УДК: 54.01,544.02, 54.057, 54.165

# Сравнительное исследование структуры, фазового состава и механических свойств жаропрочных никелевых сплавов, полученных различными методами

А.Ю. Токмачева-Колобова<sup>1,2</sup>, С.С. Манохин<sup>1,3</sup>, В.Н. Санин<sup>4</sup>, Д.М. Икорников<sup>4</sup>, Д.Е. Андреев<sup>4</sup>, М.Г. Токмачев<sup>5</sup>, А.Ф. Зверев<sup>3</sup>, Е.Г. Колобова<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем химической физики РАН, 142432 Черноголовка, Московская обл., проспект академика Семенова, 1 E-mail: manohin@bk.ru; kolobova@icp.ac.ru

<sup>2</sup> Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС", 119049 Москва, Ленинский проспект, 4 E-mail: anastasiia.misis@gmail.com

<sup>3</sup> Белгородский государственный национальный исследовательский университет, 308015 Белгород, ул. Победы, 85 E-mail: zverev@bsu.edu.ru

<sup>4</sup> Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова РАН, 142432 Черноголовка, Московская область, ул. академика Осипьяна, 8

E-mail: svn@ism.ac.ru; iko@ism.ac.ru; ade@ism.ac.ru

<sup>5</sup> Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119991 Москва, ул. Ленинские Горы, 1 E-mail: miket@mail.ru

Поступила в редакцию 11 декабря 2018 г., окончательный вариант — 11 декабря 2018 г., принята к публикации 12 апреля 2019 г.

Проведено комплексное сравнительное исследование структуры, фазового состава и механических свойств жаропрочных сплавов на основе никеля системы Ni-Cr-(X), полученных методами традиционной металлургии и самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (CBC) в сочетании с литьем под давлением. Установлено, что полученный методами CBC-металлургии сплав — аналог промышленного сплава ВЖ98 — имеет дендритную структуру и характеризуется улучшенными механическими свойствами, в том числе повышенной по сравнению с литым сплавом жаропрочностью. Добавление в исходную порошковую смесь для CBC до 0,1 масс.% порошкообразного углерода приводит к повышению сопротивления высокотемпературной деформации, что связано с формированием карбидной фазы, затрудняющей движение дислокаций и процессы зернограничного проскальзывания. Методами растровой и просвечивающей электронной микроскопии исследована микроструктура полученных жаропрочных сплавов.

Ключевые слова: жаропрочные никелевые сплавы, CBC-металлургия, микроструктура, механические свойства.

DOI: 10.30791/0015-3214-2019-3-69-79

### Введение

Жаропрочные сплавы на основе никеля благодаря достаточно высокой термической стабильности структуры и сопротивлению ползучести при повышенных температурах в сочетании с высокой коррозионной стойкостью нашли широкое применение в качестве конструкционных материалов в авиационной и космической технике, в том числе при производстве деталей горячей зоны газотурбинных двигателей [1-6]. Рабочая температура сплавов на никелевой и кобальтовой основе с интерметаллидным или твердорастворным упрочнением варьируется от 750 (Inconel 718, ВЖ172) до 1100°С (ВЖ145, HS188) [6-9].

70

В данной работе исследовали сплав системы Ni-Cr-(X) на примере известной марки XH60BT (ВЖ98). Как известно, сплав ВЖ98 имеет достаточно высокую пластичность при комнатной и повышенных температурах и не требует дополнительной сложной термической обработки. Фазовый состав сплава представлен легированным у-твердым раствором на основе никеля и частицами вторичной карбидной фазы (W<sub>6</sub>C, Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>). Известно, что дисперсные частицы вторых фаз (карбидов, нитридов, оксидов и др.), особенно располагающиеся по границам зерен, увеличивают высокотемпературную прочность металлических поликристаллов, поскольку препятствуют миграции границ зерен, развитию процессов рекристаллизации и зернограничного проскальзывания при повышенных и высоких температурах [2]. Такое же положительное влияние оказывают зернограничные частицы карбидов на высокотемпературную прочность рассматриваемых сплавов [1,5], которые очень чувствительны к изменениям структуры, фазового состава и распределения фазовых выделений по объему материала. Для обеспечения высокой жаропрочности этих сплавов предпочтительно, чтобы зернограничные выделения имели глобулярную форму и субмикронный размер, а также были равномерно распределены по объему материала. Кроме того, при выборе и оптимизации химического состава сплавов необходимо учитывать, что чрезмерное увеличение содержания углерода может приводить к избыточному выделению карбидных фаз на основе хрома и снижению жаропрочности и жаростойкости, в том числе из-за обеднения матрицы по легирующим элементам (прежде всего, по хрому). Пластинчатая или игольчатая форма карбидов и их неравномерное распределение по границам зерен может оказывать охрупчивающее влияние, снижающее ресурс работы элементов конструкций из данного сплава при повышенных температурах. Известно, что карбиды типа М<sub>с</sub>С более стабильны при высоких температурах, чем М<sub>23</sub>С<sub>6</sub>, поэтому выделение карбидной фазы W<sub>6</sub>C по границам зерен более предпочтительно для повышения жаропрочности [1,6,10].

В связи с устойчивой тенденцией к повышению стоимости энергоносителей и исходных компонентов жаропрочных сплавов на основе никеля, в настоящее время проводятся разработки энерго- и ресурсосберегающих технологий получения

таких материалов. Одним из перспективных методов получения новых высокотемпературных металлических и керамических материалов является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) [11,12]. В данной работе для получения Ni-Cr-W сплава применялся метод получения литых материалов в режиме горения, получивший название "СВС-технология высокотемпературных расплавов" [13] или "СВС-металлургия" [14-16]. Использование высокоэкзотермических СВС-составов термитного типа позволяет реализовать температуры, достаточные для получения расплавов продуктов горения (выше 2500°С). При этой температуре целевой продукт (металлический расплав) и шлаковая фаза (оксид металла-восстановителя) находятся в жидкофазном состоянии, и под действием гравитации происходит гравитационная сепарация (расслоение) расплавов жидкого металла и шлака. В зависимости от состава смеси и условий синтеза после охлаждения образуются слитки литых тугоплавких соединений [12,17], твердые сплавы, оксидные и композиционные материалы [18,19], а также наплавки из них [20].

К достоинствам CBC-металлургии литых жаропрочных материалов относятся:

 простое оборудование и минимальный уровень энергозатрат;

 возможность достижения высоких температур, необходимых для получения жаропрочных сплавов, за счет внутренних химических источников тепла;

— высокая производительность, обусловленная высокой скоростью горения (длительность синтеза не превышает 2-3 мин);

 возможность получения жаропрочных материалов с заданным составом и структурой.

От аналогов, полученных с помощью традиционных технологий электрометаллургии, СВС-материалы выгодно отличаются меньшим содержанием неконтролируемых примесей и более совершенной кристаллической структурой, что обеспечивает лучшие физико-механические свойства таких материалов [21-23].

Целью данной работы является проведение сравнительных исследований влияния структуры и фазового состава на механические свойства жаропрочных сплавов системы Ni-Cr-(X), полученных методами традиционной и CBC-металлургии.

# Материалы и методика эксперимента

Для проведения сравнительных исследований был выбран промышленный сплав марки XH60BT

Элементный состав исследуемых сплавов Ni-Cr-(X), масс.%

Elemental composition of the investigated Ni-Cr-(X) alloy, wt.%										
Сплав	Ni	Cr	W	Fe	Ti	Al	Mn	C	Si	
Заданный состав промышленного сплава ВЖ98	Осн.	23,5-26,5	13-16	<4	0,3-0,7	<0,5	<0,5	<0,10	<0,8	
Результаты анализа промышленного литого сплава ВЖ98 в исходном состоянии (I)* и после дополнительной термомеханической обработки (II)**	Осн.	25	14	1	0,2	_	<1	<1	<1	
СВС сплав (III)***	Осн.	19	12	5		5	1	0,04	1	
СВС сплав (IV)****	Осн.	31	20	4		0,5	0,4	0,08	—	

промышленный литой сплав в исходном состоянии;

\*\* — исходный литой сплав после дополнительной термомеханической обработки для формирования субмикрокристаллической (СМК) структуры;

\*\*\* — сплав, полученный методом СВС-металлургии;

\*\*\*\* — сплав, полученный методом CBC-металлургии с добавлением 0,1 масс.% порошкообразного углерода.

(ВЖ98) [24]. Заданный химический состав сплава представлен в табл.1, там же приведены результаты микрорентгеноспектрального анализа исходного промышленного сплава (состояния I и II) и сплавов, полученных методом СВС-синтеза (состояния III и IV), в растровом электронном микроскопе (РЭМ) с энергодисперсионной приставкой EDAX. Инструментальная погрешность определения концентрации элементов составляла 1 масс.%.

В состоянии поставки исследуемый промышленный сплав ВЖ98 находился в виде листов толщиной 3 мм. Для растворения вторичных фаз и гомогенизации химического состава сплава проводили отжиг при 1200°С с последующей закалкой в воду. Для формирования субмикрокристаллической (СМК) структуры образцы размером 10×50×1 мм подвергали продольной прокатке в стане "ТРИО-450" при комнатной температуре со скоростью 10<sup>-2</sup> м/с. Рекристаллизованную структуру в образцах после прокатки формировали путем отжига на воздухе в муфельной печи при температурах в интервале 650-750°С в течение 1 ч.

Методом СВС-металлургии с использованием смесей порошков оксидов Ni, Cr, W и Fe технической чистоты и дополнительным добавлением углерода (графита), а также алюминия марки ПА-4 в качестве восстановителя, были получены сплавы системы Ni-Cr-W, близкие по составу к исходному промышленному сплаву ВЖ98. Средний размер частиц исходной порошковой смеси не превышал 100 мкм. Смешивание порошков производилось в планетарном смесителе в течение 15 мин. Для интенсификации гравитационной сепарации и конвективного перемешивания расплава процесс синтеза сплава осуществляли в центробежной СВС-установке при воздействии перегрузки от 1 до 500g [17]. Для синтеза использовали керамическую (корундовую) форму диаметром 40 мм, размещенную внутри графитовой формы. Применение двух форм исключало возможность растекания расплава в процессе вращения ротора центробежной СВСустановки. Схема процесса СВ-синтеза литых материалов и его основные стадии подробно изложены в [16-19].

Измерения микротвердости образцов (микрошлифы после травления) проводили методом восстановления отпечатка с использованием четырехгранной пирамиды с квадратным основанием (метод Виккерса) на цифровом микротвердомере DM8 при нагрузке 100 г.

Механические испытания на сжатие образцов в виде параллелепипеда размерами 8×8×12 мм проводили при комнатной и высоких (1000°С) температурах на универсальной гидравлической испытательной машине Instron 300LX со скоростями деформации 10<sup>-2</sup>-10<sup>-4</sup> с<sup>-1</sup>.

Структурные исследования проводили в продольном и поперечном сечениях заготовок. Микроструктуру и фазовый состав образцов исследовали методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе Tecnai GF20 S-TWIN при ускоряющем напряжении 200 кВ в режиме просвечивающей электронной микроскопии и сканирующей просвечивающей электронной микроскопии (СПЭМ). Распределение химических элементов в сплаве определяли методом рентге-

Таблина 1

Table 1

новского энергодисперсионного микроанализа в режиме СПЭМ с использованием приставки EDAX и программного обеспечения Теспаі Imaging & Analysis. Количественная обработка высокоразрешающих электронных изображений и картин электронной дифракции проводилась с помощью компьютерной программы Digital Micrograph 2.0.2. Исследования на растровых электронных микроскопах (РЭМ) Quanta FEG 600 и NovaNanoSem 450 проводились при ускоряющем напряжении 30 кВ.

72

Средний размер элементов зеренно-субзеренной структуры на ПЭМ-изображениях определяли методом секущих по результатам измерений не менее 300 зерен. Для расчетов использовали программное обеспечение ImageScope. По гистограммам распределения зерен по размерам для горизонтальных и вертикальных секущих для образцов в каждом состояния определяли усредненные гистограммы распределения элементов микроструктуры по размерам и все необходимые для статистической обработки характеристики полученных распределений.

С использованием метода дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ) в РЭМ, который основан на идентификации дифракционных картин в виде Кикучи-линий, строили гистограммы распределения зерен по углам разориентировки.

Приготовление образцов для ПЭМ производилось на электроэрозионной установке AQ300L. Вырезанные диски диаметром 3 мм обрабатывали в 2 этапа. На первом этапе для утонения исполь-



Рис.1. Микроструктура сплава ВЖ98 в состоянии поставки (состояние 1): *а* — РЭМ- изображение, съемка в обратно-рассеянных электронах; *b* — карта дифракции обратно-рассеянных электронов в цветовой гамме кристаллографического треугольника ГЦК решетки никеля; *с* — распределение зерен по размерам; *d* — гистограмма разориентаций границ зерен.

Fig.1. Microstructure of Ni-Cr-W commercial cast alloy in as-received condition (position I): a — SEM-image in back-scattered electrons; b — back-scattered electrons diffraction map in the color spectrum of the crystallographic triangle of FCC nickel lattice; c — grain size distribution; d — histogram of misorientations of grain boundaries.

зовали механическое шлифование на наждачных кругах до толщины пластинок 100-150 мкм. Как известно, при грубой шлифовке искажения структуры наблюдаются на глубине до 12-75 мкм, при тонкой шлифовке — до 2,5-25 мкм. На втором этапе приготовления фольг использовали установку LaboPol-5 (Struers). Поскольку на втором этапе завершающей стадии получения тонких фольг утонение осуществляется с двух сторон (на установке TenuPol-5 для электролитической струйной полировки с применением электролита 80 мл HClO<sub>4</sub> + 90 мл H<sub>2</sub>O + 730 мл C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH при температуре –10°C и напряжении U = 27 В), то в исследуемой фольге не должны наблюдаться артефакты, связанные с механической шлифовкой на начальных стадиях приготовления фольг.

### Результаты и обсуждение

# Исходный промышленный литой сплав (состояние I)

РЭМ-изображения микроструктуры исследуемого сплава после литья (состояние 1), представлены на рис.1*a*, *b*. Микроструктура сплава состоит из зерен, форма которых близка к равноосной, и частиц карбидов вольфрама и хрома размером ~1-3 мкм. Распределение зерен близко к логарифмически нормальному (рис.1*c*). Математическое ожидание размера зерна составляет 2,89±0,16 мкм, медиана распределения 2,05 мкм, мода — 1,03 мкм (объем выборки равен 1332 измерений). Доля малоугловых границ составляет 7%, высокоугловых — 93%,



Рис.2. Микроструктура сплава ВЖ98 в состоянии после прокатки и отжига 750°С/1 ч (состояние II): а — РЭМ-изображение в обратно-рассеянных электронов в цветовой гамме кристаллографического треугольника ГЦК решетки никеля; с — распределение зерен по размерам; d — гистограмма разориентаций границ зерен.
Fig.2. Microstructure of Ni-Cr-W commercial cast alloy after rolling and annealing 750°С/1 h (position II): a — SEM-image in back-scattered electrons; b — back-scattered electrons diffraction map in the color spectrum of the crystallographic triangle of FCC nickel lattice; c — grain size distribution; d — histogram of misorientations of grain boundaries.

спектр разориентаций зерен характеризуется пиком в области  $60^{\circ}$  (рис.1*d*). Как известно, это соответствует наличию большого числа границ зерен двойникового типа, которые, как правило, имеют прямолинейную форму.

## Литой сплав после прокатки и формирования СМК структуры (состояние II)

После прокатки на степень деформации  $\varepsilon = 80\%$  при повышенной температуре (600°С) микроструктура материала характеризуется наличием признаков неравновесного высокодефектного состояния. Наблюдается высокая плотность деформационных дефектов, контраст границ зерен отсутствует, что, как известно, может быть связано с наличием полей упругих напряжений от деформационных дефектов кристаллической решетки. В состоянии после прокатки и последующего отжига 650°С/1 ч наблюдаются области, в которых начинается процесс первичной рекристаллизации с одновременным выделением вторичных дисперсных частиц карбидов.

Полностью рекристаллизованная структура наблюдается только после отжига при температуре  $750^{\circ}$ С в течение 1 ч (рис.2*a*, *b*).

Распределение зерен по размерам близко к логарифмически нормальному (рис.2*c*). Математическое ожидание размера зерна составило 0,68±0,02 мкм, медиана распределения 0,58 мкм, мода — 0,43 мкм (объем выборки 2872 измерений). Доля малоугловых границ 6%, высокоугловых границ — 94%. Как и в исходном состоянии, на картах разориентаций границ зерен преобладает разориентировка 60° (двойниковые границы). Имеются также специальные большеугловые границы с преобладанием разориентировок ~37-38° (рис.2*d*). Данное рекристаллизованное состояние после прокатки и отжига 750°С/1 ч было выбрано для сравнительного исследования механических свойств при повышенных температурах.

После отжига при 750°С, как и на начальном этапе рекристаллизации, наблюдаются дисперсные (~100 нм) карбиды хрома и вольфрама, выделившиеся на границах зерен (рис.3).

# Сплав, полученный методом СВС-металлургии (состояние III)

На первом этапе изучения возможности применения метода СВС-металлургии были изготовлены образцы сплава, близкого по составу к ВЖ98, без дополнительного легирования углеродом. Структура СВС-сплава характеризуется четко выраженными дендритными колониями, которые представляют собой твердый раствор на основе никеля (рис.4), однако, в отличие от промышленного литого сплава в различных состояниях, в ней нет частиц W и Cr. Из приведенных в табл.1 данных видно, что состав синтезированного СВС-сплава соответствует составу промышленного сплава ВЖ98, что позволяет провести корректное сравнение механических свойств промышленного литого и синтезированных методом СВС-металлургии сплавов.



Рис.3. Рекристаллизованная структура сплава ВЖ98 после прокатки на степень деформации 80% и последующего отжига 750°С/1 ч: *а* — РЭМ (дисперсные карбидные выделения имеют светлый контраст); *b* — ПЭМ (дисперсные карбидные выделения имеют темный контраст).

Fig.3. Recrystallized structure of Ni-Cr-W commercial cast alloy after rolling (80%) and annealing 750°C/1 h: *a* — SEM (dispersion carbide precipitations are light); *b* — TEM (dispersion carbide precipitations are dark).



Рис.4. РЭМ-изображение микроструктуры СВС-сплава (состояние III) при разном увеличении.







Fig.5. SEM-images of microstructure of the SHS alloy with the addition of 0.1 wt.% C (position IV) at different magnifications.

# Сплав, полученный методом СВС-металлургии с добавлением 0,1 масс.% порошкообразного углерода (состояние IV)

Добавление углерода в исходную порошковую смесь для CB синтеза позволяет довести его содержание в синтезированных образцах до 0,1 масс.%. Это приводит к формированию в структуре сплава сетки прерывистых прослоек ламелярного типа на границах дендритных колоний (рис.5). В составе этой сетки методом энергодисперсионного рентгеноспектрального микроанализа обнаружена повышенная концентрация легирующих элементов (W, Cr), выделения которых равномерно распределены по объему и границам дендритных колоний.

#### Механические свойства

Данные по механическим свойствам промышленного и полученного методом CBC-металлургии сплавов приведены в табл.2.

Как видно, промышленный сплав с СМК структурой (состояние II) и сплав, полученный методом СВС-металлургии с дополнительным легированием углеродом (состояние-IV), обладают повышенными прочностными характеристиками при комнатной температуре. Естественно предположить, что упрочнение литого сплава после прокатки и формирования СМК структуры (состояние II) связано с измельчением зерен, а СВСсплава, дополнительно легированного углеродом

#### А.Ю. Токмачева-Колобова, С.С. Манохин и др. Сравнительное исследование структуры...

Механические свойства образцов литого и СВС сплава ВЖ98 в различных состояниях

Table 2

Mechanical properties of the cast and SHS alloy Ni-based investigated alloy in various states

÷				
Микротвердость при комнатной	Предел текучести $\sigma_{_{0,2}}$ и прочности $\sigma_{_{\rm B}}$ при температуре испытаний 1000°С, скорость испытаний 10 <sup>-4</sup> с <sup>-1</sup>			
температуре, <i>HV</i>	σ <sub>0,2</sub> , МПа	$\sigma_{_{\rm B}},$ МПа		
200	20	50		
220	20	35		
190	90	120		
260	120	145		
	Микротвердость при комнатной температуре, <i>HV</i> 200 220 190 260	Микротвердость при комнатной температуре, НV         Предел текучести σ <sub>0.2</sub> и пр испытаний 1000°С, ско σ <sub>0.2</sub> , МПа           200         20           220         20           190         90           260         120		

(состояние IV), — с твердорастворным упрочнением углеродом, который является примесью внедрения.

Для СВС-сплавов напряжение течения при высокотемпературных испытаниях заметно выше, чем для литых сплавом как в крупнозернистом, так и в СМК состояниях. Добавление в СВС-сплав небольшого количества углерода усиливает сопротивление высокотемпературной деформации за счет формирования карбидной фазы, затрудняющей движение дислокаций и процессы зернограничного проскальзывания. Кроме того, дендритная структура СВС-сплава также способствует повышению сопротивления деформации в направлении вытянутости дендритов. Известно, что формирование дендритной структуры связано с возникающей практически всегда неоднородностью химического состава сплава при его кристаллизации (центральные области дендрита, обогащенные более тугоплавкими компонентами, кристаллизуются в первую очередь).

Таким образом, результаты проведенных исследований показывают, что наиболее перспективным среди всех рассмотренных материалов является аналог сплава ВЖ98, полученный методом СВС-металлургии с дополнительным легированием углеродом.

#### Выводы

Методами растровой и просвечивающей электронной микроскопии проведены сравнительные исследования влияния структурно-фазового состояния на механические свойства промышленного литого жаропрочного сплава системы Ni-Cr-W (марки ВЖ98) и сплавов-аналогов, полученных методом CBC-металлургии. Установлено, что в CBCсплавах формируется структура, в которой границы зерен закрепляются дисперсными частицами, что способствует повышению сопротивления деформации при высоких температурах. Добавление в CBC-сплав углерода (до 0,1 масс.%) усиливает этот эффект за счет формирования карбидов и твердорастворного упрочнения. CBC-сплав, легированный углеродом, обладает более высокими прочностными характеристиками при комнатной и повышенных температурах.

Отработаны технологические режимы формирования субмикрокристаллической структуры, заметно повышающей прочностные свойства промышленного литого сплава ВЖ98, за счет образования в процессе рекристаллизации наноразмерных карбидных выделений глобулярной морфологии.

Полученные результаты свидетельствуют о перспективности использования СВС-металлургии для получения жаропрочных сплавов с улучшенными механическими свойствами при комнатной и повышенных температурах.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №18-02-00760 "Исследование закономерностей и физических механизмов эволюции структурно-фазового состояния и механических свойств жаропрочных сплавов системы Ni-Co-Cr-(X) при диффузионном обмене атомами внедрения с внешней средой", а также при поддержке тематической карты фундаментальных научных исследований ИПХФ РАН №0089-2019-0017.

#### Литература

- Колобов Ю.Р., Каблов Е.Н., Козлов Э.В. Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанофазным упрочнением. М.: МИСиС, 2008, 327 с.
- Reed R.C. The superalloys: Fundamentals and applications. Cambridge Univ.Press, Cambridge-New York, 2006, 372 p.
- Kolobov Yu.R., Valiev R.Z., Grabovetskaya G.P., et al. Grain boundary diffusion and properties of nanostructured materials. Cambridge: Cambridge Int. Sci. Publ., 2007, 250 p.
- 4. Askeland D.R., Phule P.P. The science and engineering of materials. Cengage Learning, 2005, 888 p.
- 5. ASM specialty handbook: Heat-resistant materials. ASM Int., 1997, 591 p.
- Морозова Г.И. Компенсация дисбаланса легирования жаропрочных никелевых сплавов. МиТОМ, 2012, №12, с.52-56.
- Ломберг Б.С., Овсепян С.В., Бакрадзе М.М., Мазалов И.С. Высокожаропрочные деформируемые никелевые сплавы для перспективных газотурбинных двигателей и газотурбинных установок. Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана, сер. "Машиностроение", 2011, Спецвыпуск SP2, с.98-103.
- Латышев В.Б. Жаропрочные деформируемые свариваемые сплавы для камер сгорания. В сб.: Авиационные материалы на рубеже XX-XXI веков. М.: ВИАМ, 1994, с.273-278.
- Lee S.Y., Lu Y.L., Liaw P.K., Choo Hahn, et al. Elevatedtemperature creep-fatigue crack-growth behavior of HAYNES®188 superalloy. Key Eng.Mater., 2007, v.345-346, pp.287-290.
- Kun B., Rui H., Jinshan L., Lian Z. Grain refinement of Ni-Cr-W based superalloy by near liquidus casting. Rare Metal Mater.Eng., 2014, v.43, iss.1, pp.1-5.
- Merzhanov A.G. The chemistry of self-propagating high-temperature synthesis. J.Mater.Chem., 2004, v.14, iss.12, pp.1779-1786.
- Merzhanov A.G. Self-propagating high-temperature synthesis: Non-equilibrium processes and equilibrium products. Adv.Sci.Technol., 2006, v.45, pp36-44.
- Yukhvid V.I. Modification of SHS-processes. Pure Appl. Chem., 1992, v.64, No.7, pp.977-988.
- Санин В.Н., Икорников Д.М., Андреев Д.Е., Юхвид В.И. Центробежная СВС-металлургия эвтектических сплавовна основе алюминида никеля. Изв.ВУЗов, Порошковая металлургия и функциональные покрытия, 2013, №3, с.35-42.
- Yukhvid V.I., Alymov M.I., Sanin V.N., Andreev D.E. SHS metallurgy of Ni-Al-based alloy. Key Eng.Mater., 2016, v.684, pp.353-358.
- Санин В.Н., Юхвид В.И., Икорников Д.М., Андреев Д.Е., Сачкова Н.В., Алымов М.И. СВСметаллургия литых высокоэнтропийных сплавов на основе переходных металлов. Доклады Академии Наук, 2016, т.470, №4, с.421-426.
- 17. Sanin V., Andreev D., Ikornikov D., Yukhvid V. Cast intermetallic alloys and composites based on them

by combined centrifugal casting-SHS process. Open Journal of Metal, 2013, v.3, No.2B, pp.12-24.

- Yukhvid V.I., Andreev D.E., Sanin V.N., Gorshkov V.A., Alymov M.I. Synthesis of cast composite materials by SHS metallurgy methods Key Eng.Mater., 2017, v.746, pp.219-232.
- Sanin V.N., Ikornikov D.M., Andreev D.E., Yukhvid V.I., Levashov E.A., Pogozhev Yu.S. Cast NiAl/Ni20Al3B6 composites by centrifugal SHS. Int.J.Self-Propag.High-Temp.Synth., 2014, v.23, No.4, pp.232-239.
- Sanin V.N., Ikornikov D.M., Andreev D.E., Yukhvid V.I., Derin B., Yucel O. Protective Mo<sub>2</sub>NiB<sub>2</sub>-Ni coatings by centrifugal metallothermic SHS. Int.J.Self-Propag.High-Temp.Synth., 2015, v.24, No.3, pp.161-170.
- Zaitsev A.A., Sentyurina Zh.A., Levashov E.A., Pogozhev Yu.S., Sanin V.N., Loginov P.A., Petrzhik M.I. Structure and properties of NiAl-Cr(Co,Hf) alloys prepared by centrifugal SHS casting.
   Room temperature investigations. Mater.Sci.Eng.A, 2017, v.690, pp.463-472.
- 22. Zaitsev A.A., Sentyurina Zh.A., Levashov E.A., Pogozhev Yu.S., Sanin V.N., Sidorenko D.A. Structure and properties of NiAl-Cr(Co,Hf) alloys prepared by centrifugal SHS casting followed by vacuum induction remelting. 2. Evolution of the structure and mechanical behavior at high temperature. Mater.Sci.Eng.A, 2017, v.690, pp.473-481.
- Kolobov Yu.R., Bozhko S.A., Golosova O.A., Sanin V.N., Ikornikov D.M., Yukhvid V.I. Fine grained Co-Cr-Mo alloy by combined use of SHS and thermomechanical treatment. Int.J.Self-Propag.High-Temp.Synth., 2015, v.24, iss.4, pp.231-235.
- ГОСТ 5632-2014. Легированные нержавеющие стали и сплавы коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные. Марки. Москва: Стандартинформ, 2015, 52 с.

#### References

- Kolobov Yu.R., Kablov E.N., Kozlov E.V. Struktura i svoystva intermetallidnykh materialov s nanofaznym uprochneniem [Structure and properties of intermetallic materials with nanophase hardening]. Moscow: National University of Science and Technology MISiS Publ., 2008, 327 p. (In Russ.)
- Reed R.C. The superalloys: Fundamentals and applications. Cambridge Univ.Press, Cambridge-New York, 2006, 372 p.
- Kolobov Yu.R., Valiev R.Z., Grabovetskaya G.P., et al. Grain boundary diffusion and properties of nanostructured materials. Cambridge: Cambridge Int. Sci. Publ., 2007, 250 p.
- 4. Askeland D.R., Phule P.P. The science and engineering of materials. Cengage Learning, 2005, 888 p.
- 5. ASM specialty handbook: Heat-resistant materials. ASM Int., 1997, 591 p.
- 6. Morozova G.I. Compensation of imbalance of alloying of refractory nickel alloys. Metal Science and Heat Treatment, 2013, v.54, iss.11-12, pp.667-671.

- Lomberg B.S., Ovsepyan S.V., Bakradze M.M., Mazalov I.S. Vysokozharoprochnye deformiruemye nikelevye splavy dlya perspektivnykh gazoturbinnykh dvigateley i gazoturbinnykh ustanovok [Hightemperature wrought nickel alloys for advanced gas turbine engines and gas turbine units]. Vestneyk MGTU im. N.E. Baumana, "Mashinostroenie". [Herald of the Bauman Moscow State Technical University, ser. Engineering], 2011, Special issue SP2, pp.98-103. (In Russ.)
- Latyshev V.B. Zharoprochnye deformiruemye svarivaemye splavy dlya kamer sgoraniya [Heatresistant wrought welded alloys for combustion chambers]. In: "Aviatsionnye materialy na rubezhe XX-XXI vekov [Aviation materials at the turn of XX-XXI centuries]". Moscow: All-Russian Research Institute of Aviation Materials (VIAM) Publ., 1994, pp.273-278. (In Russ.).
- Lee S.Y., Lu Y.L., Liaw P.K., Choo Hahn, et al. Elevatedtemperature creep-fatigue crack-growth behavior of HAYNES®188 superalloy. Key Eng.Mater., 2007, v.345-346, pp.287-290.
- Kun B., Rui H., Jinshan L., Lian Z. Grain refinement of Ni-Cr-W based superalloy by near liquidus casting. Rare Metal Mater.Eng., 2014, v.43, iss.1, pp.1-5.
- Merzhanov A.G. The chemistry of self-propagating high-temperature synthesis. J.Mater.Chem., 2004, v.14, iss.12, pp.1779-1786.
- 12. Merzhanov A.G. Self-propagating high-temperature synthesis: Non-equilibrium processes and equilibrium products. Adv.Sci.Technol., 2006, v.45, pp36-44.
- Yukhvid V.I. Modification of SHS-processes. Pure Appl. Chem., 1992, v.64, No.7, pp.977-988.
- Sanin V.N., Ikornikov D.M., Andreev D.E., Yukhvid V.I. Centrifugal SHS metallurgy of nickel aluminide based eutectic alloys. Russian Journal of Non-Ferrous Metals, 2014, v.55, No.6, pp.613-619.
- Yukhvid V.I., Alymov M.I., Sanin V.N., Andreev D.E. SHS metallurgy of Ni-Al-based alloy. Key Eng.Mater., 2016, v.684, pp.353-358.
- Sanin V.N., Yukhvid V.I., Ikornikov D.M., Andreev D.E., Sachkova N.V., Alymov M.I. SHS metallurgy of high-

entropy transition metal alloys. Doklady Physical Chemistry, 2016, v.470, iss.2, pp.145-149.

- 17. Sanin V., Andreev D., Ikornikov D., Yukhvid V. Cast intermetallic alloys and composites based on them by combined centrifugal casting–SHS process. Open Journal of Metal, 2013, v.3, No.2B, pp.12-24.
- Yukhvid V.I., Andreev D.E., Sanin V.N., Gorshkov V.A., Alymov M.I. Synthesis of cast composite materials by SHS metallurgy methods Key Eng.Mater., 2017, v.746, pp.219-232.
- Sanin V.N., Ikornikov D.M., Andreev D.E., Yukhvid V.I., Levashov E.A., Pogozhev Yu.S. Cast NiAl/Ni20Al3B6 composites by centrifugal SHS. Int.J.Self-Propag.High-Temp.Synth., 2014, v.23, No.4, pp.232-239.
- Sanin V.N., Ikornikov D.M., Andreev D.E., Yukhvid V.I., Derin B., Yucel O. Protective Mo<sub>2</sub>NiB<sub>2</sub>-Ni coatings by centrifugal metallothermic SHS. Int.J.Self-Propag.High-Temp.Synth., 2015, v.24, No.3, pp.161-170.
- Zaitsev A.A., Sentyurina Zh.A., Levashov E.A., Pogozhev Yu.S., Sanin V.N., Loginov P.A., Petrzhik M.I. Structure and properties of NiAl-Cr(Co,Hf) alloys prepared by centrifugal SHS casting. 1. Room temperature investigations. Mater.Sci.Eng.A, 2017, v.690, pp.463-472.
- 22. Zaitsev A.A., Sentyurina Zh.A., Levashov E.A., Pogozhev Yu.S., Sanin V.N., Sidorenko D.A. Structure and properties of NiAl-Cr(Co,Hf) alloys prepared by centrifugal SHS casting followed by vacuum induction remelting. 2. Evolution of the structure and mechanical behavior at high temperature. Mater.Sci.Eng.A, 2017, v.690, pp.473-481.
- Kolobov Yu.R., Bozhko S.A., Golosova O.A., Sanin V.N., Ikornikov D.M., Yukhvid V.I. Fine grained Co-Cr-Mo alloy by combined use of SHS and thermomechanical treatment. Int.J.Self-Propag.High-Temp.Synth., 2015, v.24, iss.4, pp.231-235.
- 24. Russian State Standard 5632-2014. Legirovannye nerzhaveyushchie stali i splavy korrozionno-stoykie, zharostoykie i zharoprochnye. Marki [Stainless steels and corrosion resisting, heat-resisting and creep resisting alloys. Grades]. Moscow: Standardinform Publ., 2015, 52 p. (In Russ.).

# Comparative investigation of the structure, phase composition, and mechanical properties of Ni-based high-temperature alloys manufactured by different methods

A.Yu. Tokmacheva-Kolobova<sup>1,2</sup>, S.S. Manokhin<sup>1,3</sup>, V.N. Sanin<sup>4</sup>, D.M. Ikornikov<sup>4</sup>, D.E. Andreev<sup>4</sup>, M.G. Tokmachev<sup>5</sup>, A.F. Zverev<sup>3</sup>, E.G. Kolobova<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup> Institute of Problems of Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences, 1 Academician Semenov prospect, 142432 Chernogolovka, Moscow region, Russia

E-mail: manohin@bk.ru; kolobova@icp.ac.ru

<sup>2</sup> National University of Science and Technology "MISiS", 4 Leninsky prospect, 119049 Moscow, Russia

E-mail: anastasiia.misis@gmail.com

<sup>3</sup> Belgorod State National Research University, 85 Pobedy st., 308015 Belgorod, Russia

E-mail: zverev@bsu.edu.ru

<sup>4</sup> Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science of the Russian Academy of Sciences, 8 Academician Osipyan st.,

142432 Chernogolovka, Moscow region, Russia

E-mail: svn@ism.ac.ru; iko@ism.ac.ru; ade@ism.ac.ru

<sup>5</sup> Lomonosov Moscow State University, 1 Leninskie Gory st., 119991 Moscow, Russia

E-mail: miket@mail.ru

A comprehensive comparative study of the structure, phase composition, and mechanical properties of heat-resistant nickelbased Ni-Cr-(X) alloys produced by the methods of traditional metallurgy and self-propagating high-temperature synthesis (SHS-metallurgy) has been carried out. With the purpose of formation of the submicrocrystalline structure, a longitudinal rolling and post-deformation annealing of the cast alloy was performed. The microstructure of the heat-resistant alloys was investigated by mean of SEM and TEM methods. It is shown that the cast alloy has a recrystallized structure with the mean grain size of ~1  $\mu$ m and the particles of chromium carbides with a size of ~1-3  $\mu$ m. After rolling and subsequent annealing (750°C/1 h), the average grain size is reduced to 0.43  $\mu$ m and the formation of dispersed particles of carbides 100 nm in size is observed. The structure of the alloy obtained by SHS-metallurgy is dendritic, and the particles W and Cr are absent. When 0.1 wt.% carbon powder was added in initial initial powder mixture for SHS synthesis, formation of the network of W and Cr particles was observes along the boundaries of dendrite colonies. It was found that the SHS Ni-based heat-resistant alloy similar on the composition to commercial cast alloy is characterized by improved mechanical properties and increased heat resistance compared to the cast alloy both in coarse-grained and submicrocrystalline state. Adding the carbon powder to the powder mixture for SHS leads to a further increase in the resistance to high-temperature deformation due to formation of the carbide phase embarrassing the movement of dislocations and grain boundary creeping process.

Keywords: high-resistant nickel alloys, SHS-metallurgy, microstructure, mechanical properties.