



ГОНЧАРОВ Иван Сергеевич

**РАЗРАБОТКА ПРАКТИЧЕСКИХ РЕКОМЕНДАЦИЙ ПОЛУЧЕНИЯ
ПОРОШКОВ СФЕРИЧЕСКОЙ ФОРМЫ СИСТЕМЫ Nb-Si ДЛЯ
АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА**

Специальность 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Работа выполнена в ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет
Петра Великого»

Научный руководитель:

доктор технических наук, профессор **Попович Анатолий Анатольевич**,
директор Института машиностроения, материалов и транспорта, профессор Высшей
школы физики и технологий материалов ФГАОУ ВО «СПбПУ»

Официальные оппоненты:

доктор технических наук, доцент **Оглезнева Светлана Аркадьевна**,
научный руководитель Научного центра порошкового материаловедения ФГБОУ ВО
«Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (г. Пермь)

кандидат технических наук, доцент **Горунов Андрей Игоревич**,
доцент кафедры лазерных технологий ФГБОУ ВО «Казанский национальный
исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева-КАИ» (г. Казань)

Ведущая организация:

**Акционерное общество «Центральный научно-исследовательский институт
материалов» (г. Санкт-Петербург)**

Защита состоится « 24 » декабря 2020г. в 16⁰⁰ часов на заседании диссертационного
совета УР 05.16.06 федерального государственного автономного образовательного
учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет
Петра Великого» по адресу: 195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29,
главный корпус, ауд. 118.

С диссертацией можно ознакомиться в фундаментальной библиотеке ФГАОУ ВО
«СПбПУ» и на сайте www.spbstu.ru.

Автореферат разослан " " ноября 2020г.

Ученый секретарь
диссертационного совета УР 05.16.06
доктор технических наук



Толочко О.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Эффективность современных газотурбинных двигателей (ГТД) оценивается с технической, экологической и экономической точки зрения. Наиболее важными параметрами являются: мощность, удельная тяга, эффективность использования топлива, эмиссия CO_2 и NO_x , ремонтпригодность, стоимость. Одним из способов повысить полноту сгорания топлива, тем самым снизить объем вредных выбросов, а также увеличить мощность, является повышение рабочей температуры горячей части ГТД. Современные никелевые жаропрочные сплавы (НЖС) для литья лопаток ГТД достигли потолка рабочих температур 0,8-0,85 от температуры плавления. Научное сообщество пришло к заключению, что замену следует искать среди, так называемых, естественных композитов – эвтектических систем на основе тугоплавких металлов с интерметаллидным упрочнением, где матрицей являются переходные металлы – Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, а упрочняющим компонентом – их силициды. По плотности и химической стабильности силицида предпочтительной является система Nb-Si. Производство лопаток из Nb-Si композитов позволит повысить рабочие температуры до 1300-1350°C. Двухкомпонентная система имеет ряд недостатков (низкие трещиностойкость и сопротивление коррозии) и требует легирования. Основными элементами для этого являются – Ti, Al, Cr, Hf; в современные высоколегированные сплавы для направленной кристаллизации также добавляют Mo, Zr, Y.

Естественные композиты системы Nb-Si получают различными способами, как на основе литейных технологий, так и порошковыми методами. Каждой из технологий получения свойственны определенные недостатки, например для литейных технологий это – микроструктурная неоднородность, литейные дефекты, а также сложность в изготовлении инертной оснастки, имеющей высокие значения жаростойкости. Для традиционных порошковых технологий – проблема получения изделий конечной геометрии, технологическая сложность, а также, остаточная пористость. Технологии направленной кристаллизации позволяют получать текстурированные образцы с повышенными свойствами, однако и в них присутствуют неоднородности, а технологическая сложность и низкие скорости выращивания не позволяют получать изделия сложной геометрии, что является значимым недостатком ввиду того, что сплавы на основе Nb-Si являются хрупкими труднообрабатываемыми материалами.

Анализ технологий получения композитов системы Nb-Si показал, что наиболее перспективным способом получения естественного композита на основе системы Nb-Si представляются технологии аддитивного производства, в частности селективное лазерное или электроннолучевое плавление. Эти технологии позволяют исключить многие операции при получении изделий сложной геометрии, однако проблемой является необходимость подготовки специальных порошков заданного химического и фазового состава, морфологии и технологических характеристик, пригодных для аддитивного производства. Возможным решением проблемы, может стать разработка

технологии получения порошков, пригодных для аддитивного производства, позволяющей гибко варьировать исходную композицию без значительного увеличения стоимости порошка, что приведет к значительному снижению затрат на разработку новых сплавов и их внедрению с помощью аддитивного производства.

Цель работы

Разработка практических рекомендаций для получения порошков сферической формы системы Nb-Si на основе исследования и анализа влияния технологических параметров механического легирования и плазменной сфероидизации на морфологию, микроструктуру, фазовый и химический состав порошка и компактных образцов.

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

- исследование влияния технологических параметров механического легирования на микроструктуру и фазовый состав порошка системы Nb-Si.
- получение порошков системы Nb-Si с равномерным распределением химических элементов методом механического легирования.
- изучение влияния плазменной обработки на морфологию, микроструктуру и фазовый состав порошка Nb-Si, полученного механическим легированием.
- анализ микроструктуры и фазового состава компактных образцов, полученных из порошка системы Nb-Si по технологии «механическое легирование + сфероидизация» методами аддитивного производства.
- исследование механических характеристик при повышенных температурах компактных образцов, полученных из порошка системы Nb-Si по технологии «механическое легирование + сфероидизация».

Научная новизна

Установлено влияние технологических параметров механического легирования на микроструктуру и фазовый состав порошка системы Nb-Si с легирующими элементами. Выявлено, что в процессе механического легирования, кристаллическая решетка ниобия значительно искажается, в результате чего образуется пересыщенный твёрдый раствор.

Определено влияние плазменной сфероидизации на морфологию, микроструктуру и фазовый состав порошка системы Nb-Si после механического легирования. Установлено, что после сфероидизации образуются порошки сферической формы с неравновесной микроструктурой, состоящей из двух фаз: твёрдого раствора ниобия и высокотемпературного силицида Nb₃Si, равномерно распределенных в объеме частиц.

Показана возможность получения компактных образцов методами аддитивного производства из порошка системы Nb-Si, полученного по технологии «механическое легирование + плазменная сфероидизация».

Выявлено влияние технологических параметров селективного лазерного плавления и прямого лазерного газопорошкового выращивания на микроструктуру образцов из порошка системы Nb-Si, полученного по технологии «механическое легирование + плазменная сфероидизация».

Методы исследования

Получение порошковых материалов системы Nb-Si механическим легированием элементарных порошков проводилось на современных планетарных мельницах и атриторах. Обработка полученных механическим легированием порошков проводилась на установках плазменной сфероидизации на основе плазмотронов дуговой и индуктивно-связанной плазмы. Процесс консолидации сфероидизированных порошков изучался на установках селективного лазерного плавления, прямого лазерного газопорошкового выращивания, струйного нанесения связующего, искрового плазменного спекания. В работе применяли современные методы анализа фазового и химического состава, а также микроструктуры.

Практическая значимость работы

Разработаны технологические режимы механического легирования и плазменной сфероидизации для получения порошка сферической формы системы Nb-Si пригодного для аддитивного производства.

Экспериментально исследованы микроструктура, фазовый состав и механические характеристики при повышенных температурах компактных образцов, полученных из порошка системы Nb-Si по технологии «механическое легирование + плазменная сфероидизация».

На защиту выносятся следующие положения:

Результаты исследований влияния технологических параметров механического легирования на микроструктуру и фазовый состав порошка системы Nb-Si, полученного из элементарных компонентов.

Результаты изучения влияния обработки в потоке плазмы на морфологию, микроструктуру и фазовый состав порошков системы Nb-Si после механического легирования.

Зависимость микроструктуры и фазового состава от технологических параметров селективного лазерного плавления и прямого лазерного газопорошкового выращивания из порошка системы Nb-Si, полученного по технологии «механическое-легирование + плазменная сфероидизация».

Данные о механических характеристиках компактных образцов при повышенных температурах, полученных из порошка системы Nb-Si, полученного по технологии «механическое легирование + плазменная сфероидизация».

Апробация работы.

Основные результаты работы представлены и обсуждались на следующих конференциях: Международная научная конференция «Современные материалы и передовые производственные технологии» (Санкт-Петербург, 2019), METAL 2019 - 28th International Conference on Metallurgy and Materials (Брно, Чешская Республика 2019), Международная научная конференция Materials Science: Composites, Alloys and Material Chemistry (Санкт-Петербург, 2019)

Публикации: По теме диссертации опубликовано 8 печатных работ, из них 8 в журналах, включенных в наукометрическую базу Scopus.

Личный вклад автора заключается в планировании и выполнении экспериментальных исследований, обработке экспериментальных данных, анализе и интерпретации результатов, подготовке публикаций. Все результаты, представленные в работе, получены автором лично или при его непосредственном участии.

Структура и объем работы:

Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка использованных источников, содержит 138 машинописных листа текста, включая 116 рисунков, 16 таблиц, 109 наименований библиографических ссылок.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении показана актуальность темы, сформулированы цель и задачи диссертационной работы, научная новизна и практическая значимость, основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе на основании обзора научно-технической литературы проведен анализ системы Nb-Si. Рассмотрены основные легирующие элементы, и их влияние на структуру и свойства. Представлены способы получения, на основе литейных и порошковых технологий. Проанализированы методы аддитивного производства применительно к системе Nb-Si и основные проблемы при выращивании изделий из интерметаллидных материалов. На основании рассмотренного сформулированы цель и задачи работы.

Во второй главе описывается основное технологическое оборудование и методики проведения экспериментальных исследований.

Объектом исследований является система Nb-Si. В качестве материалов для исследований выбраны следующие составы:

Модельный двухкомпонентный состав Nb-16Si (ат.%) был выбран для апробации исследовательского подхода и получения результата, свидетельствующего о принципиальной возможности получения материала методом, используемым в работе.

Состав Nb-16Si-25Ti-2Cr-2Al (ат.%) на основе сплава MASC использовался для исследования процессов растворения легирующих элементов при механическом легировании и плазменной сфероидизации.

Состав Nb-16Si-13Ti-4Zr-4Hf-3,5Cr-3,5Al-9Mo-2Y (ат.%) на основе патента ВИАМ, имеет оптимизированный химический состав и обладает повышенными свойствами в сравнении с другими составами, полученными методами литья и направленной кристаллизации.

Механическое легирование проводилось на планетарных мельницах и атриторах, плазменная сфероидизация – в потоке дуговой и индуктивно-связанной плазмы. Исследование компактирования полученных порошков проводилось селективным лазерным плавлением, в том числе с высоким подогревом подложки, прямым лазерным газопорошковым выращиванием, искровым плазменным спеканием. Анализ микроструктуры и распределения химических элементов проводился с использованием

электронного микроскопа, фазовый состав определялся с помощью рентгеновских дифрактограмм. Механические характеристики исследовались с помощью испытательного комплекса Gleeble 3800.

В третьей главе приведены результаты экспериментов по получению порошков системы Nb-Si механическим легированием из элементарных компонентов на планетарной мельнице и атриторах.

На первом этапе исследовался процесс механического легирования модельных составов Nb-16Si и Nb-16Si-25Ti-2Cr-2Al (ат.%) на планетарных мельницах и лабораторном атриторе. Показана принципиальная возможность получения порошков системы Nb-Si механическим легированием элементарных компонентов на планетарной мельнице. Результаты рентгенофазового анализа показали, что при механическом легировании на рентгенограммах наблюдается размытие и исчезновение пиков отдельных элементов, что свидетельствовало о значительном деформационном наклепе порошка и переходе его в аморфное состояние (рисунок 1).

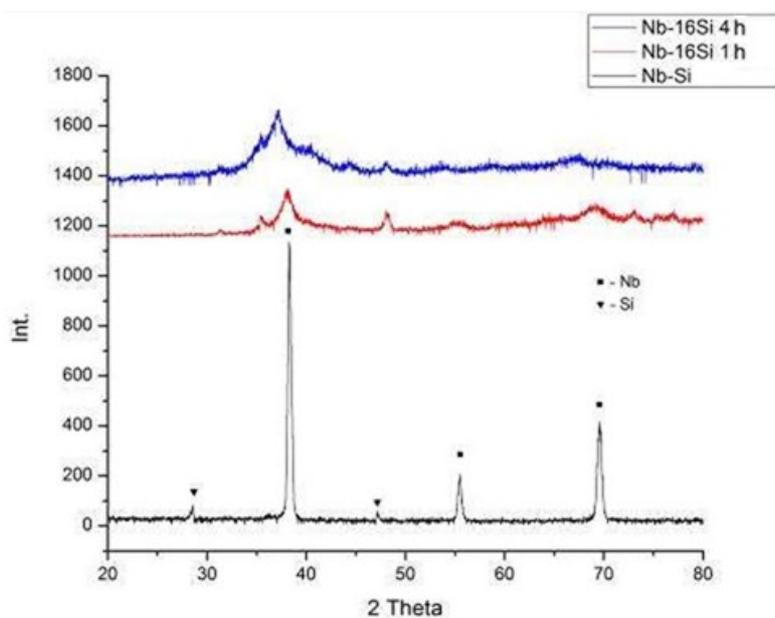


Рисунок 1—Рентгеновская дифрактограмма порошка Nb-16Si после механического легирования

Получены порошки системы Nb-Si с легирующими элементами на атриторе. Установлено, что порошок состава Nb-16Si-25Ti-2Cr-2Al (ат.%) после механического легирования имеет относительно равномерное распределение химических элементов по объему частиц после 300 минут механического легирования, а фазовый состав представляет собой пересыщенный твёрдый раствор ниобия (рисунок 2). В процессе механического легирования решетка Nb подвергается сильной пластической деформации, которая приводит к искажению кристаллической решетки, в результате чего образуется пересыщенный твёрдый раствор.

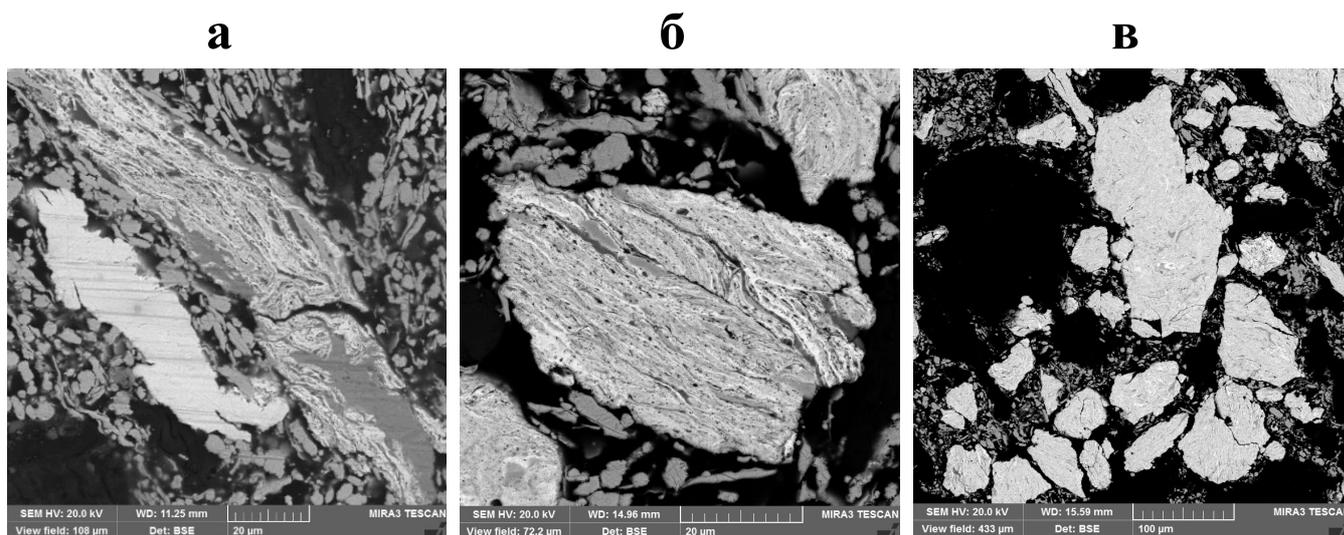


Рисунок 2– Снимки микроструктуры порошка Nb-16Si-25Ti-2Cr-2Al (ат.%) после механического легирования: а- после 100 мин.; б – 250 мин.; в- 300 мин

На втором этапе проводилось механическое легирование сложного многокомпонентного состава на основе сплава ВИАМ и ИФТТ РАН на аттриторе.

Выявлено, что ключевым параметром, влияющим на растворение элементов в объеме частиц порошка, является время. Так, для механического легирования состава Nb-16Si-13Ti-4Zr-4Hf-3,5Cr-3,5Al-9Mo-2Y-2Fe (ат.%) после 20 часов механического легирования при удельной энергонапряженности системы 1,05 Вт/г., размер включений и толщина слоев исходных порошков в объеме частицы не превышает 1 мкм, что свидетельствует о завершении процесса механического легирования (рисунок 3). Однако, время в значительной степени влияет на технологическое загрязнение порошка железом, так при 20 ч среднее содержание Fe составляет 2%, а 25 ч – более 6%.

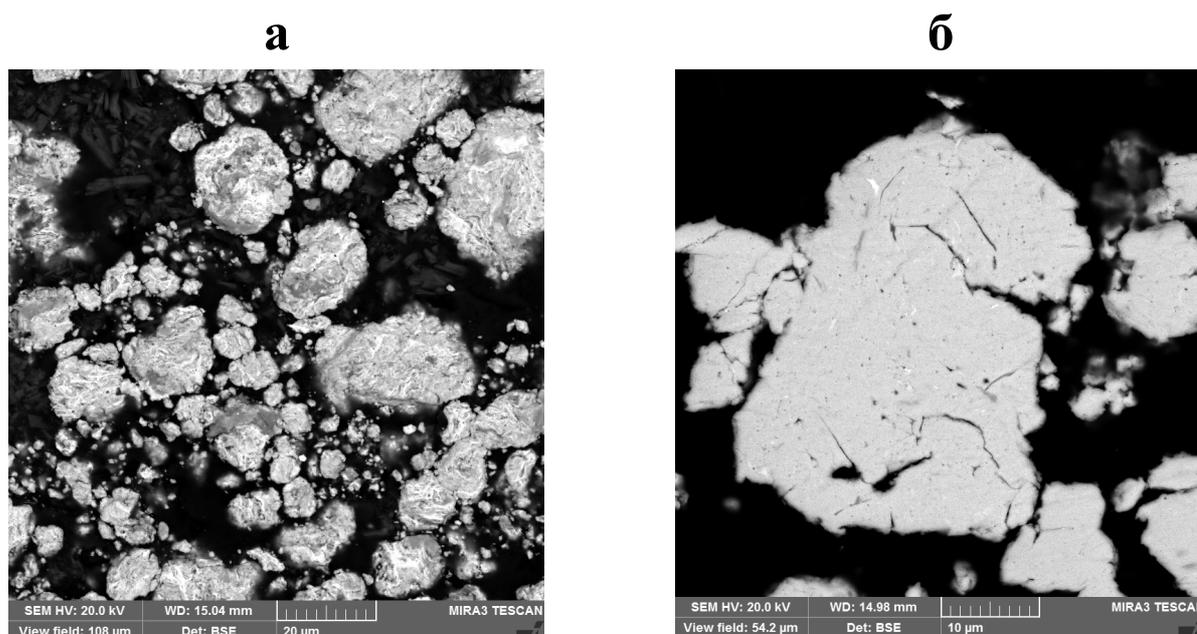


Рисунок 3– Снимки микроструктуры порошка Nb-16Si-13Ti-4Zr-4Hf-3,5Cr-3,5Al-9Mo-2Y-2Fe (ат.%) после механического легирования: а- после 10 часов; б – 20 часов.

Зависимость от времени средней толщины слоев, образованных в процессе механического легирования, так называемых ламелей, показывает что после 20 часов механического легирования, ламели становятся тоньше 1 мкм, а также становится заметно меньше разброс от средней толщины, что свидетельствует о завершении процесса механического легирования (рисунок 4).

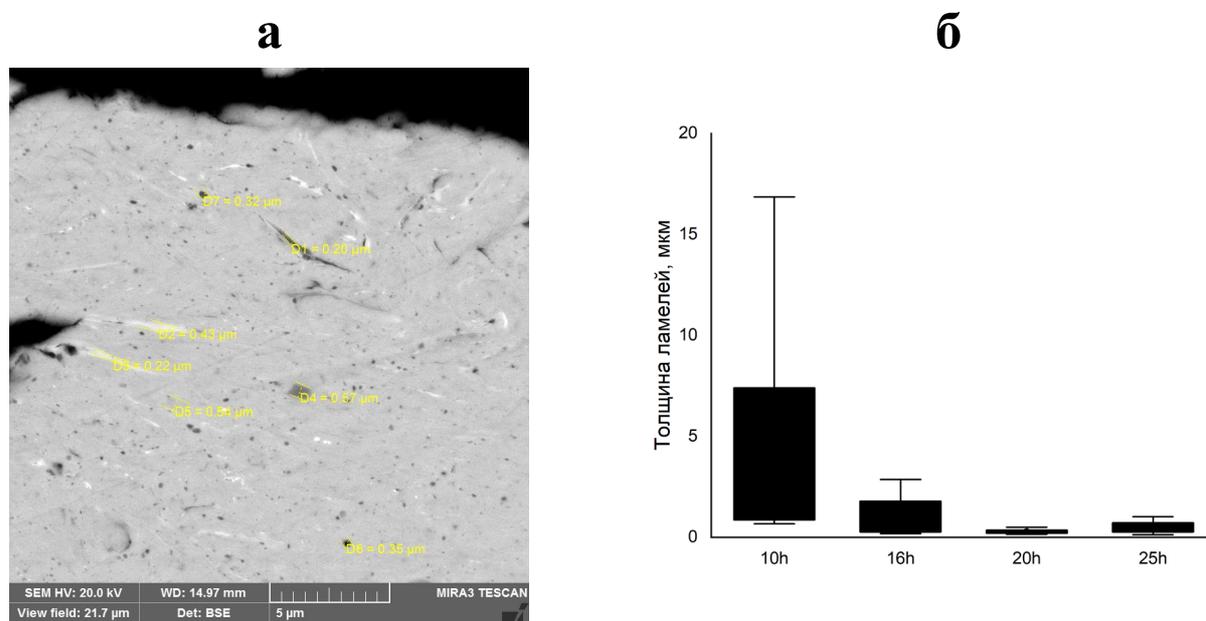


Рисунок 4– а - толщина ламелей и размер включений в микроструктуре частицы порошка после 20 часов механического легирования, б - зависимость толщины ламелей от времени механического легирования.

В четвертой главе проводились исследования по плазменной обработке порошков после механического легирования в потоке дуговой и индуктивно-связанной плазмы. Исследовано влияние плазменной сфероидизации на морфологию, микроструктуру и фазовый состав порошков системы Nb-Si после механического легирования.

В общем виде процесс сфероидизации материалов можно представить состоящим из трех стадий: нагрев и плавление порошка, пролёт капель по траектории от плазмотрона в реакторе и кристаллизация. При этом воздействие плазмы может приводить к испарению тонкой фракций порошка и примесей с поверхности частиц.

После сфероидизации проводили жидкостную седиментацию в ультразвуковой ванне в среде изопропилового спирта. Технологический режим подобран экспериментальным путем. Исходя из распределения температуры плазмы, распределения осевой скорости, а также предполагаемой температуры плавления составов, указанных выше, проводился эксперимент при различных значениях скорости подачи порошка. В результате выявлено, что доля сферических частиц достигает практически 100% при скорости подачи порошка 30 г/мин.

Показано, что обработка порошка системы Nb-Si в потоке дуговой плазмы позволяет получить частицы с высокой долей сферичности. В случае недостаточной энергии для полного расплавления энергии, после обработки частицы порошка приобретают продолговатую форму (рисунок 5).

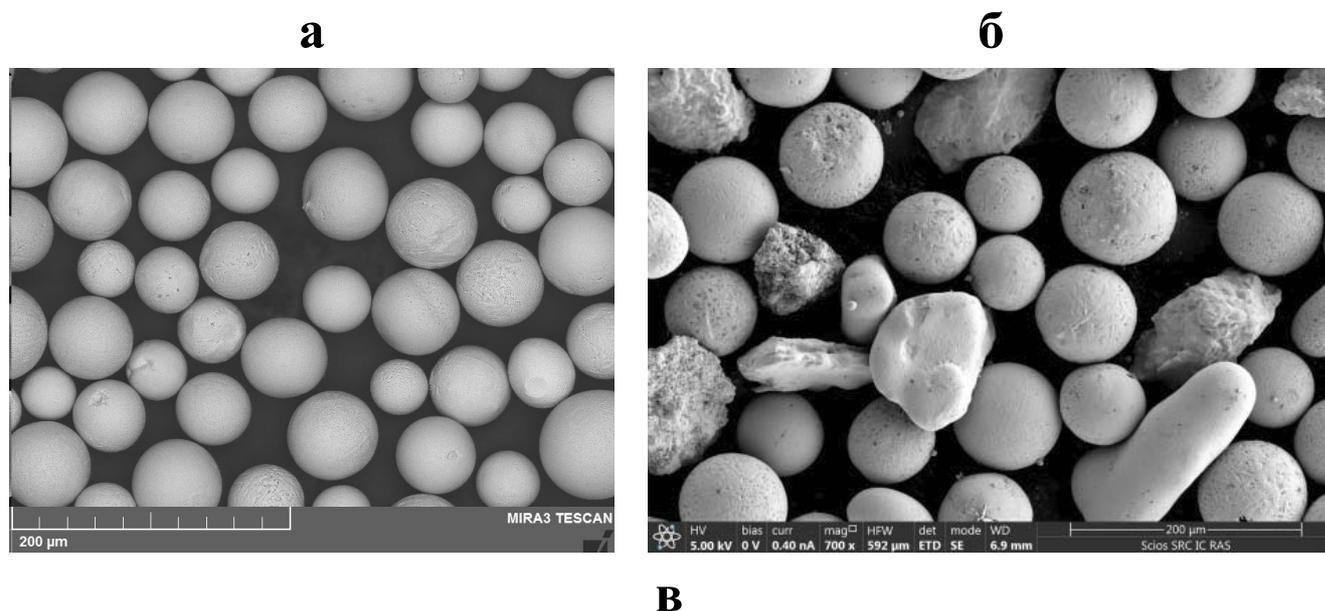
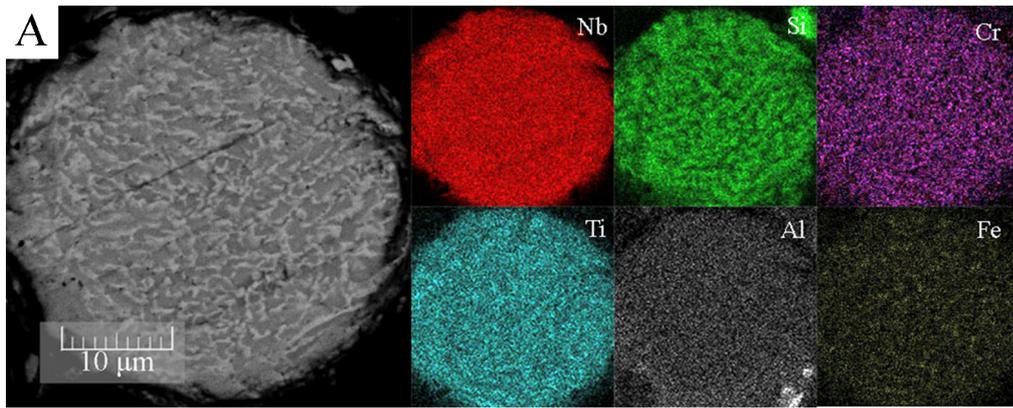
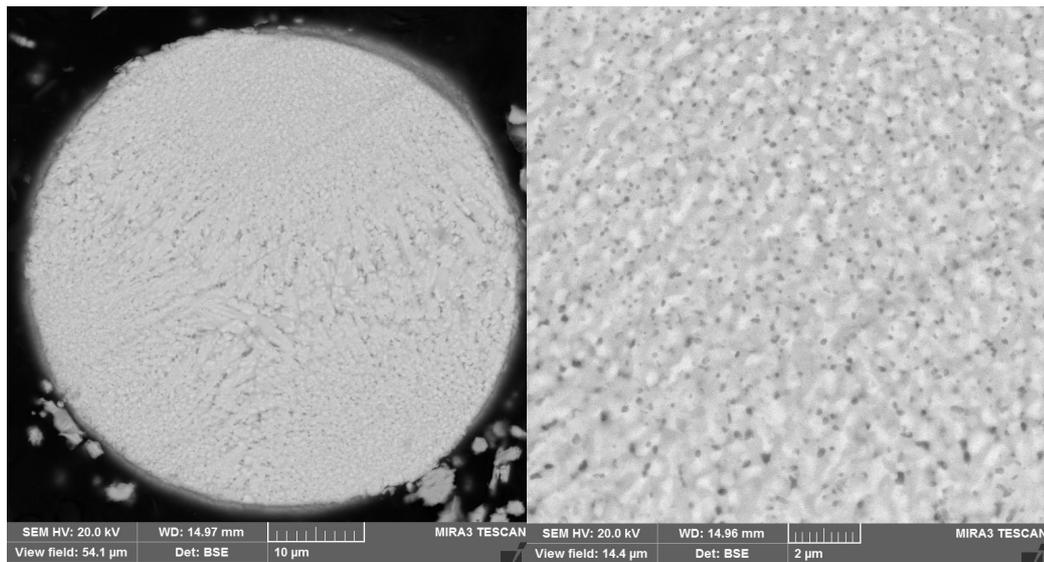


Рисунок 5— снимки порошка после сфероидизации а) при 30 г/мин.; б) при 40 г/мин.; в - зависимость доли сферических частиц от скорости подачи порошка при плазменной сфероидизации в индуктивно-связанной плазме

Выявлено, что после плазменной сфероидизации микроструктура порошка состоит из твёрдого раствора Nb и силицида Nb_3Si . Помимо этого, также присутствуют предвыделения фазы Nb_5Si_3 , что говорит о недостаточном времени для прохождения эвтектоидного распада и формировании неравновесного состояния в результате плазменной сфероидизации ввиду быстрого охлаждения. Легирующие элементы распределены равномерно по объёму частицы, а размер фаз не превышает 5 мкм.



б



B

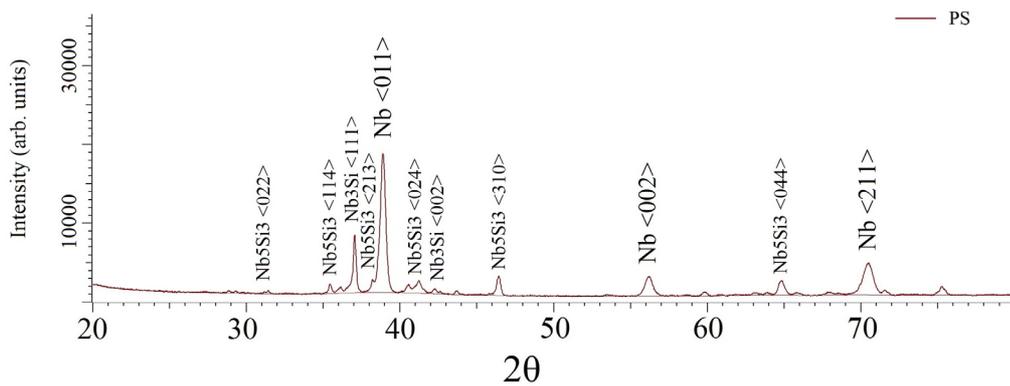


Рисунок 6– Микроструктура, карта распределения химических элементов и рентгеновская дифрактограмма порошка Nb-16Si-25Ti-2Cr-2Al (ат.%) после плазменной сфероидизации

В пятой главе представлены результаты экспериментов по компактированию порошков системы Nb-Si различными методами: струйное нанесение связующего, селективное лазерное плавление, прямое лазерное газопорошковое выращивание и искровое

плазменное спекание. Исследовано влияние технологических параметров компактирования на микроструктуру и фазовый состав образцов, а также представлены результаты механических испытаний компактных образцов при повышенных температурах.

Получен композиционный материал двухкомпонентной системы Nb-Si методом послойного нанесения связующего на порошок ниобия с последующей инфильтрацией жидким кремнием. Установлено, что равномерное заполнение порошка матрицы при инфильтрации значительно затруднено, а переход от модельной двухкомпонентной к многокомпонентной системе с легирующими элементами ещё сильнее усложняет контроль микроструктуры и фазового состава получаемого образца. В связи с этим получение композиционного материала системы Nb-Si с легирующими элементами данным методом нецелесообразно.

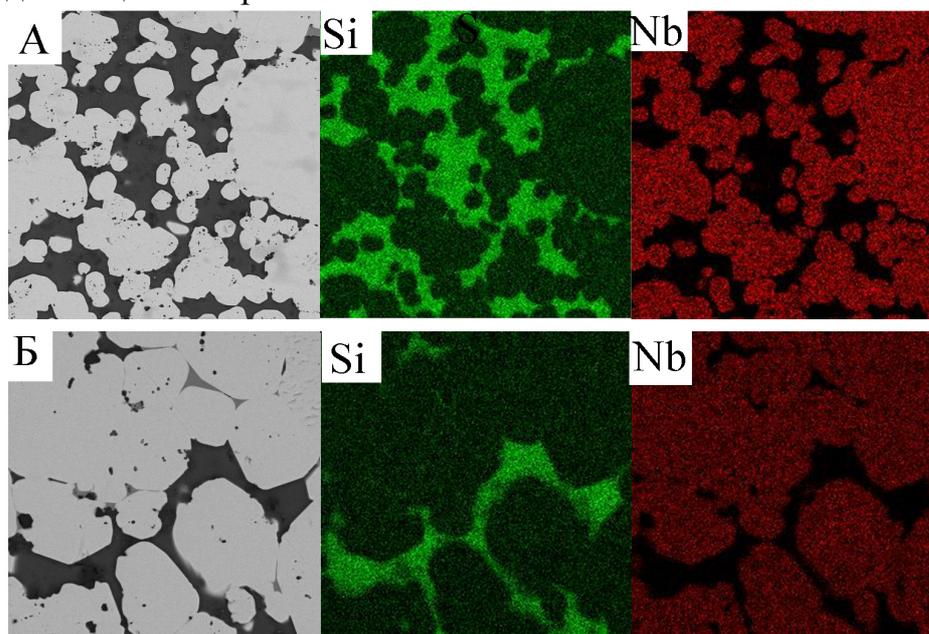


Рисунок 7 – Карта распределения химических элементов образца после инфильтрации кремнием: а - после инфильтрации; б - после термической обработки при температуре 1400°C в течение 6 часов

Установлено влияние мощности лазера на микроструктуру однопроходных образцов при прямом лазерном газопорошковом выращивании из порошка системы Nb-Si, полученного механическим легированием с последующей плазменной сфероидизацией. Выявлено, что для состава Nb-16Si-25Ti-2Cr-2Al (ат.%) увеличение мощности лазера приводит к более равномерной структуре, повышает объемную долю силицида и при мощности 1400 Вт, устраняет структурные неоднородности в виде дендритных цепочек избыточного титана.

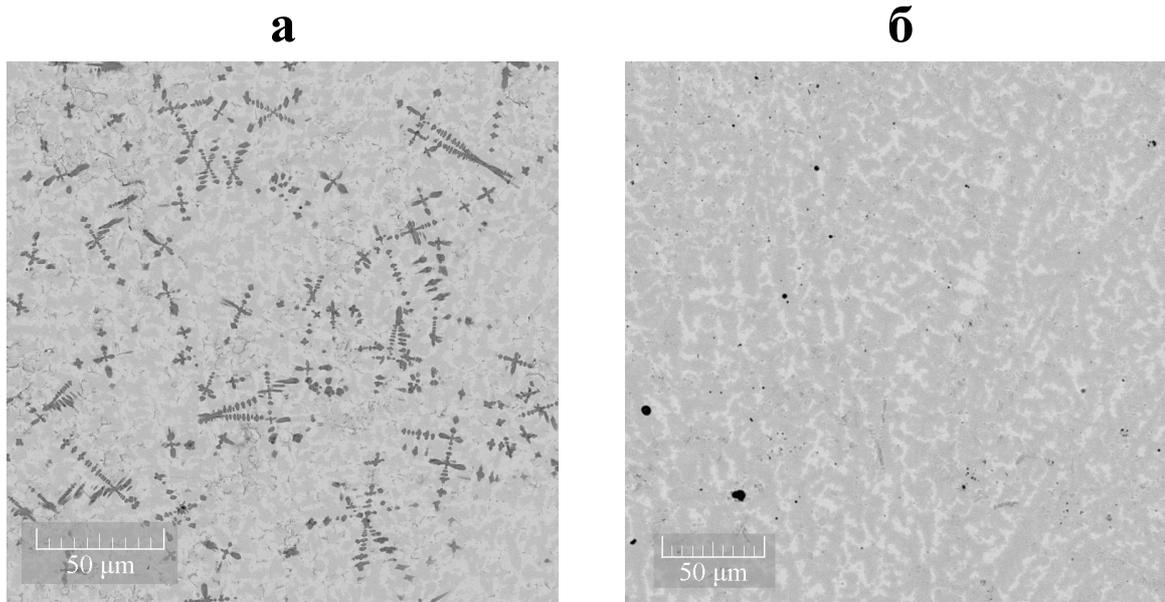


Рисунок 8– Микроструктура образца после прямого лазерного газопорошкового выращивания: а – при мощности 500 Вт; б – при мощности 1400 Вт

Проведены экспериментальные исследования по селективному лазерному плавлению на установке SLM 280HL порошка системы Nb-Si, полученного механическим легированием с последующей плазменной сфероидизацией. Выявлено, что для состава Nb-16Si-25Ti-2Cr-2Al (ат.%), микроструктура представляет собой мелкую эвтектику из твёрдого раствора ниобия и силицида Nb_3Si (рисунок 10), а также заметны зоны роста дендритов твёрдого раствора ниобия. Повторяемость таких зон, а также расстояние между ними позволяет сделать вывод о том, что рост дендритов происходит под воздействием повторного прохода лазера, а данные зоны являются зонами переплава, причём в продольном сечении расстояние между этими зонами сопоставимо с расстоянием между проходами лазера (hatch distance), а в поперечном – переплава между слоями при выращивании (рисунок 9).

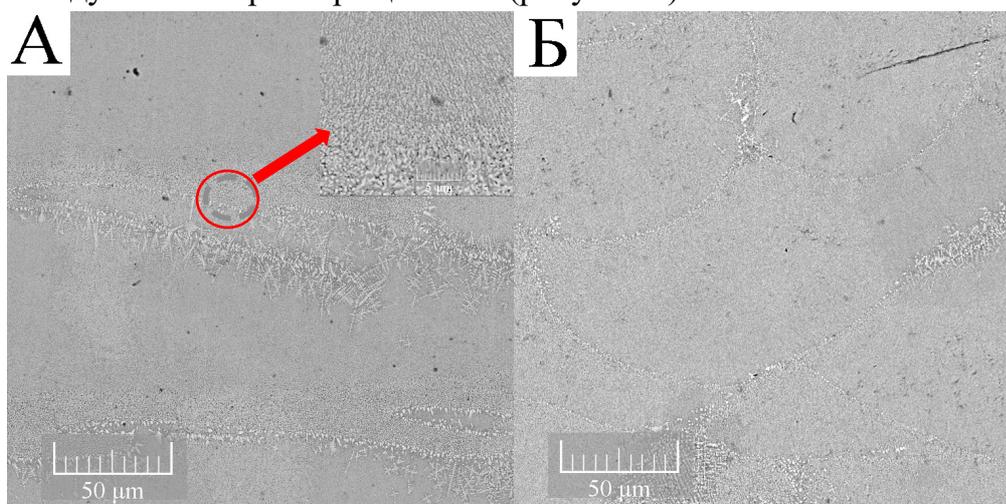


Рисунок 9 – Снимки образца Nb-16Si-25Ti-2Cr-2Al (ат.%) после селективного лазерного плавления на установке SLM280HL: а - продольное сечение; б - поперечное сечение

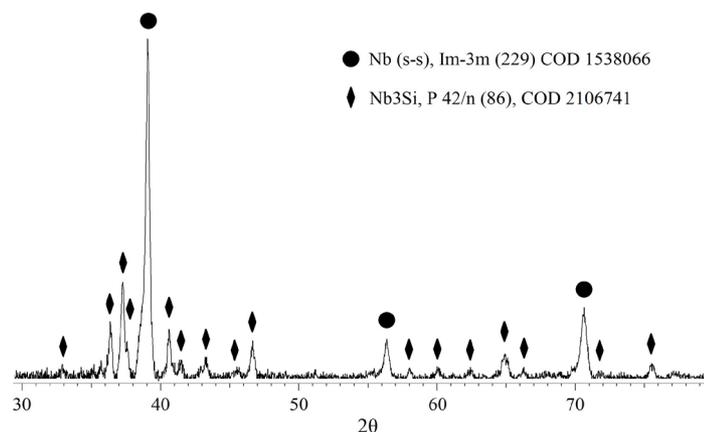


Рисунок 10 – Рентгеновская дифрактограмма образца Nb-16Si-25Ti-2Cr-2Al (ат.%) после селективного лазерного плавления.

Выявлено, что микроструктура образца состава Nb-16Si-13Ti-4Zr-4Hf-3,5Cr-3,5Al-9Mo-2Y-2Fe (ат.%) после селективного лазерного плавления с температурой подогрева 1000°C при объемной плотности энергии 55 Дж/мм³ состоит из двух контрастных фаз, равномерно распределенных по объему образца. Такая микроструктура близка по морфологии и характеру распределения фаз к микроструктуре порошка, который был использовал для выращивания.

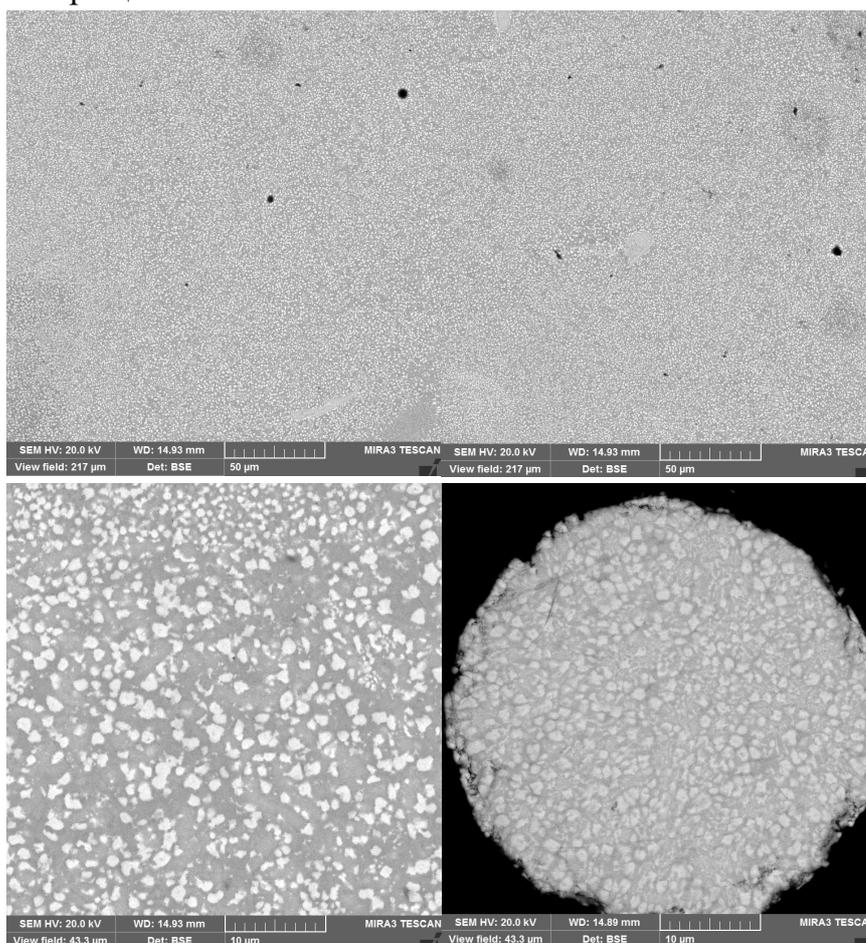


Рисунок 11 – Образец Nb-16Si-13Ti-4Zr-4Hf-3,5Cr-3,5Al-9Mo-2Y-2Fe (ат.%) после селективного лазерного плавления с подогревом 1000°C по режиму 1

Для измерения твёрдости был выбран образец, выращенный при наибольшей объемной плотности энергии. Результаты измерения твёрдости представлены в таблице 1. Среднее значение твёрдости образца после выращивания по режиму 1 составляет 932 HV, что значительно превышает твёрдость литых образцов, образцов после селективного лазерного плавления без подогрева, но ниже чем у образца, полученного механическим легированием с последующим горячим прессованием, согласно литературным данным.

Таблица 1 Сравнение твёрдости образцов, полученных различными технологиями

Образец	Твёрдость, HV
Образец по режиму 1	932±32
Литьё[48]	691
SPS[68]	882±45
СЛП без подогрева [76]	807
МЛ+ горячее прессование[65]	1090

В микроструктуре образцов после искрового плазменного спекания при 1200°C (рисунок 12а) заметны зоны, по размеру и морфологии, соответствующие частицам порошка после сфероидизации. Легирующие элементы распределены неравномерно, в частности при спекании, поверхности частиц порошка образуют зоны, обогащенные цирконием и иттрием, имеющие форму усеченной сферы.

В образце после спекания при 1300°C, в микроструктуре присутствуют округлые области от сферической морфологии порошка, которые при большем увеличении уже представляют собой центры формирования двухфазной структуры твёрдого раствора и силицида, в котором распределены легирующие элементы. Однако таких зон значительно меньше, чем при спекании на 1200°C (рисунок 12а), и как следствие их растворения, в объеме образца визуально увеличивается доля силицида (рисунок 12б,в).

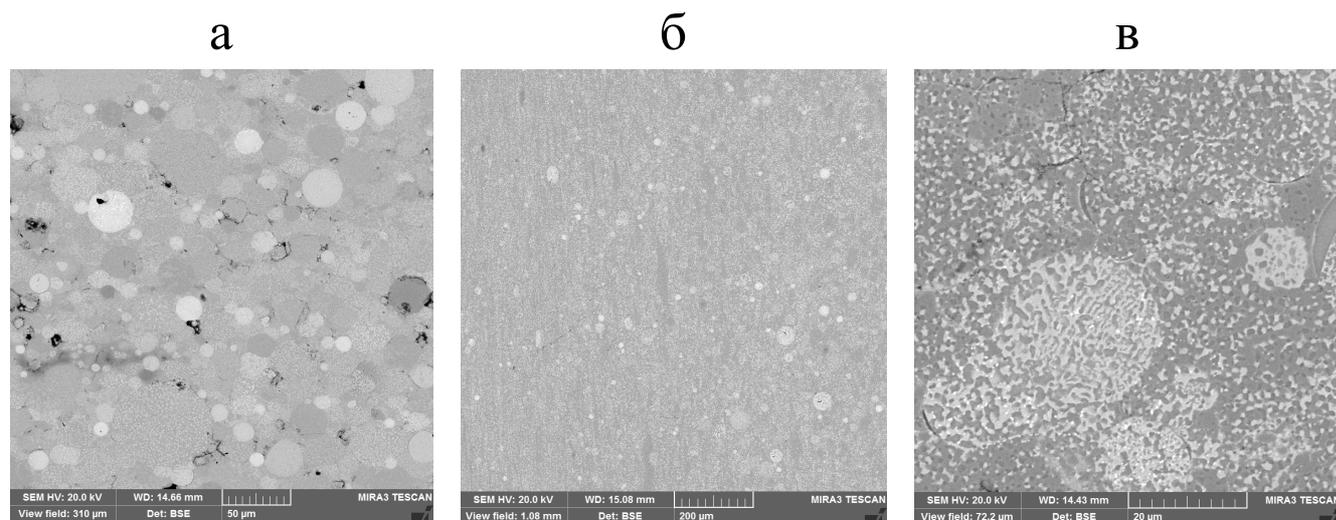


Рисунок 12 – Снимки микроструктуры образца Nb-16Si-13Ti-4Zr-4Hf-3,5Cr-3,5Al-9Mo-2Y-2Fe(ат.%) после искрового плазменного спекания а – при 1200°C, б,в–при 1300°C

Механические испытания на сжатие проводились при повышенных температурах 1200°C и 1300°C в атмосфере аргона. Полученные кривые нагружения, представлены на рисунке 13. Как при 1200°C так и при 1300°C образцы имеют зону пластической деформации, однако суммарное значение ϵ , остается в пределах 5%. Полученные значения предела прочности на сжатие значительно выше, чем у литых образцов и образцов, полученных методами порошковой металлургии, однако сопоставимы со значениями, полученными у образцов, имеющих направленную структуру (рисунок 14).

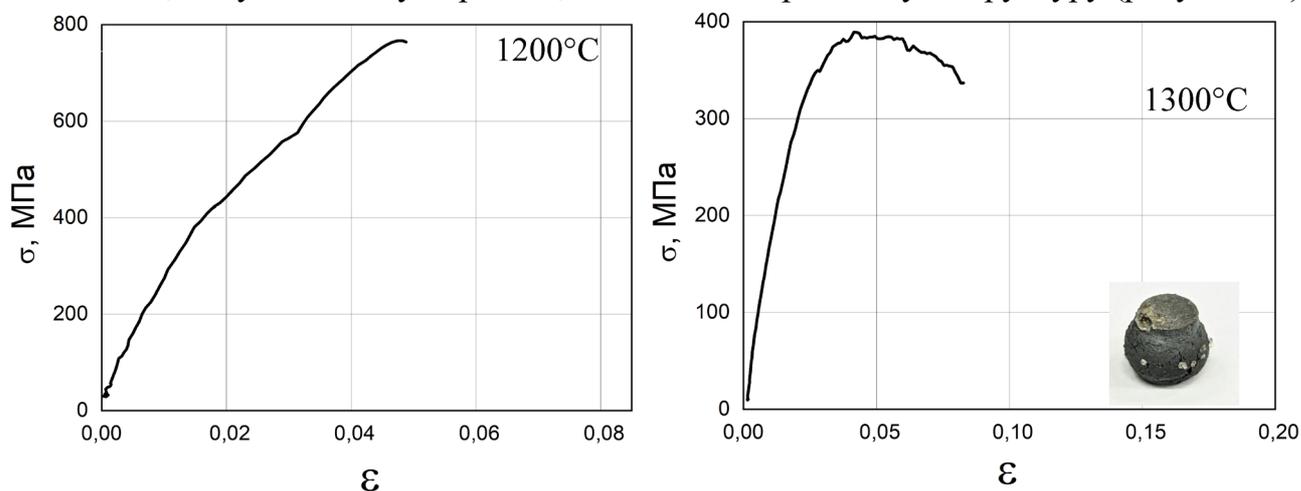


Рисунок 13 –Кривая нагружения при испытаниях на сжатие и внешний вид образца после испытаний

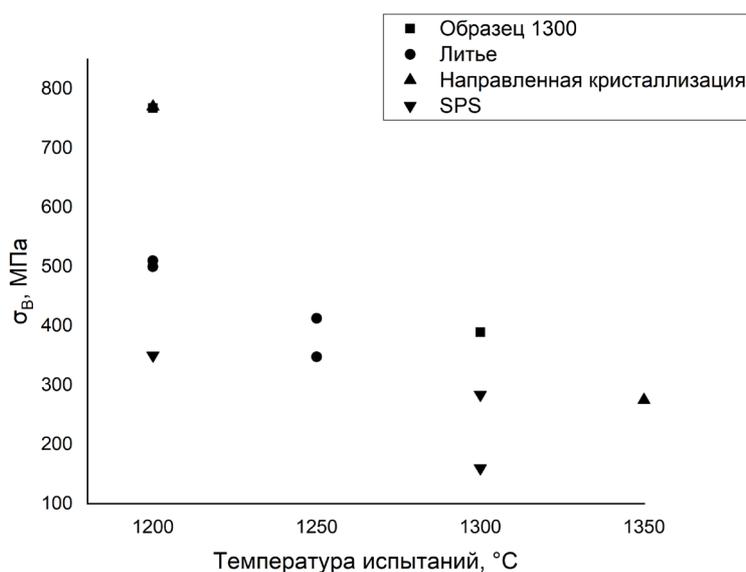


Рисунок 14 – График сравнения пределов прочности на сжатие при повышенных температурах полученных образцов с литьем[106,107], направленной кристаллизацией[108,109] и SPS[68,69]

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Разработаны практические рекомендации для получения порошка сферической формы системы Nb-Si механическим легированием с последующей плазменной

сфероидизацией в потоке индуктивно-связанной плазмы, удовлетворяющего по морфологии, химическому и фазовому составу требованиям, предъявляемым к исходному материалу для аддитивных технологий. Рекомендации включают: механическое легирование на атриторе при 40% заполнения объема реактора, интенсивности загрузки 16:1, скорости вращения импеллера 270 об/мин., мелющих тел в виде стальных шаров диаметром 10 мм в течение 20 часов. Полученный порошок помещается в плазмотрон индуктивно-связанной плазмы с мощностью плазмы 15 кВт, скорости подачи порошка 30 г./мин., при расходе плазмообразующего газа в виде смеси Ar+H₂: аргон – 35 л/мин., водород – 4 л/мин.

2. Исследовано влияние параметров механического легирования на микроструктуру и фазовый порошок системы Nb-Si. Установлено, что при механическом легировании решетка ниобия подвергается сильной пластической деформации, которая приводит к искажению кристаллической решетки, в результате чего образуется пересыщенный твердый раствор. Выявлено, что в процессе механического легирования ключевым параметром, влияющим на растворение элементов в объеме частиц порошка, является время. Однако время в значительной степени влияет и на технологическое загрязнение порошка материалом размольных тех.

3. Определены параметры механического легирования на атриторе для получения порошков системы Nb-Si. Так, после 20 часов механического легирования при удельной энергонапряженности системы 1,05 Вт/г получен порошок состава Nb-16Si-13Ti-4Zr-4Hf-3,5Cr-3,5Al-9Mo-2Y-2Fe (ат.%) с равномерным распределением легирующих элементов по объему частиц и удовлетворительным содержанием технологического намола в виде железа.

4. Показано, что обработка порошка системы Nb-Si после механического легирования в потоке плазмы позволяет получить частицы с высокой долей сферичности. Выявлено, что после плазменной сфероидизации микроструктура порошка состоит эвтектики твердого раствора ниобия и силицида Nb₃Si. Легирующие элементы распределены равномерно по объему частицы, а размер фаз не превышает 5 мкм. Определено влияние параметров плазменной сфероидизации на долю сферичности порошка системы Nb-Si.

5. Предложен метод получения порошков сферической формы системы Nb-Si механическим легированием с последующей плазменной сфероидизацией для технологий аддитивного производства.

6. В результате апробации на различных методах аддитивного производства порошков системы Nb-Si, полученных механическим легированием с последующей плазменной сфероидизацией, выявлено, что увеличении мощности лазера приводит к образованию равномерной структуры и повышению объема силицида при прямом лазерном газопорошковом выращивании однопроходных образцов. Установлено влияние объемной плотности энергии на микроструктуру образцов, полученных селективным лазерным плавлением. Выявлено, что микроструктура образца состава Nb-16Si-13Ti-4Zr-4Hf-3,5Cr-3,5Al-9Mo-2Y-2Fe (ат.%) после селективного лазерного

плавления с температурой подогрева подложки 1000°C при объемной плотности энергии 55 Дж/мм³ состоит из двух фаз - твёрдого раствора ниобия и силицида Nb₃Si, равномерно распределенных по объему образца. Такая микроструктура близка по морфологии и характеру распределения фаз к микроструктуре порошка после механического легирования и плазменной сфероидизации.

7. Экспериментально исследованы механические характеристики компактных образцов из порошка системы Nb-Si, полученного механическим легированием с последующей плазменной сфероидизацией. Установлено, что прочность на сжатие при повышенной температуре образцов после искрового плазменного спекания сопоставима с образцами, полученными направленной кристаллизацией и выше, чем у литых образцов и образцов, полученных методами порошковой металлургии.

Основное содержание диссертации изложено в следующих публикациях:

1. Goncharov, I. S., L. V. Hisamova, L. Yu Saubanova, I. A. Polozov, и Q. S. Wang. «Synthesis of the in situ Nb-Si composites by binder jetting additive manufacturing technology». Key Engineering Materials 2019. Vol. 822:311–19.
2. Goncharov, I. S., Dmitriy V. Masaylo, Alexey Orlov, Nikolay G. Razumov, Aleksei Obrosof. «The Effect of Laser Power on the Microstructure of the Nb-Si Based In Situ Composite, Fabricated by Laser Metal Deposition». Key Engineering Materials 2019. Vol. 822:556–62.
3. Goncharov, I.S., N.G. Razumov, A. O. Silin, N. E. Ozerskoi, A. I. Shamshurin, A. Kim, Q. S. Wang, и A. A. Popovich. «Synthesis of Nb-based powder alloy by mechanical alloying and plasma spheroidization processes for additive manufacturing». Materials Letters 2019. 245.
4. Goncharov, I.S., Nikolay G. Razumov, Aleksey I. Shamshurin, и Qing Sheng Wang. «Effect of the Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering on Microstructure, Phase Composition and Chemical Elements Distribution of Nb-Si Based Composite». 2019. Key Engineering Materials 822:617–27.
5. Goncharov Ivan, Liliya Hisamova, Liana Mustafaeva, Nikolay Razumov, Tagir Makhmutov, Artem Kim, Qing Sheng Wang, Aleksey Shamshurin, и Anatoly Popovich. «Microstructure and phase composition of the Nb-Si based in-situ composite from plasma spheroidized powder». Materials Today: Proceedings Volume 30, Part 3, 2020, Pages 545-548.
6. Goncharov, Ivan, Liliya Hisamova, Liana Saubanova, Nikolay Razumov, Igor Polozov, и Anatoly Popovich. «The binder jetting of Nb-based in-situ composite». METAL 2019 - 28th International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings 1476–80.
7. Goncharov, Ivan, Nikolay Razumov, Evgenii Borisov, Aleksey Silin, и Anatoly Popovich. «Selective laser melting for Nb-based powder alloy». METAL 2019 - 28th International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings 1481–85.
8. Popovich, A.A., N. G. Razumov, A. V. Grigoriev, A. V. Samokhin, V. S. Sufiiarov, I. S. Goncharov, A. A. Fadeev, и M. A. Sinaiskii. 2018. «Fabrication of the Nb–16Si Alloy Powder for Additive Technologies by Mechanical Alloying and Spheroidization in Electric-Arc Discharge Thermal Plasma». Russian Journal of Non-Ferrous Metals 59(6).