_3 , образующегося в результате избирательного окисления Al. Таким образом, износ этих покрытий определяется преимущественным окислением алюминия и уплотнением окисленных продуктов износа, что в совокупности обеспечивает образование защитного трибослоя.

Стойкость покрытий к высокотемпературному окислению

На рис. 11 и в табл. 4 представлены результаты качественного и количественного анализов фазового состава образцов после 30 ч окислительного отжига при $t = 1000^\circ\text{C}$. На рентгенограмме сплава АЖК

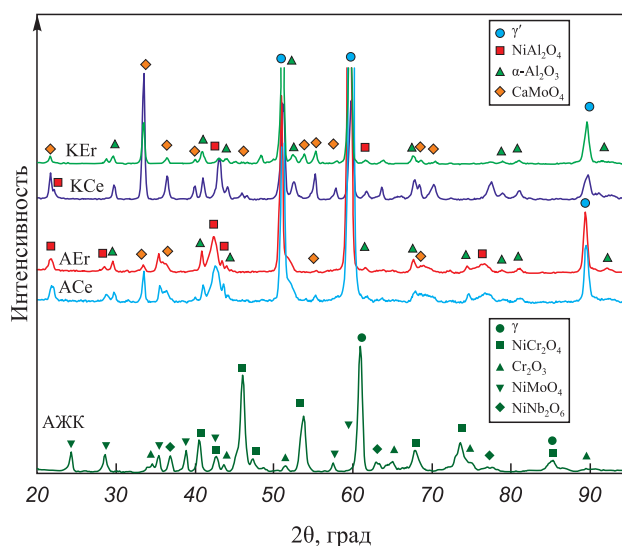


Рис. 11. Дифрактограммы образцов после 30 ч окислительного отжига при $t = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$

Fig. 11. XRD patterns of the samples after 30 h of oxidative annealing at $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$

Таблица 4. Фазовый состав образцов после 30 ч окислительного отжига при $t = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$

Table 4. Phase composition of the samples after 30 h of oxidative annealing at $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$

Образец	Фаза	Доля, мас. %	Период решетки, Å	
			<i>a</i>	<i>c</i>
АЖК-подложка	NiCr ₂ O ₄	46,2	8,276	—
	γ	19,1	3,588	—
	NiMoO ₄	14,3	—	—
	Cr ₂ O ₃	14,3	4,965	13,556
	NiNb ₂ O ₆	6,2	4,696	3,032
ACe	γ'-Ni ₃ Al	72,2	3,596	—
	α-Al ₂ O ₃	12,7	4,763	13,004
	NiAl ₂ O ₄	12,2	8,160	—
	CaMoO ₄	2,9	—	—
AEr	γ'-Ni ₃ Al	61,8	3,596	—
	NiAl ₂ O ₄	18,1	8,172	—
	α-Al ₂ O ₃	17,2	4,769	13,007
	CaMoO ₄	2,9	—	—
KCe	γ'-Ni ₃ Al	29,6	3,594	—
	NiAl ₂ O ₄	28,9	8,094	—
	α-Al ₂ O ₃	26,7	4,771	13,033
	CaMoO ₄	14,8	5,244	11,470
KEr	γ'-Ni ₃ Al	46,7	3,585	—
	NiAl ₂ O ₄	23,0	8,078	—
	α-Al ₂ O ₃	21,2	4,773	13,040
	CaMoO ₄	9,1	—	—

присутствуют дифракционные пики простого оксида Cr₂O₃ и шпинелей NiCr₂O₄, NiMoO₄, NiNb₂O₆.

Несмотря на схожий качественный фазовый состав ЭИДКО-покрытий после длительного окислительного отжига, количественное соотношение фаз заметно отличается (табл. 4) и зависит от полярности электродов. При этом в отожженных образцах с покрытием сохраняется большая доля γ'-фазы (от 72–30 мас. %). Это означает, что оксидные слои, образованные на поверхности покрытий, относительно тонкие и могут быть полностью проницаемы для рентгеновских лучей при съемке в фокусировке по Бреггу–Брентано. Таким образом, после изотермической выдержки покрытий ACe и AEr в поверхностном слое преобладают фазы α-Al₂O₃ и NiAl₂O₄, а CaMoO₄ обнаружена лишь в небольших количествах (до 3 мас. %). После окисления покрытий KCe и KEr доля CaMoO₄ возрастает до 15 мас. %, а суммарное количество α-Al₂O₃ и NiAl₂O₄ достигает 25–56 мас. %.

Изображения поперечных шлифов (рис. 12) образцов, подвергнутых окислительному отжигу, подтверждают результаты РСФА. Общая толщина оксидных слоев, сформированных на поверхности покрытий, достигает 2,5 мкм, что значительно ниже (до 10 раз) толщины оксидного слоя на сплаве АЖК (около 25 мкм). Причем минимальная толщина оксидного слоя зафиксирована у покрытий, полученных при анодной полярности.

Оксидные слои имеют двухслойное строение. Внешний сплошной оксидный слой NiAl₂O₄ имеет структуру шпинели, в нем распределены мелкие частицы CaMoO₄. Ниже находится слой из α-Al₂O₃, границы которого (выделены синими стрелками на вставке рис. 12, б) обогащены Er и Ce. По данным ЭДС (обл. 1, табл. 5) бескислородная область покрытия обеднена Al (7,8 ат. %). Эти данные позволяют предположить, что под оксидными слоями расположена зона не из γ'-фазы, как было идентифицировано РСФА, а из зерен γ' + γ.

Оксидные слои покрытий, полученных при катодной полярности (рис. 12, в, г), имеют также гетерогенное строение. На поверхности обнаружены зерна CaMoO₄, под которыми находится сплошной слой из NiAl₂O₄ и α-Al₂O₃. В нем также распределены мелкие частицы CaMoO₄. Бескислородная зона покрытий состоит из γ'-зерен, что свидетельствует о фазовом переходе из β- в γ'-фазу в результате взаимодействия алюминия с атомами кислорода. Помимо этого, на границе раздела покрытие–подложка присутствуют агломераты частиц, что нетипично для покрытий серии А. По данным ЭДС (обл. 6, табл. 5) эти частицы содержат тугоплавкие элементы, что соответствует топологически плотноупакованным (ТПУ) фазам.

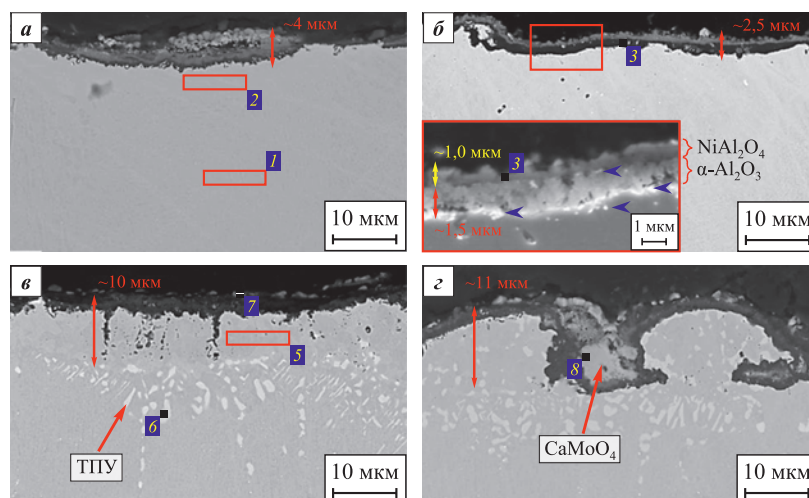


Рис. 12. РЭМ-изображения в обратноотраженных электронах поперечных шлифов покрытий АСс (а), АЕр (б), КСс (в), КЕр (г) после 30 ч окислительного отжига при $t = 1000^\circ\text{C}$

На вставке увеличенное изображение во вторичных электронах

Fig. 12. SEM backscattered electron images of cross-sections of ACE (a), AEr (b), KCe (c), and KEr (d) coatings after 30 h of oxidative annealing at 1000°C

Inset: magnified secondary electron image

Таблица 5. Результаты ЭДС областей, показанных на рис. 12

Table 5. EDS results of the regions shown in Fig. 12

Область	Содержание, ат. %									
	O	Al	Ni	Cr	Co	Mo	Nb	Ca	Ce	Er
1	–	7,8	63,4	16,1	6,2	4,5	2,0	–	–	–
2	–	5,6	62,3	18,5	6,9	5,7	1,0	–	–	–
3	60,7	37,5	1,0	0,5	–	0,2	0,1	–	–	–
4	57,6	25,8	9,8	5,4	1,1	–	0,1	–	–	–
5	–	18,9	68,4	6,1	3,9	1,5	1,2	–	–	–
6	–	1,5	29,1	40,5	8,5	20,4	–	–	–	–
7	70,4	0,8	–	–	–	14,0	0,2	13,5	1,0	–
8	65,3	2,3	0,9	0,3	–	15,3	–	14,8	–	1,1

На рис. 13 представлены кинетические кривые окисления не обработанного и подвергнутых ЭИО образцов при 30-часовой изотермической выдержке при $t = 1000^\circ\text{C}$. Также, для сравнения, представлены результаты кинетики окисления покрытия, полученного при анодной полярности ЭИКДО электродом Al–7 ат. %Ca–1 ат. %Mn (обр. AMn). На рис. 13, а маркерами показаны экспериментальные данные, а сплошной линией приведены результаты их аппроксимации, вычисленные эмпирическим методом по формулам, представленным в табл. 6. Зависимость между приростом массы и временем окисления АЖК-сплава выражается линейным законом, что подтверждается близкими к единице значениями коэффициента аппроксимации. У этого образца (рис. 14, б) после 30 ч изотермической выдержки наблюдается разрушенная поверхность зеленого цвета, что, веро-

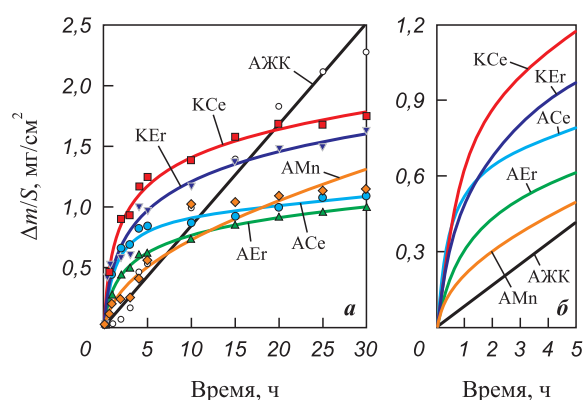


Рис. 13. Кинетика окисления образцов (а) и аппроксимационные кривые начальной стадии (5 ч) окисления (б)

Fig. 13. Oxidation kinetics curves of the samples (a) and approximation curves of the initial oxidation stage (5 h) (b)

Таблица 6. Параметры уравнения регрессии кинетических кривых окисления образцов

Table 6. Regression equation parameters for the oxidation kinetics curves of the samples

Образец	Константа процесса окисления K_p	Уравнение подгонки	Коэффициент аппроксимации R
АЖК	0,08	$K = 0,08t$	0,979
АСе	0,16	$K = 0,16\ln t$	0,971
АЕг	0,22	$K = 0,22\ln t$	0,995
КСе	0,34	$K = 0,34\ln t$	0,983
КЕг	0,36	$K = 0,36\ln t$	0,971
АМн	0,26	$K = 0,25t^{0,5}$	0,921

K – удельный прирост массы образцов, мг/см²;
 t – длительность испытания, ч.

ятно, обусловлено образованием оксида никеля или хрома.

Кинетические кривые окисления подтверждают (рис. 13), что применение комбинированной ЭИКДО жаропрочного сплава АЖК электродами на основе Al–Ca существенно повысило стойкость к окислению при $t = 1000$ °С. Если прирост массы покрытия АМн подчиняется степенному закону (табл. 6), то окисление покрытий с РЗМ имеет логарифмический характер. В целом кривые окисления покрытий можно разделить на две стадии: начальная (0–5 ч) и стабильная (5–30 ч). Однако несмотря на степенную кинетику начальной стадии окисления образца АМн наблюдается наименьший угол наклона кривой (рис. 13, б), что свидетельствует о самой низкой скорости окисления на этом этапе. Другие образцы при логарифмическом характере окисления демонстрируют быстрый удельный прирост массы на начальной стадии, но на стабильной стадии он замедляется с ростом толщины оксидного слоя. Таким образом, переход от степенного к логарифмическому закону объясняется замедлением диффузии кислорода через уже сформированный оксидный слой.

Обсуждение результатов

Роль редкоземельных элементов как в составе покрытий, так и в никелевых суперсплавах исследована в ряде работ [9; 16; 17]. Однако не существует единой теории, которая могла бы объяснить пользу такого легирования. Легирование никелевых суперсплавов РЗМ (Y, Ce, La, Hf и Er) и покрытий на их основе снижает скорость окисления за счет улучшения пластичности и адгезии оксидного слоя с базовым сплавом. Малые добавки РЗМ ускоряют зарождение оксидов хрома и алюминия [18], способствуя быстрому формированию защитного слоя. Благодаря

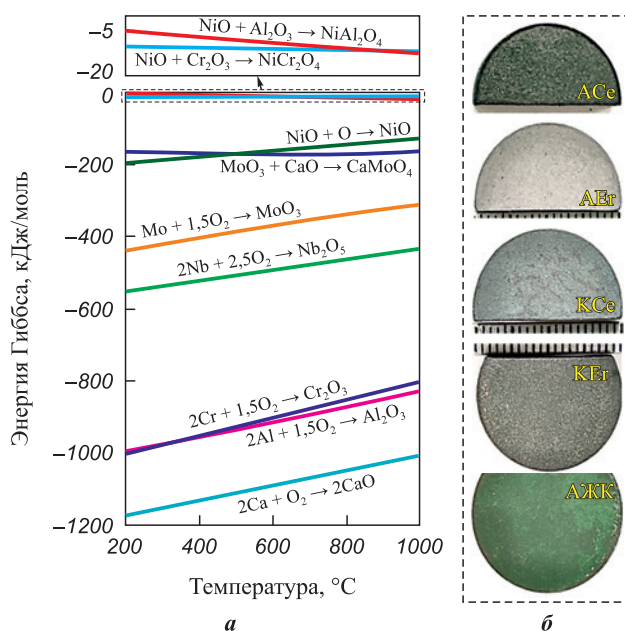


Рис. 14. Свободная энергия образования (ΔG) оксидов в зависимости от температуры (построена по результатам базы данных FactSage [15]) (а) и внешний вид образцов после 30 ч изотермической выдержки при $t = 1000$ °С (б)

Fig. 14. Gibbs free energy of oxide formation (ΔG) as a function of temperature (calculated using FactSage database [15]) (a) and surface appearance of the samples after 30 h of isothermal exposure at 1000 °C (b)

большим атомным радиусам и высокой химической активности РЗМ в покрытиях формируются дисперсные фазы (например, $Ni_xAl_y(Hf,Zr)_z$ [19], $LaCrO_3$ [20]), блокирующие зернограничную диффузию катионов (Al^{3+} , Cr^{3+} , Ni^{2+} , Ta^{5+} [21; 22]). В работе [23] показано, что присутствие Се (0,038 мас. %) повышает активность алюминия после окислительного отжига при $t = 1150$ °С суперсплава IC21 с покрытием Al–Si, уменьшая необходимую концентрацию Al для образования защитного слоя $\alpha-Al_2O_3$. Кроме того, Се замедляет полиморфное превращение метастабильного $\theta-Al_2O_3$ в стабильный $\alpha-Al_2O_3$, подавляя объемную усадку оксидного слоя [24] и снижая вероятность образования трещин.

В то же время избыточное содержание РЗМ в сплавах огрубляет структуру и ухудшает их механические свойства [25], а также может привести к разрушению оксидного слоя. Поэтому состав электродов был подобран таким образом, чтобы он был близок к эвтектической точке на диаграмме состояния. Это позволило создать жидкотекучий реакционный расплав на поверхности металла при ЭИКДО, который активно взаимодействует с элементами подложки. Несмотря на то, что содержание РЗМ в покрытии не превышает 0,5 ат. %, этого количества достаточно, чтобы оказывать заметное влияние на свойства покрытий.

Выбор полярности электродов при ЭИКДО определяет структурно-фазовые превращения при формировании покрытий. Поскольку такая обработка реализуется в вакууме [10; 12], искровой пробой при отводе электрода на небольшую дистанцию сопровождается не только высвобождением энергии на аноде, но и импульсным дуговым испарением катода (рис. 15). В результате при катодной полярности происходит дополнительное распыление электрода, увеличивая удельный привес массы подложки и толщину покрытия. И наоборот, при анодной полярности происходит частичное испарение поверхностного слоя покрытия.

Формирование покрытий на основе β -NiAl возможно только при катодной полярности, поскольку интенсивное испарение электрода приводит к обогащению покрытий алюминием. Однако такие покрытия склонны к растрескиванию из-за разницы коэффициентов термического расширения β -NiAl ($15 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [26]) и Ni-сперсплавов ($12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [27]). Они имеют менее выраженную кристаллографическую текстуру (см. рис. 6, в, з), что обусловлено более сильным нагревом подложки.

Анодная полярность способствует формированию покрытия на основе γ' -Ni₃(AlCr). При этом минимальный нагрев подложки обеспечивает направленный теплоотвод вглубь материала [28; 29], создавая условия для равномерного роста зерен с преобладающей кристаллографической ориентацией $\langle 100 \rangle$. Уменьшение размера сечения столбчатых кристаллитов относительно сплава АЖК (вставка на рис. 5, а) связано со сверхбыстрыми скоростями кристаллизации в процессе ЭИКДО [30; 31], что в целом повышает твердость и износостойкость. Кроме того, формирование наночастиц (Al–Ca–РЗМ)О *in-situ* на границах зерен снижает подвижность дислокаций, образуя дислокационные петли. О положительном

влиянии оксидных включений на упрочнение покрытий также было указано в работе [32].

Окисление покрытий независимо от полярности обработки протекает по логарифмическому закону: в начальной стадии наблюдается быстрый прирост массы, который замедляется с ростом толщины оксидного слоя. Высокая скорость окисления на этом этапе обусловлена селективным окислением Al, сопровождающимся формированием Al_2O_3 ($-890,4 \text{ кДж/моль}$) (рис. 14, а). По всей видимости, наличие наночастиц (Al–Ca–РЗМ)О ускоряет образование Al_2O_3 . Растворимость РЗМ в Al_2O_3 или Cr_2O_3 очень низкая [19], поэтому их оксиды располагаются на границах раздела металл–оксид (рис. 13, б). С другой стороны, было показано (см. рис. 7), что при вакуумном отжиге покрытий происходит кристаллизация наночастиц CaAl_2O_4 , изоструктурных оксиду алюминия. Из-за более низкой энергии они ускоряют рост зерен Al_2O_3 . На границах тонкого слоя α - Al_2O_3 присутствуют обогащенные РЗМ частицы, которые повышают адгезию оксидных слоев и снижают концентрацию напряжений, что предотвращает образование трещин.

Длительная изотермическая выдержка покрытий АСе и АЕг в кислородсодержащей среде приводит к формированию NiAl_2O_4 ($-12,5 \text{ кДж/моль}$) в результате диффузии Ni через тонкую пленку Al_2O_3 на ее поверхность. Таким образом, у этих покрытий диффузию атомов кислорода существенно ограничивает гетерогенный слой $\text{NiAl}_2\text{O}_4/\alpha$ - Al_2O_3 , упрочненный частицами CaMoO_4 . Это подтверждается (см. табл. 6) низкими значениями константы скорости ($K_p = 0,16 \div 0,22$) по сравнению с покрытиями КСе и КЕг.

Несмотря на наличие трещин в покрытиях КСе и КЕг, они демонстрируют низкий прирост массы по сравнению с АЖК-сплавом. Диффузия атомов кислорода по трещинам происходит до 15 ч окислительного отжига, затем укрупнение зерен CaMoO_4 внутри трещин ее блокирует. Таким образом, трещины являются каналами для восходящей диффузии Мо, необходимой для образования зерен CaMoO_4 , а затем слияния их в непрерывный слой. Согласно работе [8] эти зерна с тетрагональной структурой шеелита $I4_1/a$ обладают превосходной термической стабильностью и сверхнизкой теплопроводностью при $T = 400 \div 1000 \text{ K}$ ($0,6 \div 1,2 \text{ Вт/(м·K)}$), что ниже, чем у теплоизоляционных слоев термобарьерных покрытий, таких как YSZ ($1,5 \div 3,0 \text{ Вт/(м·K)}$).

Закключение

Изучены особенности формирования стойких к износу и окислению покрытий, формируемых путем комбинированной электроискровой и катодно-

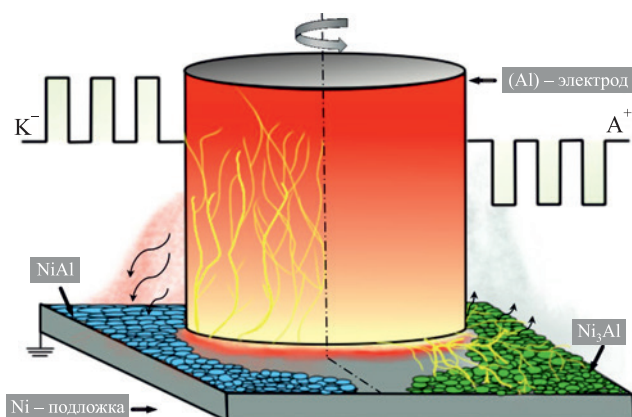


Рис. 15. Схематическое изображение процесса ЭИКДО в зависимости от полярности электрода

Fig. 15. Schematic illustration of the ESCAT process as a function of electrode polarity

дуговой обработки образцов никелевого сплава АЖК. Найдены оптимальные режимы ЭИКДО электродами Al–Ca–Er и Al–Ca–Ce, позволившие сформировать покрытия толщиной 15–20 мкм, состоящие из столбчатых кристаллитов с поперечным размером менее 300 нм и содержащих γ' -Ni₃Al и β -NiAl. Покрытия увеличили твердость подложки с 5,2 до 12,3 ГПа, а износостойкость – в 6 раз. Применение электрода Al–Ca–Er обеспечило рост жаростойкости сплава АЖК при $t = 1000$ °С за счет смены закона окисления с линейного на логарифмический в результате образования защитного слоя NiAl₂O₄/α-Al₂O₃ толщиной 3 мкм с частицами CaMoO₄.

Список литературы / References

1. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года. *Авиационные материалы и технологии*. 2012;(S):7–17.
Kablov E.N. Strategic areas of developing materials and their processing technologies for the period up to 2030. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii*. 2012;(S):7–17. (In Russ.).
2. Long H., Mao S., Liu Y., Zhang Z., Han X. Microstructural and compositional design of Ni-based single crystalline superalloys. A review. *Journal of Alloys and Compounds*. 2018;743:203–220.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.224>
3. Сиротин Н.Н., Марчуков Е.Ю., Новиков А.С. Повреждаемость и работоспособность авиационных ГТД: Справочник. М.: Наука; 2015. 551 с.
4. Xie Yu., Wang M.. Epitaxial MCrAlY coating on a Ni-base superalloy produced by electrospark deposition. *Surface and Coatings Technology*. 2006; 201(6):3564–3570.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.08.107>
5. Zamulaeva E.I., Levashov E.A., Sviridova T.A., Shvynidina N.V., Petrzhik M.I. Pulsed electrospark deposition of MAX phase Cr₂AlC based coatings on titanium alloy. *Surface and Coatings Technology*. 2013;235:454–460.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.08.002>
6. Burkov A.A., Chigrin P.G., Kulik M.A. Effect of TaC content on microstructure and wear behavior of PRMMC Fe-TaC coating manufactured by electrospark deposition on AISI304 stainless steel. *Surface and Coatings Technology*. 2024;494(2):131446.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2024.131446>
7. Муканов С.К., Петржик М.И., Логинов П.А., Левашов Е.А. Влияние легирования марганцем на структуру и свойства электроискровых покрытий на никелевом жаропрочном СЛС-сплаве ЭП741НП. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2024;(2):70–84.
<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2024-2-70-84>
Mukanov S.K., Petrzhik M.I., Loginov P.A., Levashov E.A. Influence of manganese alloying on the structure and properties of electrospark coatings of EP741NP heat-resistant nickel LPBF alloy. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 2024;(2):70–84.
<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2024-2-70-84>
8. Mukanov S.K., Petrzhik M.I., Kudryashov A.E., Naumova E.A., Baskov F.A., Loginov P.A., Levashov E.A. Enhancing high-temperature oxidation resistance of nickel superalloy obtained by laser powder bed fusion via reactive electric spark treatment. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2024;34(12):3935–3948.
[https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(24\)66649-5](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(24)66649-5)
9. Li J.G., Wang N., Liu J.D., Xu W. Influence of rare earth elements (Y, La and Ce) on the mechanical properties and oxidation resistance of nickel-based superalloys: A critical review. *Journal of Materials Science & Technology*. 2024;195:9–21.
<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2023.11.077>
10. Kuptsov K.A., Sheveyko A.N., Sidorenko D.A., Shtansky D.V. Electro-spark deposition in vacuum using graphite electrode at different electrode polarities: Peculiarities of microstructure, electrochemical and tribological properties. *Applied Surface Science*. 2021;566:150722.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2021.150722>
11. Басков Ф.А., Сентюрин Ж.А., Логачев И.А., Крутиков Н.И., Левашов Е.А. Влияние ГИП и ТО на структуру и свойства никелевого жаропрочного сплава АЖК, полученного методом СЛС. В кн.: *Сборник докладов 12-го Международного симпозиума «Порошковая металлургия: Инженерия поверхности. новые порошковые композиционные материалы. сварка»* (Минск, 7–9 апреля 2021 г.). Ч. 1. Под ред. А.Ф. Ильюшенко и др. Минск: Беларуская навука; 2021. С. 136–141.
12. Naumova E.A., Vasina M.A., Chernogorova O.P., Rogachev S.O., Zadorozhnyi M.Yu., Bobrysheva A.O. Investigation of the effect of cerium on the structure and properties of calcium-containing aluminum alloys. *Metallurgist*. 2024;67:1302–1314.
<https://doi.org/10.1007/s11015-024-01622-8>
13. Sheveyko A.N., Kuptsov K.A., Kiryukhantsev-Korneev Ph.V., Kaplansky Yu.Yu., Orekhov A.S., Levashov E.A. Protective coatings for LPBF Ni-based superalloys using a combination of electrospark deposition and pulsed arc evaporation methods. *Applied Surface Science*. 2022;581:152357.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2021.152357>
14. Бунтушкин В.П., Базылева О.А., Буркина В.И. Высокотемпературные жаропрочные сплавы на основе интерметаллида Ni₃Al для деталей горячего тракта ГТД. *Авиационная промышленность*. 2007;(2):41–43.
Buntushkin V.P., Bazyleva O.A., Burkina V.I. High-temperature heat-resistant alloys based on the Ni₃Al intermetallic compound for hot section parts of gas turbine engines. *Aviatsionnaya promyshlennost'*. 2007;(2):41–43. (In Russ.).
15. Bale C.W., Bélisle E., Chartrand P., Decterov S.A., Eriksson G., Gheribi A.E., Hack K., Jung I.H., Kang Y.B., Melançon J., Pelton A.D., Petersen S., Robelin C., Sangster J., Spencer P., Van Ende M.A. Reprint of: FactSage thermochemical software and databases. *Calphad*. 2016; 55(1):1–19. <https://doi.org/10.1016/j.calphad.2016.07.004>
16. Thanneeru R., Patil S., Deshpande S., Seal S. Effect of trivalent rare earth dopants in nanocrystalline ceria coatings

- for high-temperature oxidation resistance. *Acta Materialia*. 2007;55(10):3457–3466.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.01.043>
17. Pint B.A. Experimental observations in support of the dynamic-segregation theory to explain the reactive-element effect. *Oxidation of Metals*. 1996;45(1):1–37.
<https://doi.org/10.1007/BF01046818>
 18. Dai J., Zhu J., Chen C., Weng F. High temperature oxidation behavior and research status of modifications on improving high temperature oxidation resistance of titanium alloys and titanium aluminides: A review. *Journal of Alloys and Compounds*. 2016;685:784–798.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.06.212>
 19. Chevalier S. What did we learn on the reactive element effect in chromia scale since Pfeil's patent? *Materials and Corrosion*. 2014;65(2):109–115.
<https://doi.org/10.1002/maco.201307310>
 20. Guo H., Li D., Zheng L., Gong S., Xu H. Effect of co-doping of two reactive elements on alumina scale growth of β -NiAl at 1200 °C. *Corrosion Science*. 2014;88:197–208.
<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2014.07.036>
 21. Song X., Wang L., Liu Y., Ma H. Effects of temperature and rare earth content on oxidation resistance of Ni-based superalloy. *Progress in natural science: Materials International*. 2011;21(3):227–235.
[https://doi.org/10.1016/S1002-0071\(12\)60035-5](https://doi.org/10.1016/S1002-0071(12)60035-5)
 22. Daroonparvar M., Yajid M.A.M., Kay C.M., Bakhsheshi-Rad H., Gupta R.K., Yusof N.M., Ghandvar H., Arshad A., Zulkifli I.S.M. Effects of Al_2O_3 diffusion barrier layer (including Y-containing small oxide precipitates) and nanostructured YSZ top coat on the oxidation behavior of HVOF NiCoCrAlTaY/APS YSZ coatings at 1100 °C. *Corrosion Science*. 2018;144:13–34.
<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.07.013>
 23. Pang X.J., Li S.S., Qin L., Pei Y.L., Gong Sh.K. Effect of trace Ce on high-temperature oxidation behavior of an Al–Si-coated Ni-based single crystal superalloy. *Journal of Iron and Steel Research International*. 2019;26(1):78–83.
<https://doi.org/10.1007/s42243-018-0214-0>
 24. Pint B.A., Treska M., Hobbs L.W. The effect of various oxide dispersions on the phase composition and morphology of Al_2O_3 scales grown on β -NiAl. *Oxidation of Metals*. 1997;47(1):1–20.
<https://doi.org/10.1007/BF01682369>
 25. Wang H., Wang A., Li C., Yu X., Xie J., Liang T., Liu C. Effects of rare earth metals on microstructure, mechanical properties, and pitting corrosion of 27 % Cr hyper duplex stainless steel. *Reviews on Advanced Materials Science*. 2022;61(1):873–887.
<https://doi.org/10.1515/rams-2022-0284>
 26. Yuan J., Wang Q., Liu X., Lou S., Li Q., Wang Z. Microstructures and high-temperature wear behavior of NiAl/WC-Fe_x coatings on carbon steel by plasma cladding. *Journal of Alloys and Compounds*. 2020;842:155850.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155850>
 27. Sung P.K., Poirier D.R. Estimation of densities and coefficients of thermal expansion of solid Ni-base superalloys. *Materials Science and Engineering: A*. 1998;245:135–141.
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00699-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00699-0)
 28. Xie Y.J., Wang M.C. Epitaxial MCrAlY coating on a Ni-base superalloy produced by electrospark deposition. *Surface and Coatings Technology*. 2006;201(6):3564–3570.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.08.107>
 29. Xie Y.J., Wang M.C. Microstructural morphology of electrospark deposition layer of a high gamma prime superalloy. *Surface and Coatings Technology*. 2006;201(3–4):691–698.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.12.034>
 30. Petrzhik M., Molokanov V., Levashov E. On conditions of bulk and surface glass formation of metallic alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017;707:68–72.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.293>
 31. Mukanov S.K., Petrzhik M.I., Kudryashov A.E., Basikov F.A., Levashov E.A. Improving the wear and heat resistance of niobium substrate via reactive electrospark treatment using fusible AlCaSiY electrode. *Applied Surface Science*. 2024;670:160663.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2024.160663>
 32. Liu Y., Yang L., Yang X., Zhang T., Sun R. Optimization of microstructure and properties of composite coatings by laser cladding on titanium alloy. *Ceramics International*. 2021;47(2):2230–2243.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.09.063>

Сведения об авторах



Information about the Authors

Самат Куандыкович Муканов – к.т.н., науч. сотрудник научно-учебного центра (НУЦ) СВС, МИСИС–ИСМАН, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (НИТУ МИСИС)

 **ORCID:** 0000-0001-6719-6237

 **E-mail:** smukanov@sisis.ru

Михаил Иванович Петржик – д.т.н., профессор кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий (ПМИФП); вед. науч. сотрудник НУЦ СВС, МИСИС–ИСМАН

 **ORCID:** 0000-0002-1736-8050

 **E-mail:** petrzhik@shs.misis.ru

Александр Евгеньевич Кудряшов – к.т.н., вед. науч. сотрудник НУЦ СВС, МИСИС–ИСМАН

 **ORCID:** 0000-0001-6222-4497

 **E-mail:** aekudr@rambler.ru

Samat K. Mukanov – Cand. Sci. (Eng.), Research Scientist of the Scientific Educational Center of Self-Propagating High-Temperature Synthesis (SHS-Center) of MISIS–ISMAN, National University of Science and Technology “MISIS” (NUST MISIS)

 **ORCID:** 0000-0001-6719-6237

 **E-mail:** smukanov@sisis.ru

Mikhail I. Petrzhik – Dr. Sci. (Eng.), Professor of Department at Powder Metallurgy and Functional Coatings (PM&FC), NUST MISIS; Leading Research Scientist of the SHS-Center, MISIS–ISMAN

 **ORCID:** 0000-0002-1736-8050

 **E-mail:** petrzhik@shs.misis.ru

Alexander E. Kudryashov – Cand. Sci. (Eng.), Leading Research Scientist of the SHS-Center, MISIS–ISMAN

 **ORCID:** 0000-0001-6222-4497

 **E-mail:** aekudr@rambler.ru

Павел Александрович Логинов – д.т.н., ст. преподаватель кафедры ПМиФП, НИТУ МИСИС; ст. науч. сотрудник НУЦ СВС, МИСИС–ИСМАН

 **ORCID:** 0000-0003-2505-2918

 **E-mail:** pavel.loginov.misis@list.ru

Наталья Владимировна Швындина – вед. инженер НУЦ СВС, МИСИС–ИСМАН

 **ORCID:** 0000-0002-4662-544X

 **E-mail:** natali19-03@list.ru

Александр Николаевич Шевейко – науч. сотрудник НУЦ СВС, МИСИС–ИСМАН

 **ORCID:** 0000-0003-3704-515X

 **E-mail:** sheveyko@mail.ru

Константин Александрович Купцов – к.т.н., ст. науч. сотрудник НУЦ СВС, МИСИС–ИСМАН

 **ORCID:** 0000-0003-2585-0733

 **E-mail:** kuptsov.k@gmail.com

Евгений Александрович Левашов – д.т.н., чл.-корр. РАН, профессор, зав. кафедрой ПМиФП, НИТУ МИСИС; директор НУЦ СВС МИСИС–ИСМАН

 **ORCID:** 0000-0002-0623-0013

 **E-mail:** levashov@shs.misis.ru

Pavel A. Loginov – Dr. Sci. (Eng.), Senior Lecturer of the Department of PM&FC, NUST MISIS; Senior Research Scientist of SHS-Center, MISIS–ISMAN

 **ORCID:** 0000-0003-2505-2918

 **E-mail:** pavel.loginov.misis@list.ru

Nataliya V. Shvyndina – Leading Engineer of SHS-Center, MISIS–ISMAN

 **ORCID:** 0000-0002-4662-544X

 **E-mail:** natali19-03@list.ru

Aleksandr N. Sheveyko – Research Scientist of the SHS-Center, MISIS–ISMAN

 **ORCID:** 0000-0003-3704-515X

 **E-mail:** sheveyko@mail.ru

Konstantin A. Kuptsov – Cand. Sci. (Eng.), Senior Research Scientist of the SHS-Center, MISIS–ISMAN

 **ORCID:** 0000-0003-2585-0733

 **E-mail:** kuptsov.k@gmail.com

Evgeny A. Levashov – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Corresponding Member of the RAS, Head of the Department PM&FC, NUST MISIS; Head of SHS-Center, MISIS–ISMAN

 **ORCID:** 0000-0002-0623-0013

 **E-mail:** levashov@shs.misis.ru

Вклад авторов



Contribution of the Authors

С. К. Муканов – подготовка и проведение экспериментов, написание текста статьи, визуализация, обсуждение результатов.

М. И. Петржик – постановка цели и задачи исследования, проведение экспериментов по исследованию механических свойств, анализ данных, корректировка текста, формулировка выводов.

А. Е. Кудряшов – анализ и обсуждение результатов.

П. А. Логинов – проведение экспериментов по просвечивающей электронной микроскопии, обсуждение результатов.

Н. В. Швындина – проведение микроскопических исследований.

А. Н. Шевейко – проведение экспериментов по осаждению покрытий, обсуждение результатов.

К. А. Купцов – проведение экспериментов по осаждению покрытий, обсуждение результатов.

Е. А. Левашов – формирование основной концепции, корректировка текста и выводов.

S. K. Mukanov – preparation and execution of experiments, manuscript writing, visualization, discussion of results.

M. I. Petrzhik – formulation of research goals and objectives, mechanical properties testing, data analysis, manuscript revision, formulation of conclusions.

A. E. Kudryashov – analysis and discussion of results.

P. A. Loginov – transmission electron microscopy experiments, discussion of results.

N. V. Shvyndina – microscopic investigations.

A. N. Sheveiko – coating deposition experiments, discussion of results.

K. A. Kuptsov – coating deposition experiments, discussion of results.

E. A. Levashov – development of the main concept, manuscript and conclusion revision.

Статья поступила 23.04.2025 г.
Доработана 21.05.2025 г.
Принята к публикации 26.05.2025 г.

Received 23.04.2025
Revised 21.05.2025
Accepted 26.05.2025



УДК 621.762

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-77-90>

Обзорная статья

Review article



Аддитивное производство изделий с функционально-градиентной структурой по технологии селективного лазерного сплавления Обзор

Е. В. Борисов, А. В. Репнин , А. А. Попович

Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого
Россия, 195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29 repnin_arseniy@mail.ru

Аннотация. Представлен обзор современных достижений в области функционально-градиентного аддитивного производства по технологии селективного лазерного сплавления (СЛС). Рассмотрены основные принципы создания изделий с функционально-градиентной структурой методом СЛС, включая способы формирования градиентного состава и структуры. Описан процесс формирования переходного слоя синтезируемого материала, который является ключевым для обеспечения требуемых свойств изделий. Проанализированы методы проектирования и моделирования изделий с функционально-градиентной структурой, в том числе с использованием искусственного интеллекта и машинного обучения. Показано, что применение природоподобных принципов строения позволяет создавать изделия с улучшенными механическими, тепловыми и функциональными свойствами. Рассмотрены примеры успешного получения мультиматериальных структур с заданной анизотропией свойств, а также изделий с контролируемым градиентом пористости. Определены перспективные направления применения изделий с функционально-градиентной структурой, включая аэрокосмическую отрасль, медицину, машиностроение и энергетику.

Ключевые слова: селективное лазерное сплавление (СЛС), функционально-градиентные материалы, мультиматериалы, метаматериалы, проектирование, искусственный интеллект

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-79-30004, <https://rscf.ru/project/23-79-30004/>.

Для цитирования: Борисов Е.В., Репнин А.В., Попович А.А. Аддитивное производство изделий с функционально-градиентной структурой по технологии селективного лазерного сплавления. Обзор. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2025;19(4):77–90. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-77-90>

Additive manufacturing of functionally graded products by selective laser melting: A review

E. V. Borisov, A. V. Repnin , A. A. Popovich

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University (SPbPU)
29 Politekhnikeskaya Str., St. Petersburg 195251, Russia repnin_arseniy@mail.ru

Abstract. This paper presents a review of recent advances in functionally graded additive manufacturing using selective laser melting (SLM, also referred to as laser powder bed fusion, LPBF). The fundamental principles of producing functionally graded products by SLM are discussed, including approaches to forming compositional and structural gradients. Particular attention is given to the formation of the transition layer in the synthesized material, which is crucial for achieving the desired properties

of the products. Methods of design and numerical modeling of functionally graded structures are analyzed, including the use of artificial intelligence and machine learning. It is demonstrated that applying bio-inspired design principles enables the development of parts with enhanced mechanical, thermal, and functional properties. Examples are provided of successful fabrication of multi-material products with tailored property anisotropy, as well as products with controlled porosity gradients. The promising application areas of functionally graded products are identified, including aerospace, medicine, mechanical engineering, and energy.

Keywords: selective laser melting, functionally graded materials, multi-materials, metamaterials, design, artificial intelligence

Acknowledgements: The research was supported by the Russian Science Foundation, project No. 23-79-30004, <https://rscf.ru/en/project/23-79-30004/>.

For citation: Borisov E.V., Repnin A.V., Popovich A.A. Additive manufacturing of functionally graded products by selective laser melting: A review. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(4):77–90. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-77-90>

Введение

Функционально-градиентные материалы (ФГМ) представляют собой инновационный класс материалов, характеризующихся непрерывным изменением состава, структуры и свойств в одном или нескольких направлениях [1]. Концепция ФГМ изначально была разработана для аэрокосмической отрасли в Японии в 1980-х годах как решение проблемы создания термостойких материалов, способных выдерживать высокий градиент температуры и значительные механические нагрузки [2]. В отличие от традиционных композитов с резкими границами раздела между компонентами ФГМ характеризуются плавным переходом свойств, что позволяет минимизировать концентрацию напряжений на границах и повысить общую надежность конструкции [3]. Для повышения эффективности реализации принципа получения ФГМ в последнее время широко используются аддитивные технологии, в частности селективное лазерное сплавление (СЛС) [4]. Благодаря возможности точного контроля параметров процесса и состава материала на микроуровне, аддитивные технологии позволяют создавать изделия с функционально-градиентной структурой с заданным распределением свойств, таких как плотность, пористость, твердость, теплопроводность, электропроводность, коррозионная стойкость, биосовместимость и др. [5]. В частности, использование ФГМ позволяет решать такие задачи, как снижение веса конструкций при сохранении прочностных характеристик, повышение термостойкости, улучшение демпфирующих свойств, создание биомедицинских имплантатов с градиентом пористости для лучшей остеоинтеграции и многие другие [6].

Для усиления эффекта использования ФГМ эффективно применение природоподобных принципов строения. Природоподобные материалы воспроизводят принципы живой природы, доказавшие свою эффективность за миллионы лет эволюции [7–11]. Природа выработала стратегии синтеза материалов с исключительными свойствами и многофункцио-

нальностью через неоднородное строение. И хотя природа ограничена в выборе составляющих, современные ученые располагают широким спектром синтетических компонентов [12; 13]. Живые организмы состоят из природных материалов в сложном иерархическом порядке от нано- до макромасштаба и могут быть классифицированы по выраженным механическим, электрическим, оптическим, поверхностным характеристикам и свойствам изменения формы. Примерами служат чешуя рыб с отличными защитными свойствами, паучий шелк и перламутр с превосходной прочностью, а также растения и животные, демонстрирующие возможность изменения формы для выживания [14–17]. На основе этих природных структур создаются коммерческие продукты в машиностроении, робототехнике, авиационном и архитектурном, причем степень соответствия природоподобных материалов зависит от технологий получения – чем точнее воспроизведение, тем более развитыми должны быть технологии [18–23].

В настоящее время многие лаборатории успешно занимаются исследованием и разработкой технологий производства изделий с функционально-градиентной структурой. В частности, институт Фраунгофера в Германии имеет большой опыт в проектировании и создании изделий с функционально-градиентной структурой из металлических, керамических и полимерных материалов. Помимо этого, ученые из исследовательских лабораторий университета Минью (Брага, Португалия), Государственного университета Вашингтона, Харбинского инженерного университета, Хуачжунского университета науки и технологии, Делфтского технического университета, Сингапурского технологического и проектного университета, а также Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого также активно публикуют свои работы по проектированию и созданию изделий с функционально-градиентной структурой.

В данном обзоре представлен анализ современных достижений в области функционально-градиентного аддитивного производства по технологии СЛС.

Рассмотрены основные принципы создания изделий с функционально-градиентной структурой, включая способы формирования градиентного состава и структуры, образования переходного слоя синтезируемого материала, методы проектирования и моделирования, а также перспективные направления применения.

Функционально-градиентные материалы с переменной микроструктурой

Ключевыми параметрами процесса СЛС, влияющими на микроструктуру и свойства получаемых изделий, являются мощность лазера, скорость сканирования, расстояние между отдельными проходами (*hatch distance*), толщина слоя. Их взаимодействие определяет объемную плотность энергии, подводимой к материалу, что, в свою очередь, влияет на режим плавления, скорость охлаждения, формирование микроструктуры и наличие дефектов. Заданная стратегия и параметры лазерного сканирования могут способствовать формированию либо направленной структуры с заданной кристаллографической ориентацией, либо более равномерно распределенных равноосных зерен, либо комбинации вышеуказанных вариантов [24]. Изделие с функционально-градиентной структурой, созданное с различными областями мелкозернистой и высокоориентированной крупнозернистой структуры, доказывает возможность получения материалов, которые могут демонстрировать заданные пользователем функциональные характеристики в различных участках одной детали, но

при этом анизотропия механических свойств сильно зависит от текстуры [25].

Термическая обработка сплава Inconel 718, полученного методом СЛС, сохраняет исходную текстуру и морфологию зерен без признаков рекристаллизации, но приводит к формированию игольчатых преципитатов δ -Ni₃Nb и неизмененных фаз Лавеса, что снижает пластичность материала при одновременном улучшении предела текучести за счет создания барьеров для движения дислокаций [26]. Даже после проведения горячего изостатического прессования сохраняются четкая микроструктурная граница между мелко- и крупнозернистыми областями и преимущественная текстура (100) в зонах крупных направленных зерен, значительно улучшаются механические свойства благодаря растворению нежелательных фаз Лавеса и δ -фазы, а также закрытию пор, что усиливает зависимость предела текучести от размера зерна согласно соотношению Холла–Петча. Комбинированная обработка «горячее изостатическое прессование (ГИП) + термообработка» обеспечивает превосходные механические характеристики по сравнению с литым и деформируемым сплавом Inconel 718 [28].

Разработанная технология создания градиентной структуры в никелевых сплавах позволяет изменять направление распространения усталостной трещины при ее переходе через переходную зону между различными структурами, замедляя рост и распространение разрушения [26]. Установлено, что при распространении усталостной трещины через переходную зону между различными структурами изменяется направление ее движения и, как следствие, замедляется скорость роста (рис. 1).

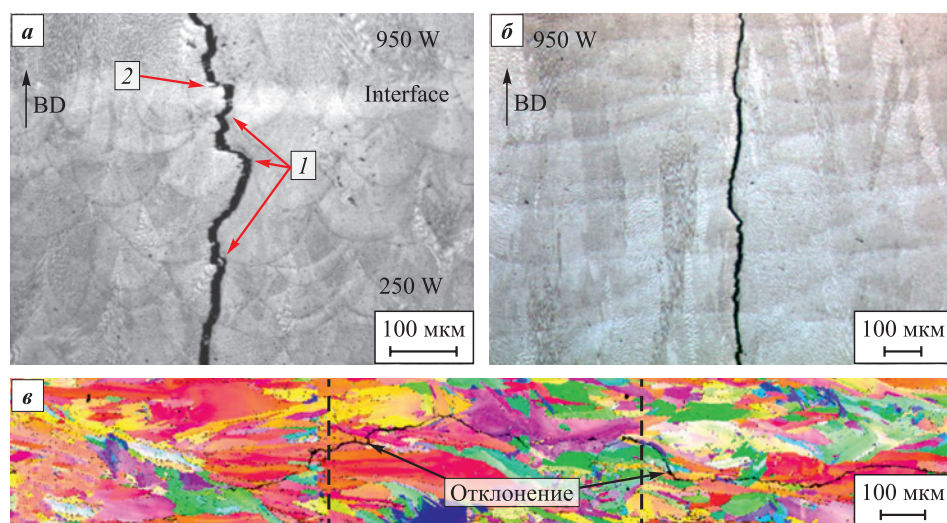


Рис. 1. Изменение траектории движения трещины в зависимости от параметров структуры [26], по результатам оптической (а, б) и сканирующей электронной (в) микроскопии [27]

Fig. 1. Crack path deviation as a function of microstructural parameters [26], based on optical (a, б) and scanning electron (в) microscopy [27]

Функционально-градиентные материалы с переменным составом

Недавние научные достижения позволили осуществить изготовление мультиматериальных изделий с улучшенными механическими свойствами за один производственный цикл в процессе СЛС [29]. Однако для этого требуются существенная переработка конструкции принтера и создание технологий подачи и распределения двух или более порошковых материалов и их последующего разделения [30]. Помимо этого, подобранные материалы должны быть свариваемыми и образовывать надежное соединение без дефектов [31]. Исследования системы «жаропрочная бронза – жаропрочный никелевый сплав ВЖ159 – БрХЦрТВ», полученной методом

СЛС, выявили, что значительное увеличение энергии существенно снижает пористость в переходных зонах мультиматериальных образцов (рис. 2, а). При этом распределение элементов в переходной зоне характеризуется взаимопроникновением Ni и Cu с обеих сторон (рис. 2, б), а микротвердость плавно изменяется от сплава ВЖ159 к БрХЦрТВ на протяжении около 300 мкм (рис. 2, в) [32–34].

Полное смешение сплавов, при котором оба материала фиксируются на рентгенограммах, продолжается до 6-го слоя сплава БрХЦрТВ, а на 7-м слое наблюдается переход к чистому сплаву БрХЦрТВ, что подтверждает ширину переходной зоны в 300 мкм при толщине одного слоя в 50 мкм (рис. 2, г). Механические испытания продемонстрировали, что мультиматериальный образец обладает пределом

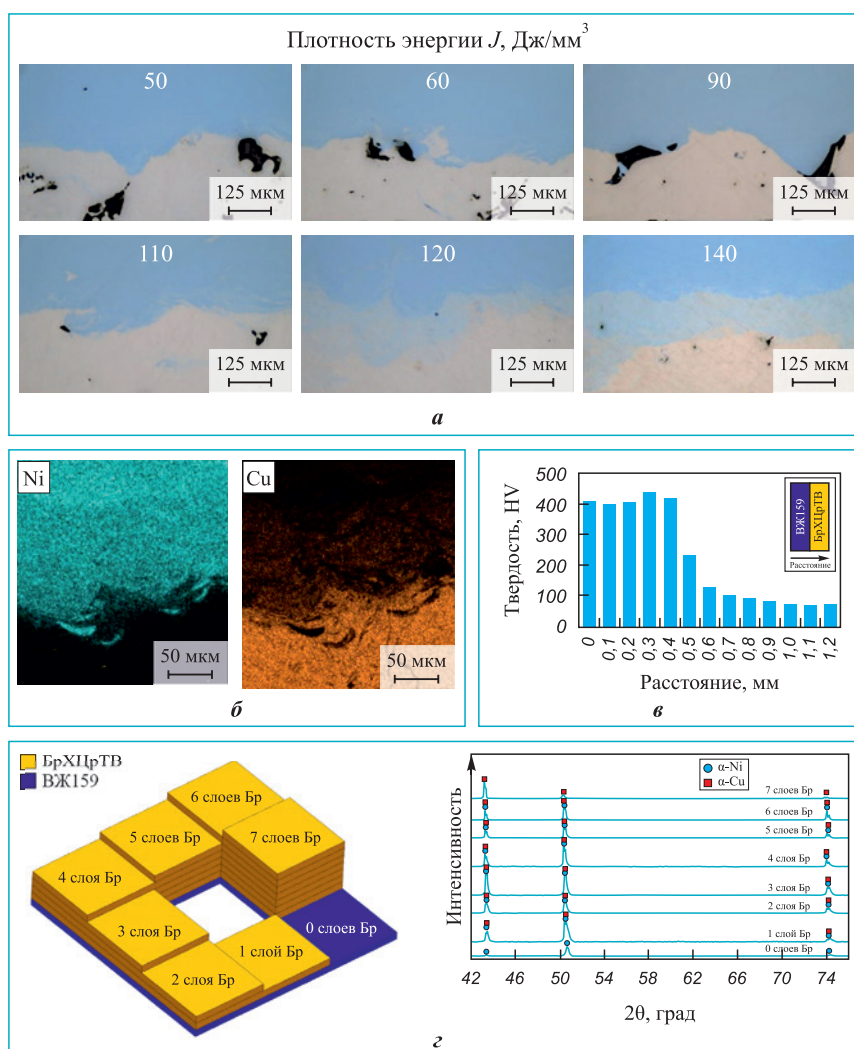


Рис. 2. Результаты исследования мультиматериальной системы ВЖ159/БрХЦрТВ [32–34]

а – анализ дефектов в переходной зоне; б – распределение элементного состава в переходной зоне;
в – исследование твердости; г – оценка ширины переходной зоны

Fig. 2. Results of the investigation of the multi-material system VZh159/BrKhZrTV [32–34]

а – defect analysis in the interfacial zone; б – elemental distribution in the interfacial zone;
в – microhardness profile; г – measurement of interfacial zone width



Рис. 3. Мультиматериальные модели с сетчатыми элементами и заданными свойствами

Fig. 3. Multi-material prototypes with lattice elements and tailored properties

прочности, более чем в 2 раза превышающим показатели БрХЦрТВ, хотя и не достигает характеристик ВЖ159, а для устранения дефекта непроплава при изменении состава в пределах одного слоя необходимо обеспечить зону перекрытия сплавов примерно 350–400 мкм. На рис. 3 продемонстрирован прототип изделия, которое может быть изготовлено на основе мультиматериальной системы ВЖ159/БрХЦрТВ.

В ходе исследования мультиматериального образца $\text{AlSi10Mg}/\text{Al-Si-Mg-Cu}$, изготовленного методом СЛС, установлено, что в области AlSi10Mg присутствуют только Al и Si без других фаз, тогда как в зоне Al-Si-Mg-Cu помимо Al и Si обнаружено небольшое количество фазы Al_2Cu , что подтверждается анализом химического состава [35]. Результаты измерений микротвердости после термической обработки показали, что зона Al-Si-Mg-Cu по твердости превосходит зону AlSi10Mg на 30 %.

Работы, посвященные мультиматериальной системе из титановых сплавов ($\text{BT6}/\text{BT1-0}$), полученной методом СЛС, показали, что в переходной зоне содержания Al и V плавно возрастают при движении от области BT1-0 к BT6 (рис. 4, а), а ширина переходной зоны составляет ~ 200 мкм [36; 37]. Анализировалось влияние расположения переходной зоны на механические свойства, а также оценивалось влияние мультиматериального строения на вязкость разрушения – скорость роста усталостной трещины (рис. 4, б и в).

Изучение уникальной мультиматериальной системы $316\text{L}/\text{FeNi36}$ с эффектом изменения формы, полученной методом СЛС [38], выявило 3 характерные зоны распределения химического состава: зону

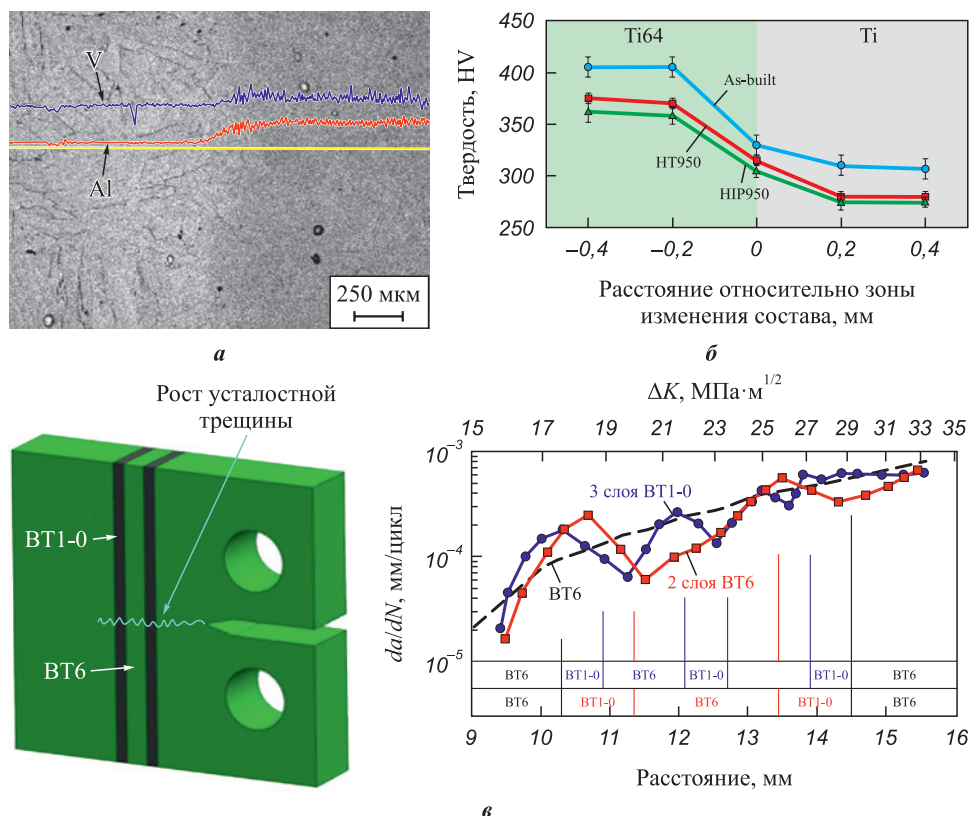


Рис. 4. Исследование мультиматериальной системы $\text{BT6}/\text{BT1-0}$ [36; 37]

а – изменение содержания V и Al в переходной зоне; б – изменение твердости HV по глубине поверхности; в – результаты испытаний на рост усталостной трещины

Fig. 4. Investigation of the $\text{VT6}/\text{VT1-0}$ multi-material system [36; 37]

а – distribution of V and Al in the interfacial zone; б – variation of Vickers hardness (HV) with depth; в – results of fatigue crack growth tests

состава FeNi64, переходную зону и зону 316L с размером переходной зоны около 50 мкм. Твердость варьируется от 163 HV в области состава FeNi36 до примерно 200 HV в переходной зоне и 214 HV в зоне 316L, а наиболее эффективный температурный диапазон для достижения максимальных перемещений находится в пределах 25–215 °С.

В исследованиях [39; 40] системы из несвариваемых сплавов Ti6Al4V/Inconel 718, полученной методом СЛС, для создания бездефектных изделий успешно использовались переходные слои из Cu и Cu + Nb, в которых не наблюдалось значительных дефектов, однако присутствовали области смещения сплавов. Анализ химического состава мультиматериалов с переходным слоем из Cu показал, что переходная зона между Cu и Ti6Al4V шире, чем между Cu и Inconel 718, а при использовании переходного слоя из Cu + Nb ширина переходных зон Ti6Al4V/Nb и Inconel 718/Cu оказывается небольшой с плавным переходом между Nb и Cu. Механические испытания продемонстрировали, что мультиматериальные образцы с переходными слоями из Cu + Nb обладают более высокими свойствами (предел прочности 910 МПа) по сравнению с образцами с переходным слоем из Cu (предел прочности 790 МПа). Хотя эти значения и уступают свойствам исходных сплавов, но при этом излом имеет ступенчатую структуру с четко выраженными зонами разрушения каждого материала с характерным для него механизмом разрушения.

В системе 316L/NiTi с переходным слоем из высокоэнтропийного сплава CoCrFeNiMn [41] в переходной зоне мультиматериальных образцов формируется островковая макросегрегация, вызванная эффектом Марангони. Комплексный анализ фазового и химического составов вместе с измерениями твердости позволяет предположить образование интерметаллида FeTi в этих макросегрегациях, что, по мнению авторов, может способствовать образованию трещин из-за охрупчивающего действия данного интерметаллида.

Альтернативные методы создания мультиматериальных изделий включают различные технологии, позволяющие формировать композиции с уникальными свойствами при сохранении высокой функциональности конечных продуктов. Смешивание порошков позволяет создавать системы с переходным слоем, хотя некоторые образцы имеют ограничения в размерной точности [42]. При этом образцы из Ti5Al2.5Sn и Ti6Al4V демонстрируют бездефектные переходные зоны для ответственных конструкций в отличие от несовместимых сплавов Ti6Al4V и Inconel 718 [43; 44]. Комбинирование СЛС с порошковой металлургией формирует перламутровые структуры в титановых сплавах с улуч-

шенным деформационным упрочнением [45], тогда как мультиматериалы из Inconel 718 и стали 316L достигают прочности 751,82 МПа при удлинении 25,14 % [46], что находит применение в высокоэффективных теплообменниках (316L/CuZr) для электроники и биоподобных имплантатах (Ti6Al4V/NiTi) для медицины [47; 48].

Процесс СЛС изделий из сплавов SS316L и CuSn10 значительно улучшает их функциональные характеристики [49], а создание природоподобных конструкций из сплавов 18Ni300, CoCrMo, 316L и CuSn обеспечивает заданную анизотропию в зависимости от направления нагрузки [50].

Функционально-градиентные материалы с эффектом памяти формы

Технология СЛС представляет собой исключительно перспективный метод для промышленного производства изделий из сплавов с эффектом памяти формы (ЭПФ), обладающих заданными функциональными характеристиками, благодаря возможности гибкого управления параметрами процесса при их изготовлении и проектировании не только геометрических параметров изделия, но и его функционального поведения. Особую ценность данный подход имеет в высокотехнологичных областях, требующих изготовления малогабаритных изделий со сложной геометрией, таких как медицинские стенты и имплантаты [51], актуаторы для авиакосмической отрасли [52] и др. Показана возможность создания требуемой структуры и функциональных свойств сплава NiTi, так называемого нитинола, за счет изменения параметров процесса СЛС [53; 54]. Повышение плотности энергии либо применение стратегии двойной лазерной обработки приводит к снижению содержания никеля в сплаве и повышению температур фазовых превращений [53].

Формирование заданных параметров структуры оказывает значительное влияние на результирующие свойства нитинола. Так, за счет изменения расстояния между отдельными треками лазера можно формировать направленную зеренную структуру, плотность дислокаций, размер окон фазовых превращений и термоциклическую стабильность в сплавах NiTi [55]. В области 4D-печати металлических материалов окна фазовых превращений и микроструктура (связанная с термомеханическим откликом) являются двумя важными факторами, обеспечивающими работоспособность сплавов с ЭПФ. Выявлено, что увеличение размера зерна способствует снижению температур фазовых превращений [56]. Дальнейшее развитие этого эффекта и создание кристаллографически ориентированной направленной структуры в сплаве NiTi позволяет существенно расширить зону сверх-

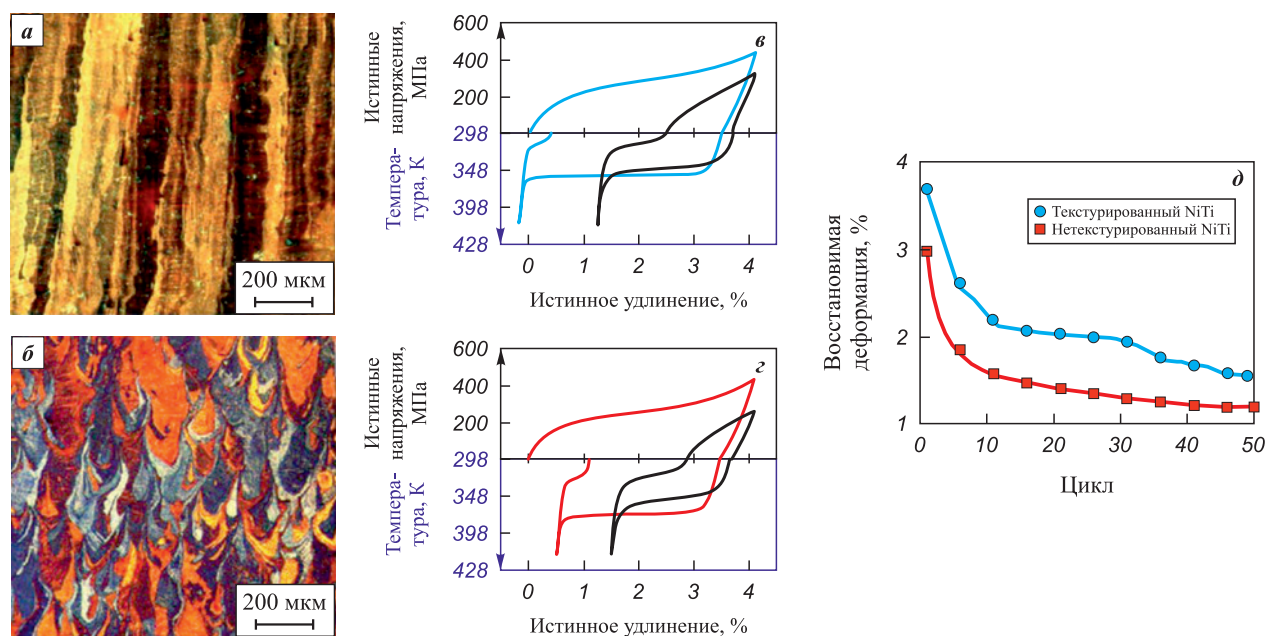


Рис. 5. Структура и кривые деформаций текстурированного (а, в) и нетекстурированного (б, з) сплавов NiTi, а также сравнение восстановимой деформации в зависимости от количества циклов (д) [57]

Fig. 5. Microstructure and strain curves of textured (a, в), and non-textured (б, з) NiTi alloys, and comparison of recoverable strain versus the number of cycles (д) [57]

упругости [57] и повысить стабильность эффекта памяти формы, уменьшив необратимые пластические деформации (рис. 5).

В сплаве NiTi с пониженным содержанием никеля (49,4 ат. %) и текстурой $\langle 001 \rangle$, полученном методом аддитивного производства, достигнута рекордная сверхупругость до 453 К с широкой температурной зоной в 110 К. Это обусловлено высокой устойчивостью к деформации и улучшенной совместимостью фазовых превращений между аустенитом и мартенситом. Разработанная методика одновременно повышает сверхупругость и стабильность памяти формы благодаря формированию текстурированного мартенсита и подавлению движения дислокаций преципитатами Ti_2NiO_x . Термическая обработка в основном влияет на наноразмерные выделения и атомные дефекты, практически не изменяя размеры и форму зерен. Прямое старение после СЛС способствует образованию фазы Ti_2NiO_x внутри зерен, тогда как гомогенизирующий отжиг растворяет метастабильный титан в матрице NiTi и снижает плотность дефектов. Все режимы термообработки усиливают фазовые превращения за счет повышения атомного соотношения Ti/Ni и снижения дефектов [58].

Функционально-градиентные метаматериалы

Метаматериалы – специально разработанные материалы с особой внутренней архитектурой (геомет-

рией), которая обеспечивает комбинацию физических, механических и функциональных характеристик, отличающихся от свойств исходного материала, из которого они изготовлены. Например, разработанные и смоделированные ауксетические мета-биоматериалы с отрицательным коэффициентом Пуассона и низким модулем Юнга обеспечили свойства, наиболее близкие к трабекулярной кости человека [59], где высокая жесткость традиционных материалов часто приводит к воспалению и отторжению [60].

При поглощении энергии сложнопрофильные металлические демпферы часто испытывают невосстановимые деформации в результате локального превышения предела текучести. Нитинол (NiTi) обеспечивает восстанавливаемую деформацию и рассеивание энергии благодаря своей уникальной сверхупругости, что может изменить подход к проектированию и аддитивному производству энергопоглощающих архитектурных мета-материалов [56]. При одноосном сжатии сетчатых конструкций в узлах образуются сверхэластичные шарниры, а мартенситное превращение постепенно распространяется от узла вдоль стоек.

Установлено, что изделия из сплава NiTi, изготовленные методом СЛС, могут проявлять эффекты сверхупругости при циклических нагрузках с относительно низким накоплением необратимой деформации (около 1,2 % после 11 циклов) [61], что делает эти изделия особенно подходящими для применений, требующих многократного восстановления формы.

Моделирование и проектирование изделий с функционально-градиентной структурой

Цифровое проектирование играет ключевую роль в создании изделий с функционально-градиентной структурой. Поскольку такие изделия обладают неоднородной внутренней структурой, их проектирование требует специально разработанных методик. Традиционные способы расширяются: теперь проектируется не только геометрия изделия из одного материала, но и его структура с учетом использования переменной структуры или нескольких материалов. Конечно-элементное моделирование продемонстрировало высокую точность прогнозирования механических изделий из жаропрочного сплава ЭИ961 (при интеграции СЛС и прямого лазерного выращивания). Похожие результаты были достигнуты для комбинации никелевого сплава ВЖ159 и медного сплава CuCr1Zr, однако авторы [62; 63] отметили необходимость дальнейшего совершенствования моделей для более точного учета особенностей переходных зон функционально-градиентных материалов. В работе [64] предложен инновационный подход к прогнозированию деформаций и внутренних напряжений при СЛС лопаток турбин и продемонстрировано, как создание предварительно деформированных моделей позволяет компенсировать ожидаемые коробления в готовых деталях. Неупругое поведение изделий с функционально-градиентной структурой исследовано в [65] с помощью калибровки парамет-

ров моделирования на основе экспериментальных образцов, что позволило добиться хорошей корреляции между прогнозируемыми и фактическими механическими свойствами. В [66] разработана методология моделирования механических свойств эндопротезов на основе изменения топологии решетчатых структур, определив оптимальные конфигурации для замены как кортикальной, так и трабекулярной костной ткани (рис. 6).

Для минимизации дефектов при изготовлении мультиматериалов методом СЛС и прогнозирования полученных свойств используют компьютерное моделирование процессов изготовления и эксплуатации [67–70]. В частности, это является важным при производстве изделий из сплавов, склонных к дефектообразованию, например NiTi [53]. В одном и другом случаях определяющим является процесс взаимодействия двух разнородных материалов. В работе [71] использовались термомеханические модели для моделирования остаточных напряжений в изделии из сплава Inconel 625. Авторы [72] разработали модель на основе клеточных автоматов для прогнозирования микроструктуры в процессе СЛС материалов с большими температурными градиентами и скоростью охлаждения.

Технологии искусственного интеллекта в аддитивном производстве

Для эффективного цифрового проектирования мультиматериалов, создаваемых методом аддитив-

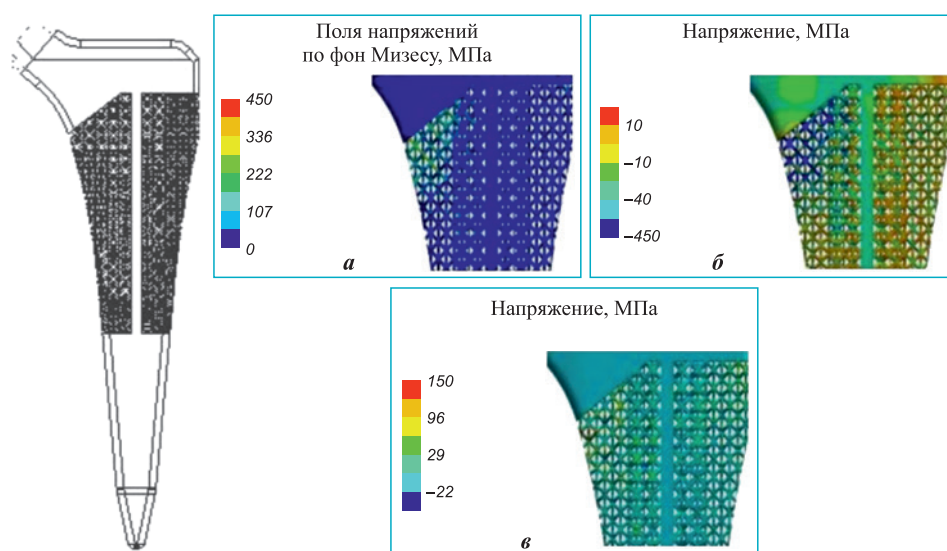


Рис. 6. Поля напряжений по фон Мизесу (а), поля максимальных растягивающих (б) и максимальных сжимающих (в) напряжений для эндопротеза с использованием градиентной структуры при наибольшей нагрузке [67]

Fig. 6. Von Mises stress fields (a), maximum tensile stress fields (b), and maximum compressive stress fields (c) for an endoprosthesis with a graded structure under maximum load [67]

ного производства, в настоящее время применяются современные программные решения, основанные на искусственном интеллекте [73]. Традиционные инструменты цифрового проектирования уже не справляются с задачами такого уровня, тогда как новые подходы позволяют максимально раскрыть возможности мультиматериальных изделий. В качестве примера можно привести компанию «Leap 71» (Объединенные Арабские Эмираты), которая разрабатывает изделия для производства методом СЛС с использованием собственного программного обеспечения на базе искусственного интеллекта PicoGK (рис. 7) [74].

Разработаны способы проектирования умных мультиматериалов [75; 76]. Например, в одном из исследований был применен эволюционный алгоритм проектирования изделий [77]. Это недетерминированный метод, использующий природоподобные подходы, основанные на естественном отборе и эволюции и на его основе возможно «создание более совершенных особей», соответствующих оцениваемым решениям, в рамках смены поколений. Помимо естественного отбора, основанного на приспособленности, иначе известного как «выживание сильнейших», для каждой задачи используются и адаптируются такие понятия, как мутация, рекомбинация и популяция, содержащие «родителей» и «детей». С помощью предложенной системы цифрового проектирования был рассмотрен вариант получения активного композита в виде простой консольной балки с мультиматериальным строением, которая под действием температуры изменяла свою форму.

Моделирование с использованием методов машинного обучения может быть применено для оптимизации параметров при производстве мульти-

материальных изделий методом СЛС [78]. Был разработан алгоритм на основе многомерного гауссовского процесса, который прогнозирует плотность и шероховатость поверхности детали в зависимости от таких параметров, как мощность лазера, скорость и расстояние между проходами. Обучающие данные для алгоритма собираются с помощью метода высокопроизводительных экспериментов. Созданные карты процессов позволяют наглядно оценить взаимосвязь между параметрами процесса и свойствами переходных зон мультиматериальных изделий. При этом параметры процесса оказываются нелинейной функцией состава, а настройки, подходящие для сплава 1 или сплава 2, не могут быть напрямую применены к переходным зонам.

Для повышения качества изготовления мультиматериалов методом СЛС можно использовать мониторинг процесса в реальном времени и корректировать параметры печати на основе анализа полученных данных [79; 80], где такие передовые технологии, как высокоскоростная и инфракрасная фотосъемка, позволяют собирать критические данные о размере и характеристиках ванны расплава, а машинное обучение открывает широкие возможности для анализа собранных данных. Было проведено исследование анализа сигналов акустических и оптических излучений, связанных с длиной волны лазера, при мониторинге процесса изготовления мультиматериалов из меди [81]. Для этого использовалась специализированная система мониторинга и классификации сигналов, основанная на контрастном глубоком обучении. Результаты исследования выявили выраженные различия в уровнях энергии для различных составов порошка, что указывает на разную динамику расплава. Также была подтверждена



Рис. 7. Примеры изделий, спроектированных в программном продукте PicoGK фирмы Leap 71 [74]

а – теплообменник, б – компоненты ракетного двигателя, в – трубчатый теплообменник

Fig. 7. Examples of parts designed using the PicoGK software developed by Leap 71 [74]

а – heat exchanger, б – rocket engine parts, в – tubular heat exchanger

эффективность интеграции контрастного обучения со стратегией использования нескольких датчиков для мониторинга процессов СЛС при производстве мультиматериалов.

Заключение

Изделия с функционально-градиентной структурой, созданные методом СЛС, представляют собой перспективное направление в современном материаловедении. Мультиматериальные системы с переменным составом демонстрируют значительное улучшение механических характеристик по сравнению с монокомпонентными материалами. При этом переходные зоны между различными сплавами играют ключевую роль в обеспечении надежности соединения, а оптимизация плотности энергии существенно снижает пористость в этих областях. Разработка метаматериалов с особой внутренней архитектурой обеспечивает им уникальные физические и механические характеристики, необходимые, например, для биомеханически совместимых имплантатов и эффективных энергопоглощающих конструкций.

Изделия с функционально-градиентной структурой и с эффектом памяти формы, в частности из сплава NiTi, созданные методом СЛС, показывают улучшенные функциональные свойства, а формирование направленной зеренной структуры и текстуры позволяет расширить зону сверхупругости и повысить стабильность эффекта памяти формы. Современные методы цифрового проектирования и моделирования позволяют с высокой точностью прогнозировать свойства таких изделий и оптимизировать параметры их производства, а внедрение технологий искусственного интеллекта открывает новые возможности для их проектирования, мониторинга процесса изготовления в реальном времени и оптимизации производственных параметров.

Таким образом, изделия с функционально-градиентной структурой, созданные методом СЛС, обладают значительным потенциалом для применения в аэрокосмической отрасли, медицине, робототехнике и других высокотехнологичных сферах, где требуются изделия с уникальным сочетанием свойств.

Список литературы / References

1. Miyamoto Y., Kaysser W.A., Rabin B.H., Kawasaki A., Ford R.G. Functionally graded materials: Design, processing and applications. *Springer Science & Business Media*. 2013;5:1–478.
<https://doi.org/10.1007/978-1-4615-5301-4>
2. Koizumi M. FGM activities in Japan. *Composites Part B: Engineering*. 1997;28(1-2):1–4.
[https://doi.org/10.1016/S1359-8368\(96\)00016-9](https://doi.org/10.1016/S1359-8368(96)00016-9)
3. Mahamood R.M., Akinlabi E.T. Functionally graded materials. Cham: Springer. 2017;103:1–214.
<https://doi.org/10.1007/978-3-319-53756-6>
4. Yang J., Gu D., Lin K., Zhang Y., Guo M., Yuan L., Zhang H., Zhang H. Laser additive manufacturing of bio-inspired metallic structures. *Chinese Journal of Mechanical Engineering: Additive Manufacturing Frontiers*. 2022;1(1):100013.
<https://doi.org/10.1016/j.cmeaf.2022.100013>
5. Reichardt A., Shapiro A.A., Otis R., Dillon R.P., Borgogna J.P., McEnerney B.W., Hosemann P., Beese A.M. Advances in additive manufacturing of metal-based functionally graded materials. *International Materials Reviews*. 2021;66(1):1–29.
<https://doi.org/10.1080/09506608.2020.1747913>
6. Wang X., Xu S., Zhou S., Xu W., Leary M., Choong P., Qian M., Brandt M., Xie Y.M. Topological design and additive manufacturing of porous metals for bone scaffolds and orthopaedic implants: A review. *Biomaterials*. 2016;83:127–141.
<https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2016.01.012>
7. Ковальчук М.В. Первый российский кристаллографический конгресс. От конвергенции наук к природоподобным технологиям. *Кристаллография*. 2018;(2):173–175.
<https://doi.org/10.7868/S0023476118020017>
8. Kovalchuk M.V. The first Russian crystallographic congress. From convergence of sciences to nature-like technologies. *Crystallographiya*. 2018;(2):173–175. (In Russ.).
<https://doi.org/10.7868/S0023476118020017>
9. Yarağhi N.A., Kisailus D. Biomimetic structural materials: Inspiration from design and assembly. *Annual Review of Physical Chemistry*. 2018;69:23–57.
<https://doi.org/10.1146/annurev-physchem-040215-112621>
10. Su F.Y., Bushong E.A., Deerinck T.J., Seo K., Herrera S., Graeve O.A., Kisailus D., Lubarda A.V., McKittrick J. Spines of the porcupine fish: Structure, composition, and mechanical properties. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2017;73:38–49.
<https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2016.08.020>
11. Sullivan T.N., Pissarenko A., Herrera S.A., Kisailus D., Lubarda V.A., Meyers M.A. A lightweight, biological structure with tailored stiffness: The feather vane. *Acta Biomaterialia*. 2016;41:27–39.
<https://doi.org/10.1016/j.actbio.2016.05.022>
12. Salinas C.L., de Obaldia E.E., Jeong C., Hernández J.J., Zavattieri P., Kisailus D. Enhanced toughening of the crossed lamellar structure revealed by nanoindentation. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2017;76:58–68.
<https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2017.05.036>
13. Wegst U.G.K., Bai H., Saiz E., Tomsia A.P., Ritchie R.O. Bioinspired structural materials. *Nature Materials*. 2014;14(1):23–36.
<https://doi.org/10.1038/nmat4089>
14. Rawat P., Zhu D., Rahman M. Z., Barthelat F. Structural and mechanical properties of fish scales for the bio-inspired design of flexible body armors: A review. *Acta Biomaterialia*. 2021;121:41–67.
<https://doi.org/10.1016/j.actbio.2020.11.040>

14. Yin S., Guo W., Wang H., Huang Y., Yang R., Hu Z., Chen D., Xu J., Ritchie R.O. Strong and tough bioinspired additive-manufactured dual-phase mechanical metamaterial composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 2021;149:104321.
<https://doi.org/10.1016/j.jmps.2021.104321>
15. Tee Y.L., Tran P. On bioinspired 4D printing: materials, design and potential applications. *Journal of the Institution of Engineers, Australia*. 2021;19(5):642–652.
<https://doi.org/10.1080/14484846.2021.1988434>
16. Yang Y., Song X., Li X., Chen Z., Zhou C., Zhou Q., Chen Y. Recent progress in biomimetic additive manufacturing technology: From materials to functional structures. *Advanced Materials*. 2018;30(36):1706539.
<https://doi.org/10.1002/adma.201706539>
17. Li W., Pei Y., Zhang C., Kottapalli A.G.P. Bioinspired designs and biomimetic applications of triboelectric nanogenerators. *Nano Energy*. 2021;84:105865.
<https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2021.105865>
18. Brulé V., Rafsanjani A., Asgari M., Western T.L., Pasini D. Three-dimensional functional gradients direct stem curling in the resurrection plant *Selaginella lepidophylla*. *Journal of The Royal Society Interface*. 2019;16(159):20190454.
<https://doi.org/10.1098/rsif.2019.0454>
19. Du Plessis A., Broeckhoven C., Yadroitsava I., Yadroitsev I. Beautiful and functional: A review of biomimetic design in additive manufacturing. *Additive Manufacturing*. 2019;27:408–427.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.03.033>
20. Pathak S. Biomimicry: (Innovation Inspired by Nature). *International Journal of New Technology and Research*. 2019;5(6):1–8.
<https://doi.org/10.31871/IJNTR.5.6.17>
21. Nazari K., Tran P., Tan P., Ghazlan A., Ngo T.D., Xie Y.M. Advanced manufacturing methods for ceramic and bio-inspired ceramic composites: A review. *Open Ceramics*. 2023;15:100399.
<https://doi.org/10.1016/j.oceram.2023.100399>
22. Zhang B., Han Q., Zhang J., Han Z., Niu S., Ren L. Advanced bio-inspired structural materials: Local properties determine overall performance. *Materials Today*. 2020;41:177–199.
<https://doi.org/10.1016/j.mattod.2020.09.016>
23. Ahamed M.K., Wang H., Hazell P.J. From biology to biomimicry: Using nature to build better structures. A review. *Construction and Building Materials*. 2022;320:126252.
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.126252>
24. Popovich V.A., Borisov E.V., Popovich A.A., Sufiarov V.S., Masaylo D.V., Alzina L. Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: Crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties. *Materials & Design*. 2017;114:441–449.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.075>
25. Попович А.А., Суфияров В.Ш., Борисов Е.В., Полозов И.А., Масайло Д.В., Григорьев А.В. Анизотропия механических свойств изделий, изготовленных методом селективного лазерного плавления порошковых материалов. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2016;(3):4–11.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2016-3-4-11>
- Popovich A.A., Sufiarov V.S., Borisov E.V., Polozov I.A., Masaylo D.V., Grigoriev A.V. Anisotropy of mechanical properties of products manufactured using selective laser melting of powdered materials. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2017;58:389–395.
<https://doi.org/10.3103/S1067821217040149>
26. Popovich V.A., Borisov E.V., Popovich A.A., Sufiarov V.S., Masaylo D.V., Alzina L. Impact of heat treatment on mechanical behaviour of Inconel 718 processed with tailored microstructure by selective laser melting. *Materials & Design*. 2017;131:12–22.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.05.065>
27. Ghorbanpour S., Sahu S., Deshmukh K., Borisov E., Riemslog T., Reinton E., Bertolo V., Jiang Q., Popovich A., Shamshurin A., Knezevic M., Popovich V. Effect of microstructure induced anisotropy on fatigue behaviour of functionally graded Inconel 718 fabricated by additive manufacturing. *Materials Characterization*. 2021;179:111350.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111350>
28. Ghorbanpour S., Deshmukh K., Sahu S., Riemslog T., Reinton E., Borisov E., Popovich A., Bertolo V., Jiang Q., Sanchez M.T., Knezevic M., Popovich V. Additive manufacturing of functionally graded Inconel 718: Effect of heat treatment and building orientation on microstructure and fatigue behaviour. *Journal of Materials Processing Technology*. 2022;306:117573.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2022.117573>
29. Bandyopadhyay A., Heer B. Additive manufacturing of multi-material structures. *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2018;129:1–16.
<https://doi.org/10.1016/j.mser.2018.04.001>
30. Hasanov S., Alkunte S., Rajeshirke M., Gupta A., Huseynov O., Fidan I., Alifui-Segbaya F., Rennie A. Review on additive manufacturing of multi-material parts: Progress and challenges. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. 2021;6(1):4.
<https://doi.org/10.3390/jmmp6010004>
31. Wang D., Liu L., Deng G., Deng C., Bai Y., Yang Y., Wu W., Chen J., Liu Y., Wang Y., Lin X., Han C. Recent progress on additive manufacturing of multi-material structures with laser powder bed fusion. *Virtual and Physical Prototyping*. 2022;17(2):329–365.
<https://doi.org/10.1080/17452759.2022.2051531>
32. Репнин А.В., Борисов Е.В., Попович А.А., Шамшурин А.И. Создание мульти-материальных образцов системы ВЖ159–БрХЦрТ методом селективного лазерного плавления. *Глобальная энергия*. 2023;29(2):175–188. <https://doi.org/10.18721/JEST.29212>
Reprin A.V., Borisov E.V., Popovich A.A., Shamshurin A.I. Creating multi-material samples of the system EI1319–BrCrCrTi by selective laser melting. *Global Energy*. 2023;29(2):175–188. (In Russ.).
<https://doi.org/10.18721/JEST.29212>
33. Репнин А.В., Борисов Е.В., Попович А.А., Голубков Н.А. Исследование механических свойств мульти-материальных образцов системы ВЖ159–БрХЦрТ, полученных методом селективного лазерного плавления. *Известия вузов. Порошковая металлургия и*

- функциональные покрытия. 2024;18(1):52–61.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2024-1-52-61>
- Repnin A.V., Borisov E.V., Popovich A.A., Golubkov N.A. Mechanical properties of the VZh159–CuCr1Zr alloy multi-material samples manufactured by selective laser melting. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2024;18(1):52–61.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2024-1-52-61>
34. Репнин А.В., Борисов Е.В., Попович А.А. Исследование мультиматериальных образцов с трехмерным изменением состава, полученных методом селективного лазерного плавления. *Глобальная энергия*. 2024;30(4):37–52.
<https://doi.org/10.18721/JEST.30403>
 - Repnin A.V., Borisov E.V., Popovich A.A., Investigation of multi-material samples with three-dimensional composition change obtained by selective laser melting method. *Global Energy*. 2024;30(4):37–52. (In Russ.).
<https://doi.org/10.18721/JEST.30403>
 35. Borisov E., Repnin A., Popovich A. Investigation of AlSi10Mg alloy composition modification by Cu addition in selective laser melting. In: *The International Conference “Advanced Mechanics: Structure, Materials, Tribology”* (Samarkand, 23–26 September 2024). AIP Conference Proceedings, 2025; 3562 (1):010001.
 36. Borisov E., Polozov I., Starikov K., Popovich A., Sufiarov V. Structure and properties of Ti/Ti64 graded material manufactured by laser powder bed fusion. *Materials (Basel)*. 2021;14(20):6035.
<https://doi.org/10.3390/ma14206035>
 37. Repnin A., Borisov E., Popovich A., Shamshurin A. Fracture toughness of Ti6Al4V/Cp-Ti multi-material produced via selective laser melting. *Metals*. 2023;13(10):1738.
<https://doi.org/10.3390/met13101738>
 38. Repnin A., Borisov E., Maksimov A., Rozhkova D., Popovich A. Investigation of the 4D multi-material 316L/FeNi36 obtained by selective laser melting. *Micromachines*. 2024;15(11):1288.
<https://doi.org/10.3390/mi15111288>
 39. Repnin A., Borisov E., Popovich A. Investigation of Inconel 718/Ti6Al4V Multi-material obtained by selective laser melting with transition layer. In: *The International Conference “Advanced Mechanics: Structure, Materials, Tribology”* (Samarkand, 23–26 September 2024). AIP Conference Proceedings, 2025; 3562 (1):050005.
 40. Repnin A., Borisov E., Popovich A. Formation of the Cu + Nb interlayer in the inconel 718/Ti6Al4V multi-material obtained by selective laser melting. *Materials*. 2024;17(23):5801.
<https://doi.org/10.3390/ma17235801>
 41. Repnin A., Kim A., Popovich A. Interfacial characterization of selective laser melting of a SS316L/NiTi multi-material with a high-entropy alloy interlayer. *Crystals*. 2023;13(10):1486.
<https://doi.org/10.3390/cryst13101486>
 42. Demir A.G., Previtali B. Multi-material selective laser melting of Fe/Al–12Si components. *Manufacturing Letters*. 2017;11:8–11.
<https://doi.org/10.1016/j.mfglet.2017.01.002>
 43. Wei K., Zeng X., Li F., Liu M., Deng J. Microstructure and mechanical property of Ti–5Al–2.5Sn/Ti–6Al–4V dissimilar titanium alloys integrally fabricated by selective laser melting. *Journal of Metals*. 2020;72(3):1031–1038.
<https://doi.org/10.1007/s11837-020-04045-3>
 44. Scaramuccia M.G., Demir A.G., Caprio L., Tassa O., Previtali B. Development of processing strategies for multigraded selective laser melting of Ti6Al4V and IN718. *Powder Technology*. 2020;367:376–389.
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.04.010>
 45. Liu X., Liu Z., Liu Y., Zafar Z., Lu Y., Wu X., Jiang Y., Xu Z., Guo Z., Li S. Achieving high strength and toughness by engineering 3D artificial nacre-like structures in Ti6Al4V-Ti metallic composite. *Composites Part B: Engineering*. 2022;230:109552.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2021.109552>
 46. Peng Y., Shi Y., Jin T., Ren J., Bian Y. Structural design, interfacial behavior and mechanical properties of bimetallic nacre-like structures by laser powder-bed fusion. *Journal of Alloys and Compounds*. 2024;990:174470.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.174470>
 47. Chueh Y.H., Hsieh B.Y., Shih A.J. Interfacial characteristics in multi-material laser powder bed fusion of CuZr/316L stainless steel. *CIRP Annals*. 2024;73(1):145–148.
<https://doi.org/10.1016/j.cirp.2024.03.012>
 48. Costa M.M., Lima R., Alves N., Silva N.A., Gasik M., Silva F.S., Bartolomeu F., Miranda G. Multi-material cellular structured orthopedic implants design: *In vitro* and bio-tribological performance. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2022;131:105246.
<https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2022.105246>
 49. Chen K., Wang C., Hong Q., Wen S., Zhou Y., Yan C., Shi Y. Selective laser melting 316L/CuSn10 multi-materials: Processing optimization, interfacial characterization and mechanical property. *Journal of Materials Processing Technology*. 2020;283:116711.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116711>
 50. Zhang M., Yang Y., Xu M., Chen J., Wang D. Mechanical properties of multi-materials porous structures based on triply periodic minimal surface fabricated by additive manufacturing. *Rapid Prototyping Journal*. 2021;27(9):1681–1692. <https://doi.org/10.1108/RPJ-07-2020-0153>
 51. Gracheva A., Polozov I., Popovich A. Additive manufacturing of biodegradable metallic implants by selective laser melting: Current research status and application perspectives. *Metals*. 2025;15(7):754.
<https://doi.org/10.3390/MET15070754>
 52. Tsaturyants M., Sheremetyev V., Dubinskiy S., Komarov V., Polyakova K., Korotitskiy A., Prokoshkin S., Borisov E., Starikov K., Kaledina D., Popovich A., Brailovskiy V. Structure and properties of Ti–50.2Ni alloy processed by laser powder bed fusion and subjected to a combination of thermal cycling and heat treatments. *Shape Memory and Superelasticity*. 2022;8(1):16–32.
<https://doi.org/10.1007/s40830-022-00362-5>
 53. Zhu J.N., Borisov E., Liang X., Farber E., Hermans M.J.M., Popovich V.A. Predictive analytical modeling and experimental validation of processing maps in additive manufacturing of nitinol alloys. *Additive Manufacturing*. 2021;38:101802.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101802>

54. Borisov E., Starikov K., Popovich A., Tihonovskaya T. Investigation of the possibility of tailoring the chemical composition of the NiTi alloy by selective laser melting. *Metals*. 2021;11(9):1470.
<https://doi.org/10.3390/met11091470>
55. Zhu J. N., Borisov E., Liang X., Huizenga R., Popovich A., Bliznuk V., Petrov R., Hermans M., Popovich V. Controlling microstructure evolution and phase transformation behavior in additive manufacturing of nitinol shape memory alloys by tuning hatch distance. *Journal of Materials Science*. 2022;57(10):6066–6084.
<https://doi.org/10.1007/s10853-022-07043-9>
56. Yan Z., Zhu J.N., Borisov E., Riemsag T., Scott S.P., Hermans M., Jovanova J., Popovich V. Superelastic response and damping behavior of additively manufactured Nitinol architected materials. *Additive Manufacturing*. 2023;68:103505.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2023.103505>
57. Zhu J.N., Liu K., Riemsag T., Tichelaar F.D., Borisov E., Yao X., Popovich A., Huizenga R., Hermans M., Popovich V. Achieving superelasticity in additively manufactured Ni-lean NiTi by crystallographic design. *Materials & Design*. 2023;230:111949.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2023.111949>
58. Zhu J.N., Zhu W., Borisov E., Yao X., Riemsag T., Goulas C., Popovich A., Yan Z., Tichelaar F.D., Mainali D.P., Hermans M., Popovich V. Effect of heat treatment on microstructure and functional properties of additively manufactured NiTi shape memory alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2023;967:171740.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.171740>
59. Farber E., Orlov A., Popovich A. Auxetic meta-biomaterials: Computer simulation and experimental results. *Metals*. 2025;15(3):241. <https://doi.org/10.3390/met15030241>
60. Farber E., Orlov A., Popovich A. Effect of lattice structures topology on the properties of the TiNi alloy: Computer simulation. *Prospects*. 2021;1:3.
61. Farber E., Orlov A., Borisov E., Repnin A., Kuzin S., Golubkov N., Popovich A. TiNi alloy lattice structures with negative Poisson's ratio: computer simulation and experimental results. *Metals*. 2022;12(9):1476.
<https://doi.org/10.3390/met12091476>
62. Orlov A., Repnin A., Farber E., Borisov E., Popovich A. Fabrication of multi-material samples from nickel and copper alloys by selective laser melting: Computer simulation and experimental results. *AIP Conference Proceedings*. 2024;3154(1):020028.
<https://doi.org/10.1063/5.0201286>
63. Orlov A., Masaylo D., Igoshin S., Razumov N., Popovich A. Mechanical properties prediction of the materials gained by combining additive technologies. *Materials Today: Proceedings*. 2020;30:752–755.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.01.563>
64. Orlov A., Borisov E., Popovich A.A. Numerical simulation of the selective laser melting process using the example of a turbine blade. *Materials Science Forum*. 2020;989:850–855.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.989.850>
65. Orlov A.V., Sufiarov V.S., Borisov E.V., Polozov I.A., Masaylo D.V., Popovich A.A., Chukovenkova M.O., Soklakov A.V., Mikhaleuk, D.S. Numerical simulation of the inelastic behavior of a structurally graded material. *Letters on Materials*. 2019;9(1):97–102.
<https://doi.org/10.22226/2410-3535-2019-1-97-102>
66. Sufiarov V.S., Orlov A.V., Borisov E.V., Sokolova V.V., Chukovenkova M.O., Soklakov A.V., Mikhaleuk A.A., Popovich A.A. Modeling the mechanical properties of lattice structures made by selective laser melting. *Letters on Materials*. 2020;10(2):123–128.
<https://doi.org/10.22226/2410-3535-2020-2-123-128>
67. Sufiarov V.S., Orlov A.V., Borisov E.V., Sokolova V.V., Chukovenkova M.O., Soklakov A.V., Mikhaleuk D.S., Popovich A.A. Design and mechanical properties simulation of graded lattice structures for additive manufacturing endoprostheses. *Mechanics of Advanced Materials and Structures*. 2021;28(16):1656–1662.
<https://doi.org/10.1080/15376494.2019.1680701>
68. Sorkin A., Tan J.L., Wong C.H. Multi-material modelling for selective laser melting. *Procedia Engineering*. 2017;216:51–57.
<https://doi.org/10.1016/j.proeng.2018.02.084>
69. Küng V.E., Scherr R., Markl M., Körner C. Multi-material model for the simulation of powder bed fusion additive manufacturing. *Computational Materials Science*. 2021;194:110415.
<https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2021.110415>
70. Tang C., Yao L., Du H. Computational framework for the simulation of multi material laser powder bed fusion. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 2022;191:122855.
<https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2022.122855>
71. Wang Z., Denlinger E., Michaleris P., Stoica A.D., Ma D., Beese A.M. Residual stress mapping in Inconel 625 fabricated through additive manufacturing: Method for neutron diffraction measurements to validate thermo-mechanical model predictions. *Materials & Design*. 2017;113:169–177.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.003>
72. Ao X., Xia H., Liu J., He Q. Simulations of microstructure coupling with moving molten pool by selective laser melting using a cellular automaton. *Materials & Design*. 2020;185:108230.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108230>
73. Miao H., Yusof F., Karim M.S.A., Badruddin I.A., Hussien M., Kamangar S., Zhang H. Process parameter optimisation for selective laser melting of AlSi10Mg-316L multi-materials using machine learning method. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2023;129(7): 3093–3108.
<https://doi.org/10.1007/s00170-023-12489-5>
74. Gallery LEAP 71. URL: <https://leap71.com/gallery/> (Accessed: 01.10.2020).
75. Athinarayanarao D., Prod'hon R., Chamoret D., Qi H.J., Bodaghi M., André J.C., Demoly F. Computational design for 4D printing of topology optimized multi-material active composites. *Computational Materials*. 2023;9(1):1–9.
<https://doi.org/10.1038/s41524-023-00997-7>
76. Benyahia K., Seriket H., Prod'hon R., Gomes S., Andr J.C., Qi H.J., Demoly F. A computational design approach for multi-material 4D printing based on interlocking blocks assembly. *Additive Manufacturing*. 2022;58:102993.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102993>

77. Salonitis K., Chantzis D., Kappatos V. A hybrid finite element analysis and evolutionary computation method for the design of lightweight lattice components with optimized strut diameter. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2017;90(9–12):2689–2701. <https://doi.org/10.1007/s00170-016-9528-x>
78. Rankouhi B., Jahani S., Pfefferkorn F. E., Thoma D.J. Compositional grading of a 316L-Cu multi-material part using machine learning for the determination of selective laser melting process parameters. *Additive Manufacturing*. 2021; 38:101836. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101836>
79. Zhu Z., Ng D.W.H., Park H.S., McAlpine M.C. 3D-printed multifunctional materials enabled by artificial-intelligence-assisted fabrication technologies. *Nature Reviews Materials*. 2020;6(1):27–47. <https://doi.org/10.1038/s41578-020-00235-2>
80. Ibrahim Z.E., Linda I., Omer M., Kamran K., Andreas S.. Recent advancements in hybrid additive manufacturing of similar and dissimilar metals via laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*. 2024:146833. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.146833>
81. Pandiyan V., Baganis A., Axel Richter R., Wróbel R., Leinenbach C. Qualify-as-you-go: sensor fusion of optical and acoustic signatures with contrastive deep learning for multi-material composition monitoring in laser powder bed fusion process. *Virtual and Physical Prototyping*. 2024;19(1):e2356080. <https://doi.org/10.1080/17452759.2024.2356080>

Сведения об авторах



Евгений Владиславович Борисов – к.т.н., вед. науч. сотрудник лаборатории «Синтез новых материалов и конструкций», Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого (СПбПУ)

ORCID: 0000-0003-2464-6706

E-mail: evgenii.borisov@icloud.com

Арсений Вячеславович Репнин – инженер лаборатории «Синтез новых материалов и конструкций», СПбПУ

ORCID: 0009-0001-3157-3317

E-mail: repnin_arseniy@mail.ru

Анатолий Анатольевич Попович – д.т.н., профессор, директор Института машиностроения, материалов и транспорта, СПбПУ

ORCID: 0000-0002-5974-6654

E-mail: popovicha@mail.ru

Information about the Authors

Evgenii V. Borisov – Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher of Laboratory “Synthesis of New Materials and Structures”, Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University (SPbPU)

ORCID: 0000-0003-2464-6706

E-mail: evgenii.borisov@icloud.com

Arseniy V. Repnin – Engineer of Laboratory “Synthesis of New Materials and Structures”, SPbPU

ORCID: 0009-0001-3157-3317

E-mail: repnin_arseniy@mail.ru

Anatoliy A. Popovich – Dr. Sci. (Eng.), Professor, Director of the Institute of Machinery, Materials, and Transport, SPbPU

ORCID: 0000-0002-5974-6654

E-mail: popovicha@mail.ru

Вклад авторов



Е. В. Борисов – написание статьи, участие в обсуждении результатов.

А. В. Репнин – обработка полученных результатов, написание статьи.

А. А. Попович – концептуализация идеи, определение цели работы и ее задачи, участие в обсуждении результатов.

Contribution of the Authors

E. V. Borisov – manuscript writing, participation in the discussion of results.

A. V. Repnin – data processing, manuscript writing.

A. A. Popovich – conceptualization of the idea, definition of the study's aim and objectives, participation in the discussion of results.

Статья поступила 03.04.2025 г.
Доработана 19.05.2025 г.
Принята к публикации 22.05.2025 г.

Received 03.04.2025
Revised 19.05.2025
Accepted 22.05.2025



УДК 620.191.4

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-91-99>

Научная статья

Research article



О проблемах применения металлопорошковых композиций в технологии селективного лазерного сплавления

Ф. А. Басков[✉], А. И. Логачева, И. А. Логачев, А. Н. Тимофеев

АО «Композит»

Россия, 141070, Московская обл., г. Королёв, ул. Пионерская, 4

[✉ baskov_fa@mail.ru](mailto:baskov_fa@mail.ru)

Аннотация. В работе рассмотрены основные методы производства и контроля качества металлопорошковых композиций (МПК), предназначенных для применения в технологии селективного лазерного сплавления (СЛС). Метод СЛС представляет собой послойное лазерное сплавление МПК на поверхности металлической подложки в соответствии с 3D-моделью. В качестве объектов исследования использованы МПК из промышленных сплавов на основе никеля (Inconel 718, ЭП741НП, АЖК), титана (ВТ6, ВТ6с, ВТ20), железа (12Х18Н10Т, система Fe–Cr–Ni–Co–Mo) отечественного производства. Основными методами их изготовления являются газовая атомизация, плазменное центробежное распыление, плазменная атомизация в среде инертных газов. Приведены основные преимущества и недостатки каждого из представленных способов производства МПК. Рассмотрены наиболее распространенные дефекты МПК, возникающие на этапе их получения и применения в процессе СЛС, такие как несоответствие гранулометрического состава, внутренняя пористость, сателлиты, изменение насыпной плотности и текучести, нагар, увеличение содержания газовых примесей и несоответствие химического состава. Предложены основные способы их устранения для сохранения качества выпускаемой продукции. Установлено, что для получения стабильных результатов в процессе послойного синтеза методом СЛС необходимо проводить регулярный контроль качества МПК на соответствие установленным в нормативной документации требованиям (гранулометрический состав – квантили распределения d_{10} , d_{50} и d_{90} , технологические свойства, форма частиц, химический состав, влажность). В случае возникновения на регулярной основе дефектов, которые затруднительно и/или невозможно устранить, наилучшим решением для некоторых сплавов является смена метода производства МПК.

Ключевые слова: аддитивные технологии, металлопорошковые композиции (МПК), селективное лазерное сплавление, жаропрочные сплавы, дефекты порошков, сплавы на основе никеля, сплавы на основе титана, сплавы на основе железа

Для цитирования: Басков Ф.А., Логачева А.И., Логачев И.А., Тимофеев А.Н. О проблемах применения металлопорошковых композиций в технологии селективного лазерного сплавления. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2025;19(4):91–99. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-91-99>

Challenges in using powder feedstock for laser powder bed fusion

F. A. Baskov[✉], A. I. Logacheva, I. A. Logachev, A. N. Timofeev

JSC Kompozite

4 Pionerskaya Str., Korolev, Moscow region 141070, Russia

[✉ baskov_fa@mail.ru](mailto:baskov_fa@mail.ru)

Abstract. This paper reviews the main methods for producing and assessing the quality of powder feedstock intended for use in laser powder bed fusion (LPBF). The LPBF process involves the layer-by-layer laser fusion of powder feedstock on the surface of a build plate in accordance with a 3D model. The study examined powder feedstock produced domestically from industrial alloys based on nickel (Inconel 718, EP741NP, AZhK), titanium (VT6, VT6s, VT20), and iron (12Kh18N10T, Fe–Cr–Ni–Co–Mo system). The principal production methods considered are gas atomization, the Plasma Rotating Electrode Process (PREP), and plasma atomization

in an inert gas atmosphere, with their respective advantages and limitations described. The most common defects in powder feedstock arising during production and use in LPBF are analyzed, including non-conforming particle size distribution, internal porosity, satellites, changes in bulk density and flowability, fine black particles, increased gaseous impurities, and non-conforming chemical composition. Measures for mitigating these defects and maintaining product quality are proposed. The findings show that achieving stable LPBF results requires regular quality control of powder feedstock to ensure compliance with the requirements specified in applicable standards, including particle size distribution (distribution quantiles d_{10} , d_{50} , and d_{90}), processing characteristics, particle morphology, chemical composition, and moisture content. For certain alloys, when defects occur systematically and cannot be effectively eliminated through process adjustments or post-processing, the most appropriate solution is to change the powder production method.

Keywords: additive manufacturing, powder feedstock, laser powder bed fusion (LPBF), heat-resistant alloys, powder defects, nickel-based alloys, titanium-based alloys, iron-based alloys

For citation: Baskov F.A., Logacheva A.I., Logachev I.A., Timofeev A.N. Challenges in using powder feedstock for laser powder bed fusion. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(4):91–99.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-4-91-99>

Введение

Непрерывное развитие порошковой металлургии привело к созданию современного способа изготовления деталей – аддитивного производства (АП). Эта технология включает в себя методы послойного сплавления/наплавления порошкового или проволочного материала при помощи высокоэнергетического источника в виде лазера, электронного луча и электрической дуги. Послойное сплавление материала осуществляется в соответствии с 3D-моделью [1].

Наиболее распространенным методом АП является селективное лазерное сплавление (СЛС), суть которого заключается в послойном избирательном лазерном сплавлении порошка на поверхности металлической подложки. Изготовление детали путем СЛС включает в себя следующие операции:

- подготовка 3D-модели детали (слайсинг, выставление поддерживающих структур, расположение детали на металлической подложке, выставление режимов СЛС);
- подготовка оборудования (очистка, выставление плиты построения, загрузка файла с подготовленной моделью в управляющий блок);
- непосредственно процесс СЛС;
- выгрузка плиты построения с деталью;
- постобработка детали (механическая, термическая, газостатическая).

Каждый этап производства необходимо контролировать, так как нарушение технологического процесса приводит к ухудшению качества изделия [2].

Помимо стабильности работы оборудования и программного обеспечения одними из основных параметров, влияющих на качество конечного продукта, являются свойства порошков, режимы СЛС и проработанность геометрии изделий.

Порошковый материал или, как принято в АП, металлопорошковая композиция (МПК), в соответствии с ГОСТ Р 59035–2020 представляет собой объединенный в общую композицию металличе-

ский порошок, предназначенный для использования в АП. На этапе производства МПК и их применения в процессе послойного синтеза необходимо контролировать следующие параметры: форму частиц, granulometric и химический составы, технологические свойства (насыпную плотность и текучесть), дефекты (внутренние – газовую пористость, внешние – сателлиты), влажность. Несоответствие МПК установленным требованиям приводит к ухудшению качества конечного продукта [3–6].

Правильно подобранный режим СЛС, представляющий собой совокупность параметров процесса, является одним из ключевых факторов, влияющих на конечный результат, в том числе на уровень механических свойств изделия и соответствие геометрическим размерам, указанным в конструкторской документации. С этой целью для каждого сплава проводится отработка режимов СЛС, а для каждой детали – отработка ее геометрических размеров. Каждый из этих этапов является трудоемким и осуществляется итерационным путем, где после получения промежуточных результатов вносятся коррективы в технологический процесс.

Завершающим этапом процесса получения целевого продукта является комплексная постобработка, которая состоит из выбора необходимых механических и термических процессов. На данном этапе происходят отделение детали от поверхности металлической подложки, удаление поддерживающих структур и остатков МПК с поверхности и из каналов детали, механическая обработка детали с целью доведения до заданных конструкторской документацией размеров. Термическая и газостатическая обработки используются для снятия термических напряжений, уменьшения и/или устранения характерных структурных дефектов (поры, трещины), формирования структуры, обеспечивающей максимальный уровень свойств, к примеру за счет выделения упрочняющих фаз, и др. Последовательность технологических операций определяется индивидуально для каждого сплава и типа детали [7–10].

В соответствии с приказом Госкорпорации «Роскосмос» от 12 ноября 2021 г. № 332 АО «Композит» является центром компетенции по аддитивным технологиям (АТ) в ракетно-космической отрасли, в связи с чем выполняет мероприятия, направленные на развитие, разработку, проектирование, анализ новых материалов, а также на отработку технологических подходов и оказание услуг в сфере АТ. На сегодняшний день под технологию СЛС адаптировано свыше 10 марок промышленных сплавов: ЭП741НП, АЖК, ВЖЛ12У, ВТ6, ВТ6с, ВТ20, ВНЛ-3, ЭИ712, ЭП810, ЭИ835 и т.д. [11–13]. По результатам их адаптации установлено, что природа сплава (химический состав, технологические свойства) и качество МПК ключевым образом влияют на конечный результат. Также можно отметить, что адаптированные под технологию СЛС сплавы не всегда могут быть использованы для других методов АП из-за специфики послойного синтеза в каждом из них.

Целью настоящей работы являлись:

- обзор основных методов производства и контроля качества МПК, применяемых в СЛС;
- анализ предъявляемых к ним требований;
- рассмотрение характерных для МПК дефектов и мероприятий по их устранению.

Методика эксперимента

В качестве объектов исследования в работе использовали МПК из промышленных сплавов на основе никеля (Inconel 718, ЭП741НП, АЖК), титана (ВТ6, ВТ6с, ВТ20), железа (12Х18Н10Т, система Fe–Cr–Ni–Co–Mo), изготовленных отечественными производителями.

Контроль параметров МПК (в состоянии поставки и оставшихся после синтеза) осуществляли по стандартизованным методикам:

- насыпную плотность по ГОСТ 19440-94 и ГОСТ Р 70907-2023;
- текучесть по ГОСТ 20899-98 и ГОСТ Р 70910-2023;
- гранулометрический (фракционный) состав по ГОСТ 18318-94 и ГОСТ Р 70909-2023;
- форму частиц по ГОСТ 25849-83 и ГОСТ Р 70908-2023;
- химический состав (в зависимости от марки сплава);
- газовые примеси (в зависимости от марки сплава).

Микроструктуры МПК и СЛС-образцов исследовали методом оптической микроскопии (ОМ) на микроскопе AxioVert A1 (Carl Zeiss, Германия) с цифровой камерой E3IS PM (Touptek Photonics, Китай) для записи изображения, а также методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе

S-3400N (Hitachi High-Technologies Corporation, Япония).

Результаты и их обсуждение

Особенности МПК Структура и свойства

К МПК, применяемым в СЛС, в большинстве случаев предъявляется стандартный набор требований:

- гранулометрический состав в диапазоне 10–63 мкм (в нормативной документации могут быть указаны квантили распределения d_{10} , d_{50} и d_{90} и процентное содержание частиц, размер которых не соответствует целевой фракции);
- текучесть не более 50 с;
- насыпная плотность не менее 0,5 от плотности материала;
- форма частиц сферическая или округлая;
- влажность не более 0,01 %;
- химический состав, соответствующий марке сплава.

В случае отсутствия требований по кислороду следует определить его предельное содержание для конкретного сплава путем набора статистики, так как в ходе многократного использования (когда не подвергшийся воздействию лазера порошок отправляется на вторичное использование) в МПК оно может увеличиваться, что приводит к деградации механических свойств материала.

Методы производства МПК

Основными методами получения МПК являются газовая атомизация, плазменное центробежное распыление, плазменная атомизация в среде инертных газов. Далее будут описаны основные преимущества и недостатки каждого из них применительно к МПК из сплавов на основе никеля, железа и титана.

Газовая атомизация – один из самых распространенных и производительных методов получения порошкового материала. Его суть заключается в расплавлении металла при помощи индукционной печи и его последующем распылении инертным газом типа аргона. По данной технологии получают МПК преимущественно из сплавов на основе никеля и железа.

Достоинствами данного метода являются: низкая стоимость получаемой продукции за счет высокой производительности процесса и простой схемы получения расплава (системы нагрева и закладки/вид используемого материала для расплавления); возможность изготовления широкого перечня материалов; узкий гранулометрический состав.

К недостаткам можно отнести: наличие сателлитов на поверхности МПК; внутреннюю газовую

(аргонную) пористость; окисление частиц (в случае открытой выплавки); присутствие пылевидной фракции, ухудшающей технологические свойства МПК и требующей дополнительной операции по ее сепарации. Внутренняя пористость появляется в момент распыления расплава в результате захвата аргона каплями расплава. Сателлиты возникают из-за того, что мелкие частицы затвердевают быстрее, легче переносятся и сталкиваются с более крупными частицами под действием турбулентных потоков [14].

Плазменное центробежное распыление (ПЦР). В данном методе изготовления порошка в качестве исходного сырья используется цилиндрическая заготовка, торец которой при быстром вращении (до 35 000 об/мин) оплавляется под действием мощной плазменной дуги постоянного тока. В результате такого воздействия на торце заготовки образуется тонкая пленка расплава, капли которого отрываются от поверхности и сфероидизируются под действием сил поверхностного натяжения. Процесс распыления осуществляется в среде инертных газов (аргоногелиевая смесь) при избыточном давлении.

Наибольшее распространение данный способ получил для изготовления МПК на основе никеля и железа. К его преимуществам можно отнести высокие технологические свойства получаемого порошка, однородность химического состава, низкое содержание газовых примесей, высокую производительность, минимальное количество внешних и внутренних дефектов. Последнее объясняется особенностями процесса центробежного распыления – относительно невысокой скоростью охлаждения, позволяющей капле расплава полностью сфероидизироваться перед затвердеванием, и отсутствием турбулентных потоков, способствующих образованию сателлитов [14].

Недостатками метода ПЦР являются: более высокая стоимость МПК, так как исходная цилиндрическая заготовка изготавливается за несколько переделов (выплавка, механическая обработка), и к ней предъявляются жесткие требования (минимальное биение, однородный химический состав, отсутствие дефектов в виде трещин и раковин) и низкий уровень выхода целевой фракции. Кроме того, номенклатура промышленных сплавов, которые могут быть использованы для получения МПК данным методом, ограничена [15].

Плазменная атомизация в среде инертных газов. В качестве распыляемого материала используют проволоку диаметром до 5 мм. Данная технология зарекомендовала себя преимущественно для производства МПК на основе титана и ряда сплавов на основе никеля. Ее преимуществом является получение МПК с однородным химическим составом, узким гранулометрическим составом, низким содер-

жанием внешних и внутренних дефектов и высокими технологическими свойствами.

Недостатками данного метода являются: ограниченный перечень сплавов (определяется наличием того или иного сплава в виде проволоки); невысокая производительность по сравнению с методами, описанными выше; высокая стоимость [16].

Также стоит упомянуть технологию **плазменной сфероидизации**, сущность которой заключается в обработке порошков в потоке термической плазмы. Данный метод не является самостоятельным способом получения МПК, а применяется для сфероидизации порошков, обладающих осколочной морфологией или неправильной формой частиц, тем самым делая их пригодными для применения в технологии СЛС. Кроме того, обработка МПК в потоке термической плазмы приводит к уменьшению количества дефектов в виде сателлитов, улучшая тем самым технологические свойства композитов. Однако использование данного метода может привести к изменению гранулометрического состава МПК и увеличению количества пылевидных частиц, ухудшающих текучесть. Для устранения пылевидной фракции осуществляют дополнительные операции по ее отделению, например ультразвуковую отмывку.

Дефекты МПК, причины их образования и способы предотвращения их появления

Несоответствие гранулометрического состава. Изменение гранулометрического состава МПК относительно ранее использованного при обработке режимов СЛС приводит к изменению общего энерговклада, нарушению теплопередачи, что, в свою очередь, способствует образованию трещин и короблению материала (рис. 1, а). Несоответствие гранулометрического состава имеет накопительный характер в результате многократного использования одной и той же МПК [17]. Уменьшение доли мелких частиц способствует ухудшению процесса нанесения МПК на платформу построения, что приводит к снижению плотности наносимого слоя. Воздействие лазера на менее плотный слой приводит к локальному перегреву, увеличению количества термических напряжений и образованию дефектов в виде трещин (рис. 1, б). Стоит отметить, что негативное влияние преимущественно наблюдается при построении деталей сложной формы и/или больших размеров.

Устранить данную проблему можно путем проведения корректировки режимов СЛС и/или добавления (домешивания) в объем МПК порошка с определенным размером частиц для достижения необхо-

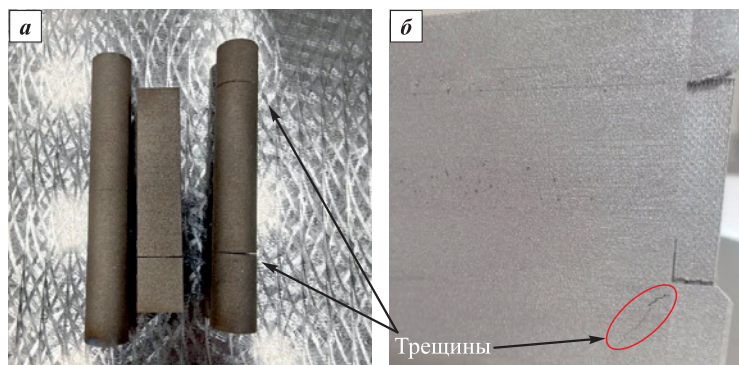


Рис. 1. Внешний вид поверхностных дефектов в образцах-свидетелях из сплава ВТ6 (а) и заготовке из сплава ВТ20 (б)

Fig. 1. Appearance of surface defects in a VT6 witness samples (a) and in a VT20 workpiece (b)

димого гранулометрического состава с требуемыми квантилями распределения d_{10} , d_{50} и d_{90} .

Внутренняя пористость. Ее образование в МПК происходит в результате захвата рабочего газа на этапе производства. Данный тип дефектов свойственен преимущественно методу газовой атомизации. Применение МПК с внутренней газовой пористостью приводит к ее унаследованию СЛС-материалом, а также неравномерному сплавлению, в результате чего образуется так называемый нагар (рис. 2). Уменьшить пористость СЛС-материала можно путем корректировки режимов сплавления и/или использования МПК с минимальным содержанием газовой пористости за счет применения другого метода производства МПК.

Сателлиты. Данный дефект, как было отмечено выше, наблюдается при использовании метода газовой атомизации. Содержание в МПК большого количества частиц с сателлитами приводит к ухудшению технологических свойств, увеличению нагара в процессе послойного сплавления. Несколько снизить нагар можно путем корректировки режимов сплавления. Для уменьшения в объеме МПК частиц с сателлитами проводят дополнительный рассев и обработку в потоке термической плазмы. Однако

все это усложняет подготовку МПК к СЛС-процессу и приводит к удорожанию конечной продукции.

Насыпная плотность. При выборе МПК стоит обращать внимание на этот показатель. Он должен соответствовать наибольшему теоретическому значению и быть сопоставим с насыпной плотностью порошков от лучших производителей. Более низкие ее значения являются следствием увеличения внутренней пористости и/или результатом изменения гранулометрического состава. Использование в процессе СЛС порошка с пониженной насыпной плотностью может привести к формированию дополнительных дефектов в СЛС-материале, а также быть причиной появления нагара.

Решением данной проблемы могут быть проведение дополнительной классификации и/или добавление (домешивание) в объем МПК порошка с определенным размером частиц для получения необходимого гранулометрического состава с требуемыми квантилями распределения d_{10} , d_{50} и d_{90} . Дополнительно следует проверить стабильность процесса получения МПК.

Текучесть порошка. Снижение текучести порошка происходит в результате изменения фракционного состава, увеличения количества дефектных

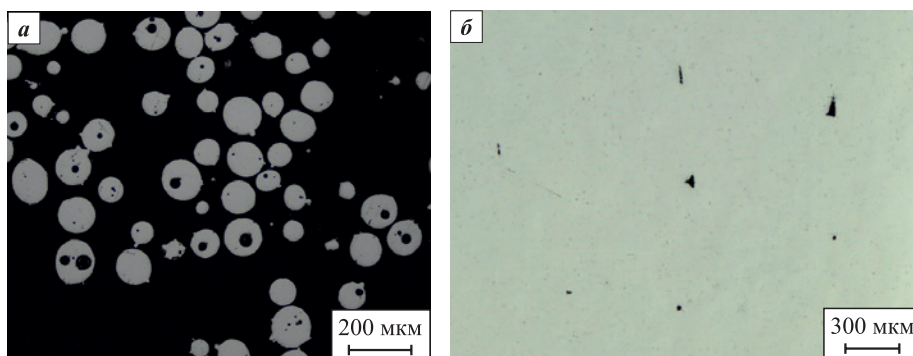


Рис. 2. Микроструктура МПК (а) и СЛС-материала из сплава Inconel 718 (б) с внутренней пористостью

Fig. 2. Microstructure of powder (a) and LPBF-fabricated Inconel 718 material (b) with internal porosity

частиц и, в редких случаях, из-за повышенной влажности (при неправильном хранении). Уменьшение текучести МПК приводит к увеличению времени подготовки оборудования, засорению системы повторной подачи порошка (рециклинг) в случае наличия у оборудования данной функции. Также в ряде работ установлено, что порошок с плохой текучестью хуже наносится на поверхности металлической подложки. Это проявляется в самом процессе нанесения и равномерности распределения МПК [17–19].

Повысить текучесть МПК можно за счет проведения дополнительной классификации и/или изменения гранулометрического состава порошка. В случае, когда причиной ее уменьшения становится повышенная влажность, осуществляют вакуумную сушку МПК.

Нагар. На сегодняшний день установлено, что так называемый нагар – это мелкодисперсные черные частицы, образующиеся в процессе послойного синтеза. Его появление приводит к засорению системы фильтрации и зеркал, нарушению процесса СЛС из-за их попадания на уже сплавленные слои, что способствует образованию потенциальных дефектов, а в некоторых случаях вызывает остановку печати (рис. 3). Увеличение обдува приводит не только к выдуванию нагара из зоны сплавления, но и к перемещению мелкодисперсных порошков, попадающих в систему фильтрации. Уменьшение доли мелкодисперсных частиц приводит к нарушению гранулометрического состава МПК. Косвенно установлено, что МПК с повышенной внутренней пористостью и большой долей сателлитов склонны к образованию большого количества нагара. Проведение корректировки режи-

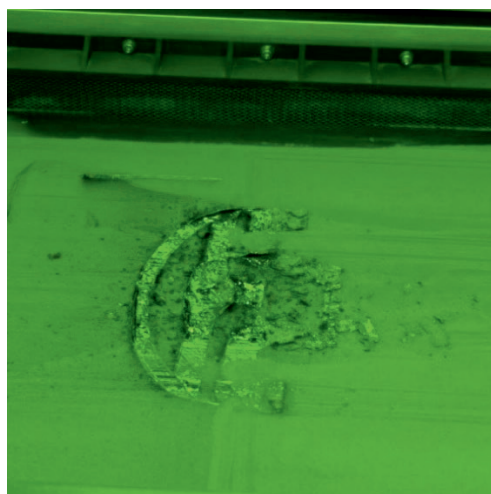


Рис. 3. Внешний вид заготовки из сплава Inconel 718 с образовавшимся нагаром, что привело к остановке СЛС-процесса

Fig. 3. Appearance of an Inconel 718 workpiece with accumulated fine black particles, which led to interruption of the LPBF process

мов СЛС не приводит к значительным результатам. В дальнейшем будут проведены работы по более детальному изучению причин образования данного дефекта применительно к МПК из разных сплавов.

Газовые примеси. По результатам проведенных исследований и анализа литературных источников можно отметить, что при правильном хранении насыщение МПК кислородом практически не происходит. У композиций из титановых сплавов в процессе хранения наблюдается незначительное увеличение содержания кислорода в пределах допустимых для конкретной марки материала значений. Увеличение концентрации кислорода в МПК происходит в случаях неправильного контроля условий окружающей среды, а также при работе на оборудовании с подогревом рабочей области свыше 500 °С. На сегодняшний день у большинства промышленных СЛС-установок данная опция отсутствует. Стоит отметить, что при добавлении свежей МПК к вторичной происходит замедление процесса ее насыщения кислородом. Данная особенность характерна для сплавов на основе титана [18; 19].

Применение МПК с заведомо окисленными частицами приводит к переносу оксидных фаз в объем СЛС-материала и ухудшению его механических свойств (преимущественно пластичности) [19]. Снижения содержания кислорода в ходе СЛС не происходит. На рис. 4 представлена характер-

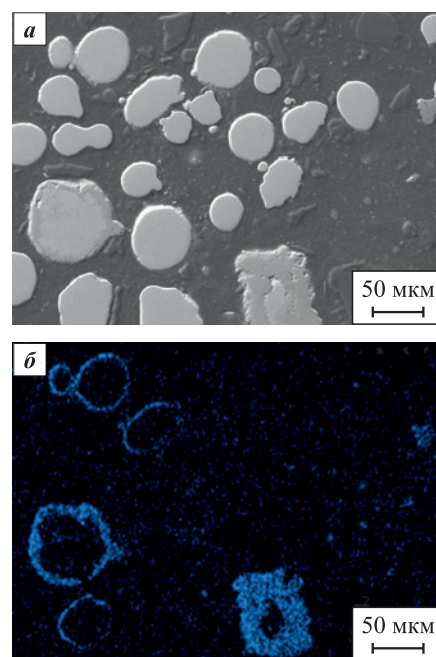


Рис. 4. Микроструктура окисленных частиц МПК сплава системы Fe–Cr–Ni–Co–Mo (а) и карта распределения кислорода (б)

Fig. 4. Microstructure of oxidized powder feedstock particles from an Fe–Cr–Ni–Co–Mo alloy system (a) and oxygen distribution map (b)

ная микроструктура частиц МПК сплава системы Fe–Cr–Ni–Co–Mo, в объеме которых зафиксированы оксидные включения. МПК с подобными дефектами не допускаются к применению в СЛС.

Масштабный фактор. В случае отработки режимов СЛС на небольших образцах (чаще всего в виде кубиков размером 10×10×10 мм) при переходе к крупногабаритным заготовкам стоит учитывать их геометрию. Из-за особенностей СЛС-метода в процессе послойного синтеза происходит накопление термических напряжений, которые могут приводить к короблению и образованию трещин (рис. 5). В связи с этим при изготовлении заготовки сложной формы потребуется провести несколько итераций, после каждой из которых будут внесены корректировки в 3D-модель и режимы СЛС. На сегодняшний день отсутствуют программы, которые позволяют свести к минимуму процесс отработки детали, в связи с чем опыт оператора играет ключевую роль.

Химический состав. В результате исследования исходных МПК на основе никеля, титана и железа и синтезированных из них материалов не выявлено изменений химического состава в части основных элементов. В литературных источниках отмечается, что испарение наблюдается в случае проведения процесса при избыточном общем энерговкладе. В рамках эксперимента было установлено, что испарению подвержены преимущественно легкоплавкие элементы Mg, Zn, Al [20], в связи с чем контроль общего химического состава проводится реже по сравнению с определением газовых примесей.

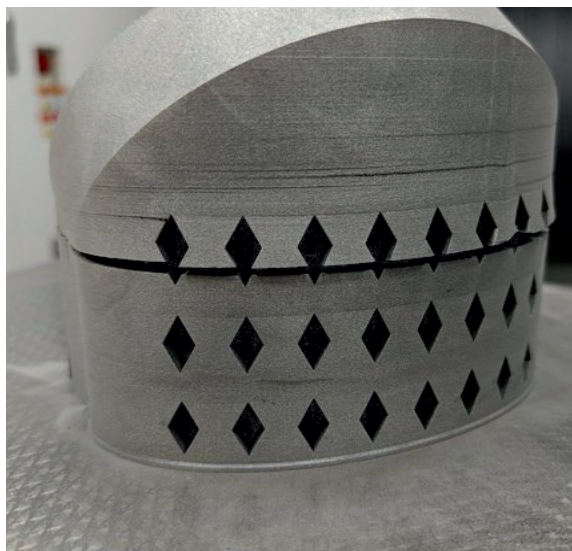


Рис. 5. Внешний вид заготовки из сплава ВТ6 с дефектами в виде расслоения вследствие высоких термических напряжений

Fig. 5. Appearance of a VT6 workpiece showing delamination defects caused by high thermal stresses

Заключение

По результатам проведенного анализа установлено, что для выявления всех рассмотренных типов дефектов (пористость, трещины, оксидные включения и т.д.) необходимо проводить регулярный контроль качества МПК, позволяющий выявить тенденцию к деградации их свойств. Для этого следует контролировать гранулометрический состав, технологические характеристики (насыпную плотность и текучесть), форму частиц, химический состав МПК как в состоянии поставки, так и после процессов послойного синтеза.

Применение качественной МПК способствует получению стабильных результатов. В случае возникновения на регулярной основе дефектов (пористости или нагара), а также низкие технологические свойства, которые затруднительно и/или невозможно устранить корректировкой режимов СЛС или пост-обработкой, наилучшим решением для некоторых сплавов является смена метода производства МПК.

Стоит отметить, что на сегодняшний день существует тенденция к адаптации промышленных сплавов под технологию АП. При этом необходимо учитывать, что не все материалы пригодны для послойного сплавления ввиду особенностей их химического состава. Так как АП является процессом, родственным сварке, то сплавы с ограниченной свариваемостью малоприменимы для послойного синтеза.

Список литературы / References

1. Nandhakumar R., Venkatesan K. A process parameters review on selective laser melting-based additive manufacturing of single and multi-material: Microstructure, physical properties, tribological, and surface roughness. *Materials Today Communications*. 2023;35: 1–41. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.105538>.
2. Sefene E.M. State-of-the-art of selective laser melting process: A comprehensive review. *Journal of Manufacturing Systems*. 2022;63:250–274. <https://doi.org/10.1016/j.jmsy.2022.04.002>
3. Haferkamp L., Haudenschild L., Spierings A., Wegener K., Riener K., Ziegelmeier S., Gerhard J.L. The influence of particle shape, powder flowability, and powder layer density on part density in laser powder bed fusion. *Metals*. 2021;11(3):418. <https://doi.org/10.3390/met11030418>
4. Pleass C., Jothi S. Influence of powder characteristics and additive manufacturing process parameters on the microstructure and mechanical behaviour of Inconel 625 fabricated by selective laser melting. *Additive Manufacturing*. 2018;24:419–431. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.09.023>
5. Haferkamp L., Spierings A., Rusch M., Jermann D., Spurek A.M., Wegener K. Effect of particle size of monomodal 316L powder on powder layer density in powder bed fu-

- sion. *Progress in Additive Manufacturing*. 2020;6(3):1–8. <https://doi.org/10.1007/s40964-020-00152-4>
6. Spierings A.B., Herres N., Levy G. Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in AM steel parts. *Rapid Prototyping Journal*. 2011;17(3):195–202. <https://doi.org/10.1108/13552541111124770>
 7. Wang G., Li B., Sun Y., Xia Y., Du J., Su G., Wang J., Han C. Characterization of microstructure and texture evolution of selective laser melting of nickel-based alloy subjected to machining. *Journal of Manufacturing Processes*. 2025;140: 63–77. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2025.02.045>
 8. Wang W., Wang S., Zhang X., Chen F., Xu Y., Tian Y. Process parameter optimization for selective laser melting of Inconel 718 superalloy and the effects of subsequent heat treatment on the microstructural evolution and mechanical properties. *Journal of Manufacturing Processes*. 2021;64:530–543. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.02.004>
 9. Korkmaz M.E., Gupta M. K., Waqar S., Kuntoglu M., Krolczyk G.M., Maruda R.W., Pimenov D.Y. A short review on thermal treatments of Titanium & Nickel based alloys processed by selective laser melting. *Journal of Materials Research and Technology*. 2022;16: 1090–1101. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.12.061>
 10. Narasimharaju S.R., Zeng W., See T.L., Zhu Z., Scott P., Jjiang (Jane) X., Lou S. A comprehensive review on laser powder bed fusion of steels: Processing, microstructure, defects and control methods, mechanical properties, current challenges and future trends. *Journal of Manufacturing Processes*. 2022;75:375–414. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.12.033>
 11. Baskov F.A., Sentyurin Zh.A., Logachev I.A., Bychkova M.Ya., Logacheva A.I. Structure and properties of EP741NP heat-resistant nickel alloy produced by selective laser melting. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2021;62(3):302–310. <https://doi.org/10.3103/S1067821221030032>
 12. Baskov F.A., Sentyurina Zh.A., Kaplanskii Yu.Yu., Logachev I.A., Semerich A.S., Levashov E.A. The influence of post heat treatments on the evolution of microstructure and mechanical properties of EP741NP nickel alloy produced by laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*. 2021;817:141340. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141340>
 13. Baskov F.A., Sentyurina Z.A., Loginov P.A., Bychkova M.Y., Logachev I.A., Levashov E.A. Structure and properties evolution of AZhK superalloy prepared by laser powder bed fusion combined with hot isostatic pressing and heat treatment. *Metals*. 2023;13:1397. <https://doi.org/10.3390/met13081397>
 14. Nie Y., Tang J., Yang B., Lei Q., Yu S., Li Y. Comparison in characteristic and atomization behavior of metallic powders produced by plasma rotating electrode process. *Advanced Powder Technology*. 2020;31(5):2152–2160. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2020.03.006>
 15. Zhang B., Huang Y., Dou Z., Wang J., Huang Z. Refractory high-entropy alloys fabricated by powder metallurgy: Progress, challenges and opportunities. *Advanced Materials and Devices*. 2024;9(2):100688. <https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2024.100688>
 16. Hryha E., Riabov D. Metal powder production for additive manufacturing. *Encyclopedia of Materials: Metals and Alloys*. 2022;3:264–271. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819726-4.00089-2>
 17. Emminghaus N., Bernhard R., Hermsdorf J., Kaierle S. Residual oxygen content and powder recycling: effects on microstructure and mechanical properties of additively manufactured Ti–6Al–4V parts. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2022; 121:3685–3701. <https://doi.org/10.1007/s00170-022-09503-7>
 18. Moghimian P., Poirie T., Habibnejad-Korayem M., Zavala J.A., Kroeger J., Marion F., Larouche F. Metal powders in additive manufacturing: A review on reusability and recyclability of common titanium, nickel and aluminum alloys. *Additive Manufacturing*. 2021;43:1–14. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102017>
 19. Zhuo Z., Ji R., Wang L., Mao J., Reusability of Ti–6Al–4V powder in laser powder bed fusion: Influence on powder morphology, oxygen uptake, and mechanical properties. *Journal of Materials Processing Technology*. 2025;335:1–7. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2024.118672>
 20. Chowdhury S., Yadaiah N., Prakash C., Ramakrishna S., Dixit S., Gupta L.R., Buddhi D. Laser powder bed fusion: A state-of-the-art review of the technology, materials, properties & defects, and numerical modelling. *Journal of Materials Research and Technology*. 2022;20:2109–2172. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.07.121>

Сведения об авторах



Information about the Authors

Федор Алексеевич Басков – к.т.н., начальник сектора АО «Композит»

 **ORCID:** 0000-0001-6238-4378

 **E-mail:** baskov_fa@mail.ru

Алла Игоревна Логачева – д.т.н., начальник отделения металлических материалов и металлургических технологий АО «Композит»

 **E-mail:** ailogacheva@yandex.ru

Иван Александрович Логачев – к.т.н., начальник отдела, зам. начальника отделения АО «Композит»

 **ORCID:** 0000-0002-8216-1451

 **E-mail:** ivan@logachev.biz

Fedor A. Baskov – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Sector, JSC Kompozit

 **ORCID:** 0000-0001-6238-4378

 **E-mail:** baskov_fa@mail.ru

Alla I. Logacheva – Dr. Sci. (Eng.), Head of the Department of Metallic Materials and Metallurgical Technologies, JSC Kompozit

 **E-mail:** ailogacheva@yandex.ru

Ivan A. Logachev – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Department, Deputy Head of the Department, JSC Kompozit

 **ORCID:** 0000-0002-8216-1451

 **E-mail:** ivan@logachev.biz

Анатолий Николаевич Тимофеев – д.т.н, зам. генерального директора по научной работе АО «Композит»
✉ **E-mail:** info@kompozit-mv.ru

Anatoly N. Timofeev – Dr. Sci. (Eng.), Deputy General Director for Scientific Work of JSC Kompozit
✉ **E-mail:** info@kompozit-mv.ru

Вклад авторов



Contribution of the Authors

Ф. А. Басков – формирование основной концепции, постановка цели и задачи исследования, подготовка текста, формулировка выводов.

А. И. Логачева – научное руководство, корректировка текста, корректировка выводов.

И. А. Логачев – осуществление расчетов, проведение испытаний образцов, подготовка текста статьи.

А. Н. Тимофеев – научное руководство, корректировка текста, корректировка выводов.

F. A. Baskov – development of the main concept, formulation of the study aim and objectives, manuscript preparation, formulation of conclusions.

A. I. Logacheva – scientific supervision, manuscript revision, revision of conclusions.

I. A. Logachev – performing calculations, conducting sample tests, manuscript preparation.

A. N. Timofeev – scientific supervision, manuscript revision, revision of conclusions.

Статья поступила 25.05.2025 г.
Доработана 02.07.2025 г.
Принята к публикации 04.07.2025 г.

Received 25.05.2025
Revised 02.07.2025
Accepted 04.07.2025

Приглашаем вас стать авторами научно-практических журналов Университета науки и технологий МИСИС

**МИСИС**
УНИВЕРСИТЕТ

ПОРТАЛ НАУЧНЫХ ЖУРНАЛОВ

Университета науки и технологий МИСИС

<https://portal-journals.misis.ru/>



Журналы платформы

Горные науки и технологии / Mining Science and Technology



- Основан в 2016 г.
- Учредитель журнала: НИТУ «МИСИС».
- Является одним из основных научно-технических журналов, освещающих междисциплинарные направления, которые способствуют прогрессу в горном деле.
- Целевая аудитория – исследователи, специалисты в области горного дела, представители академического и профессионального сообществ.
- В журнале публикуются оригинальные статьи, описывающие результаты исследований, опыт реализации проектов в горнопромышленном комплексе, обзоры публикации.
- Индексируется в РИНЦ, Scopus, GeoRef, Dimensions, электронной базе Реферативных журналов ВИНТИ РАН.
- Включен в международные Базы данных: CAS, EBSCO, J-Gate, Jisc Library Hub Discover, Ulrich's Periodicals Directory.

<https://mst.misis.ru/>



Известия высших учебных заведений. Черная Металлургия



- Основан в 1958 г.
- Учредители журнала: НИТУ «МИСИС», СибГИУ.
- Основная задача журнала – обобщение научных и практических достижений в области черной металлургии и материаловедения.
- В журнале публикуются научные сотрудники РАН и отраслевых научных центров, специалисты-практики, профессорско-преподавательский состав вузов, соискатели ученых степеней, другие специалисты России, стран СНГ и зарубежных стран.
- Журнал индексируется в Scopus, RSCI, Chemical Abstracts, РИНЦ, РЖ/БД ВИНТИ.

<https://fermet.misis.ru/>



Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия / Powder Metallurgy and Functional Coatings



- Основан в 2007 г.
- Учредитель журнала: НИТУ «МИСИС».
- Один из основных российских журналов по актуальным научным проблемам порошковой металлургии и инженерии поверхности, порошкового материаловедения, синтеза неорганических материалов в режиме горения, технологий покрытий и модифицирования поверхности, наноструктурных материалов и нанотехнологий, керамики и композитов, пористых и биоматериалов.
- В журнале публикуются научные сотрудники РАН и отраслевых научных центров, специалисты-практики, профессорско-преподавательский состав вузов, соискатели ученых степеней, другие специалисты России, стран СНГ и зарубежных стран.
- Журнал индексируется в Scopus, RSCI, РИНЦ, БД/РЖ ВИНТИ.
- Включен в Перечень ВАК (категория K1)

<https://powder.misis.ru/>



Известия вузов. Цветная металлургия / Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy



- Основан в 1958 г.
- Учредитель журнала: НИТУ «МИСИС».
- Один из основных научно-технических журналов по актуальным научным проблемам цветной металлургии и материаловедения. Отражает новые результаты фундаментальных, проблемно-ориентированных, поисковых научных исследований в аналитических статьях, обзорах и кратких сообщениях.
- В журнале публикуются научные сотрудники РАН и отраслевых научных центров, специалисты-практики, профессорско-преподавательский состав вузов, соискатели ученых степеней, другие специалисты России, стран СНГ и зарубежных стран.
- Журнал индексируется в RSCI, РИНЦ, РЖ/БД ВИНТИ.
- Включен в Перечень ВАК (категория K1).

<https://cvmet.misis.ru/>



Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники



- Основан в 1998 г.
- Учредитель журнала: НИТУ «МИСИС».
- Один из основных российских научно-технических журналов, освещающих проблемы получения и исследования свойств полупроводниковых, магнитных и диэлектрических материалов для микро- и нанoeлектроники.
- В журнале публикуются специалисты – ученые и аспиранты ведущих высших учебных заведений и научных организаций России, стран ближнего и дальнего зарубежья.
- Журнал индексируется в Chemical Abstracts (CAS), EbscoHost, РИНЦ, РЖ/БД ВИНТИ.
- Включен в Перечень ВАК (категория K2).

<https://met.misis.ru/>



Экономика промышленности / Russian Journal of Industrial Economics



- Основан в 2008 г.
- Учредители журнала: НИТУ «МИСИС», ОМК.
- Журнал сфокусирован на инновационном развитии индустрии производственно-потребительского цикла. Представляет собой дискуссионную площадку для обсуждения новейших достижений экономической науки, практики реализации передовых технологий и индустриального стратегирования.
- В журнале публикуются специалисты – стратегические лидеры, высший и средний управленческий персонал, ученые, инженеры, экономисты и практики всех отраслей промышленности и науки.
- Журнал индексируется в РИНЦ, РЖ/БД ВИНТИ.
- Включен в Перечень ВАК (категория K2).

<https://ecoprom.misis.ru/>



Modern Electronic Materials



- Основан в 2015 г.
- Учредитель журнала: НИТУ МИСИС.
- Язык публикаций: английский.
- Размещается на издательской платформе ARPHA (PenSoft, Болгария).
- Журнал освещает фундаментальные и практические вопросы в области материалов для микро- и нанoeлектроники, изучения их структуры и свойств.
- В журнале публикуются специалисты – ученые и аспиранты ведущих высших учебных заведений и научных организаций России, стран ближнего и дальнего зарубежья.
- Журнал индексируется в Scopus, RSCI, РИНЦ, Chemical Abstracts, DOAJ, Altmetric, ASOS Indeks, CNKI, CrossRef, EBSCO Essentials и др.

<https://moem.pensoft.net/>



- ✓ Публикация бесплатная после процедур двойного слепого рецензирования
- ✓ Все журналы с 2023 г. размещаются в открытом доступе
- ✓ Занимают высокие места в рейтингах своих тематических групп в РИНЦ и Перечне ВАК
- ✓ Индексируется в реферативных базах данных (Scopus, RSCI, CAS, GeoRef, РЖ/БД ВИНТИ и др.)
- ✓ Всем публикациям присваиваются DOI с регистрацией в CrossRef

Рады видеть вас в числе авторов наших журналов!

Олег Владиславович Роман

21 сентября 1925 – 16 марта 2013

Ученый в области порошковой металлургии
Академик НАН Беларуси,
первый директор Института порошковой металлургии
Доктор технических наук, профессор
Почетный профессор БНТУ



В 2018 г. Институту порошковой металлургии НАН Беларуси присвоено имя академика О. В. Романа

ул. Платонова, 41, 220005 Минск, Республика Беларусь

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору
в сфере связи, информационных технологий
и массовых коммуникаций.

Свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-79230

Журнал распространяется агентством «Урал-Пресс»
Подписной индекс: 80752 (печатная версия)
05108 (электронная версия)

ПЛАТОНОВА
улица
41

ИНСТИТУТ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ ИМЕНИ АКАДЕМИКА О.В. РОМАНА

