

Научная статья

УДК 620.18:621.762

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-3-64-74

ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ КОНСОЛИДАЦИИ ПОРОШКОВЫХ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ МОЛИБДЕНА С ПРИМЕНЕНИЕМ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

А.А. Худнев¹, Р.В. Батиенков², А.Н. Большакова¹, Р.М. Дворецков¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «МИРЭА – Российский технологический университет», Москва, Россия; mirea@mirea.ru

Аннотация. Исследованы композиционные дисперсно-упрочненные материалы систем Mo–Ti–Zr–C и Mo–Hf–C. Образцы получали методами порошковой металлургии при помощи проведения процесса механического легирования с последующим компактированием шихты на установке искрового плазменного спекания. Установлено, что основной упрочняющей фазой в полученном материале системы Mo–Ti–Zr–C является оксид молибдена с растворенными в нем титаном, цирконием и углеродом. В свою очередь, в материале системы Mo–Hf–C присутствуют два вида армирующей фазы: оксиды молибдена и оксиды гафния. Увеличение температуры спекания на 200 °С не повлияло на плотность материалов, однако привело к росту зерна и карбидного слоя на поверхности образцов.

Ключевые слова: искровое плазменное спекание, механическое легирование, молибден, дисперсно-упрочненный композиционный материал, порошковая металлургия, микроструктурный анализ

Для цитирования: Худнев А.А., Батиенков Р.В., Большакова А.Н., Дворецков Р.М. Исследование особенностей консолидации порошковых дисперсно-упрочненных композиционных материалов на основе молибдена с применением искрового плазменного спекания // Труды ВИАМ. 2022. № 3 (109). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-3-64-74.

Scientific article

STUDY OF THE FEATURES OF COMPACTION OF POWDER COMPOSITE MATERIALS BASED ON MOLYBDENUM USING SPARK PLASMA SINTERING

A.A. Khudnev¹, R.V. Batiенkov², A.N. Bolshakova¹, R.M. Dvoretsov¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

²MIREA – Russian Technological University, Moscow, Russia; rector@mirea.ru

Abstract. Composite dispersion-strengthened materials of the Mo–Ti–Zr–C and Mo–Hf–C systems were investigated in this work. Samples were obtained by powder metallurgy methods using mechanical alloying with subsequent compaction of as-received powder by a spark plasma sintering. It was found that the main strengthening phase in the obtained material of the Mo–Ti–Zr–C system is molybdenum oxide with titanium, zirconium and molybdenum dissolved in it. The material of the Mo–Hf–C system contains two types of reinforcing phase: molybdenum

oxides and hafnium oxides. An increase in the sintering temperature by 200 °C did not lead to an increase in the density of materials, but led to the growth of grains and a carbide layer on the surface of the samples.

Keywords: *spark plasma sintering, mechanical alloying, molybdenum, dispersion-strengthened composite material, powder metallurgy, microstructural analysis*

For citation: Khudnev A.A., Batiykov R.V., Bolshakova A.N., Dvoretsov R.M. Study of the features of compaction of powder composite materials based on molybdenum using spark plasma sintering. *Trudy VIAM*, 2022, no. 3 (109), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-3-64-74.

Введение

В настоящее время разработка жаропрочных материалов является одним из основных направлений развития техники [1–4]. Использование молибдена в качестве основы для создания материалов с повышенной температурой эксплуатации перспективно ввиду наличия у данного металла таких исключительных свойств, как, например, высокая температура плавления, хорошая теплопроводность и низкий температурный коэффициент линейного расширения, благодаря чему сплавы на основе молибдена находят различное применение в промышленности [5–8].

При помощи армирования молибдена тугоплавкими частицами (например, карбидами) можно добиться повышения температуры рекристаллизации сплава, что позволяет увеличить температуру эксплуатации материала [9]. Однородно распределенные по границам зерен карбиды способствуют увеличению температуры рекристаллизации чистого молибдена на ~500 °С, а также повышают его жаропрочность и сопротивление ползучести [10–13].

Разработка материалов на основе молибдена при помощи технологий порошковой металлургии более перспективна относительно процесса вакуумно-дугового переплава, являющегося альтернативным способом получения данных материалов, из-за возможности формирования гомогенной структуры с равномерным распределением упрочняющих фаз, а также вследствие меньших энергозатрат [14–16]. Особо следует отметить разработку материала путем проведения механического легирования с последующим компактированием полученной шихты методом искрового плазменного спекания (Spark Plasma Sintering – SPS). Процесс искрового плазменного спекания характеризуется использованием прямого пропускания электрического тока через порошок при одновременном его одноосном сжатии. Используя процесс механического легирования, можно получать сплавы сложного состава на основе тугоплавких металлов, минуя процесс плавления и устраняя проблемы, возникающие при его проведении [17]. Полученные таким образом композиционные гранулы обладают гомогенным распределением всех компонентов по объему и меньшим размером частиц относительно исходных порошков [17]. Благодаря необычайно высокой скорости нагрева порошка (до 1000 °С/мин и более) при последующем компактировании полученной при помощи механического легирования шихты с использованием искрового плазменного спекания возможно за короткое время получить практически беспористый материал с мелкозернистой структурой [18, 19].

Цель данного исследования – изучение особенностей консолидации методом искрового плазменного спекания двух порошковых материалов на основе молибдена, армированных тугоплавкими частицами. Особенностью работы является то, что при проведении процесса механического легирования в материал вводились не готовые тугоплавкие соединения, а отдельные компоненты (Ti, Zr и C либо Hf и C). Следовательно, армирующие частицы образовались в исследуемых материалах непосредственно во время проведения процесса механического легирования и последующего спекания.

Материалы и методы

Для исследования в данной работе выбраны материалы двух систем на основе молибдена: Mo–Ti–Zr–C и Mo–Hf–C. Суммарное содержание Ti, Zr и C в первом сплаве не превышало 1 % (по массе), во втором сплаве содержание Hf и C не превышало 1,5 % (по массе). Согласно данным работы [20], легирование молибдена титаном, гафнием и цирконием приводит к значительному повышению температуры рекристаллизации сплава. Кроме того, относительно малые добавки указанных элементов упрочняют материал в результате как образования твердого раствора, так и формирования тугоплавких частиц – карбидов, оксидов или нитридов [20].

Шихту получали путем проведения механического легирования предварительно смешанных в необходимых пропорциях порошков Mo, Ti, Zr и C в случае первого сплава и порошков Mo, Hf и C в случае второго сплава. Синтез дисперсных армирующих частиц происходит непосредственно во время процесса механического легирования (как это описано в работе [21]) в результате взаимодействия шихтовых компонентов между собой (Ti, Zr и C либо Hf и C в случае первого и второго сплава соответственно) и с компонентами среды, используемой во время размолла (в данном случае с кислородом).

Механическое легирование проводили в атриторе в среде спирта с использованием стаканов, валов и шаров из оксида циркония с отношением массы шаров к массе порошка, равным 5, при продолжительности смешивания – до 8 ч. После проведения смешивания порошки высушивали в сушильном шкафу и отделяли от шаров путем просеивания на вибросите.

Далее полученную шихту компактировали на установке искрового плазменного спекания KCF FCT H-HP D 25 с применением графитовой пресс-формы и графитовых пуансонов в вакууме при двух различных температурах (1350 и 1550 °C) при небольшом времени выдержки. С целью защиты пресс-формы и пуансонов от воздействия спекаемого материала использовали фольгу из графита.

Плотность спрессованных образцов, представляющих собой цилиндры диаметром 40 мм и высотой ~5 мм, определяли при помощи гидростатического взвешивания в соответствии с ГОСТ 20018–74 после предварительного шлифования материалов. Микроструктуру исследовали на растровом электронном микроскопе Hitachi SU8010 с использованием приставки энергодисперсионного спектрометра.

Результаты и обсуждение

В результате консолидации композиционных гранул систем Mo–Ti–Zr–C и Mo–Hf–C методом искрового плазменного спекания при температуре 1350 °C изготовлены образцы с относительной плотностью ~94 % (табл. 1). Для обеих рассматриваемых систем повышение температуры спекания с 1350 до 1550 °C никак не повлияло на плотность материалов, что свидетельствует о том, что процесс уплотнения материалов завершился при температуре ≤ 1350 °C. Следует отметить, что во время расчета теоретической плотности не учитывалось наличие в сплавах кислорода, который (как установлено в работе [22]) присутствует в исследуемых материалах после стадии механического легирования. Следовательно, реальные относительные значения плотностей должны быть немного больше указанных в табл. 1.

На рис. 1 показана микроструктура образцов из сплава системы Mo–Ti–Zr–C после компактирования при температурах 1350 и 1550 °C. Видно, что материал состоит из мелких зерен упрочняющей фазы, по большей части расположенных на границах зерен матричной фазы. С увеличением температуры спекания с 1350 до 1550 °C средний размер зерен основной фазы увеличился с 2–4 до 4–9 мкм, а армирующей фазы – с 0,7–1,2

до 1–2,5 мкм. Однако в структуре материала после спекания при обеих исследуемых температурах также присутствуют вытянутые агломераты армирующей фазы длиной до 8 мкм и более.

Таблица 1

Значения абсолютной и относительной плотности (d) исследуемых материалов

Система	Температура спекания, °С	d , г/см ³	d , %
Mo–Ti–Zr–C	1350	9,579	94,2
	1550	9,581	94,3
Mo–Hf–C	1350	9,598	94,0
	1550	9,593	93,9

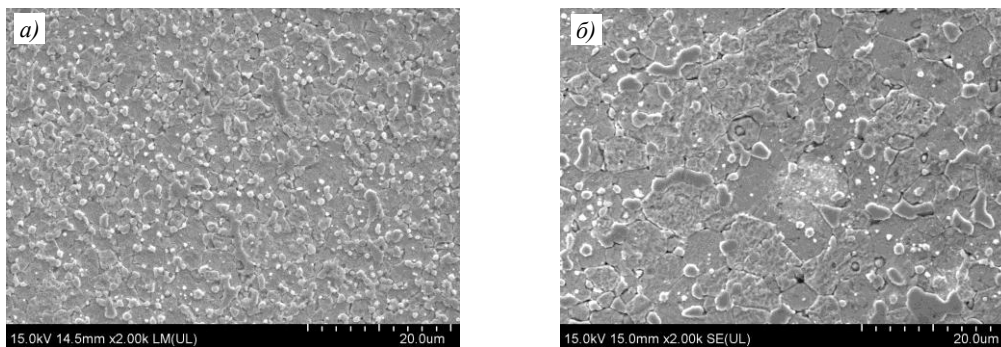


Рис. 1. Микроструктура (РЭМ, ×2000) образцов из сплава системы Mo–Ti–Zr–C после компактирования при температурах 1350 (а) и 1550 °С (б)

В соответствии с результатами энергодисперсионного анализа образца системы Mo–Ti–Zr–C после компактирования при температуре 1550 °С (рис. 2, табл. 2), матрица помимо молибдена содержит также примесные углерод и кислород. Армирующая фаза представляет собой сложные оксиды, содержащие O, C, Ti, Zr и Mo. По-видимому, по своей сути данная фаза является оксидом молибдена с растворенными в нем титаном, цирконием и углеродом. Можно заключить, что количества Ti и Zr, введенного в материал, оказалось недостаточно для образования новой армирующей фазы (оксидов либо карбидов титана/циркония). В результате все это количество Ti и Zr растворилось в оксиде молибдена, присутствующем в немалом количестве. При этом следует иметь в виду, что, из-за малой чувствительности метода энергодисперсионного анализа к легким элементам, реальное содержание O и C может значительно отличаться от данных, представленных в табл. 2.



Рис. 2. Участки энергодисперсионного анализа образца из сплава системы Mo–Ti–Zr–C после компактирования при температуре 1550 °С

Состав материала системы Mo–Ti–Zr–C после компактирования при температуре 1550 °С

Условный номер спектра	Содержание элемента, % (по массе)				
	C	O	Ti	Zr	Mo
122	3,32	22,58	5,43	1,55	67,12
123	2,93	23,18	5,38	1,34	67,17
124	3,52	19,71	2,63	0,53	73,61
125	5,87	26,11	5,10	1,27	61,65
126	5,70	3,35	0,28	0	90,67
127	5,12	2,84	0	0	92,04
128	6,42	4,70	0	0	88,88
129	6,30	4,54	0	0	89,15

Структура образцов из сплава системы Mo–Hf–C, так же как и структура образцов из сплава системы Mo–Ti–Zr–C, представляет собой матричную фазу с более мелкими зернами упрочняющей фазы, расположенными в основном по границам зерен матричной фазы (рис. 3). Влияние температуры спекания выражено в изменении размера зерен фаз: средний размер зерна основной фазы после компактирования при температуре 1350 °С составлял 2–5 мкм, а упрочняющей фазы: 0,5–1 мкм. После компактирования при температуре 1550 °С средний размер зерна матрицы увеличился до 5–15 мкм, а упрочняющей фазы – до 1–2 мкм. При этом, так же как и в образцах из сплава системы Mo–Ti–Zr–C, в структуре материалов системы Mo–Hf–C присутствуют вытянутые агломераты второй фазы, но в гораздо большем количестве и с большей длиной, достигающей 15–20 мкм. Примечательно также, что большинство крупных агломератов направлено перпендикулярно направлению оси прессования.

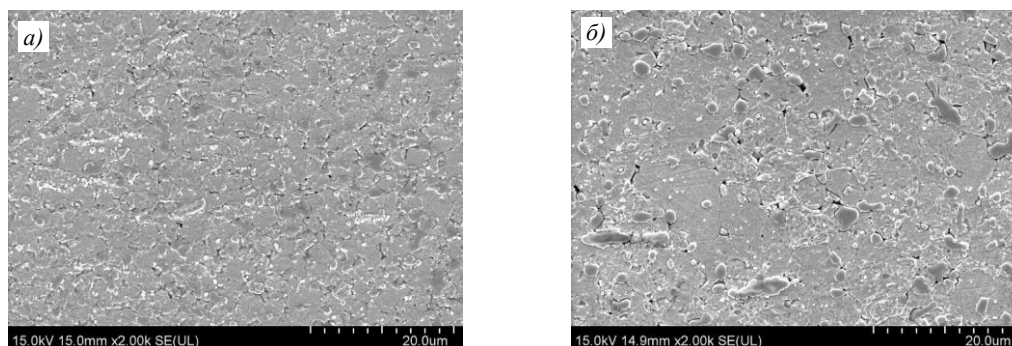


Рис. 3. Микроструктура (РЭМ, $\times 2000$) образцов из сплава системы Mo–Hf–C после компактирования при температурах 1350 (а) и 1550 °С (б)

Согласно результатам энергодисперсионного анализа (рис. 4, табл. 3), как и в случае материала системы Mo–Ti–Zr–C, матрица образцов из сплава системы Mo–Hf–C также содержит O и C. Вместе с тем в отличие от системы Mo–Ti–Zr–C армирующая фаза системы Mo–Hf–C представлена двумя видами частиц: оксидами молибдена, содержащими также в небольших количествах углерод и гафний (спектры 130 и 131), и оксидами гафния, содержащими также углерод и цирконий (спектры 132 и 133). Цирконий попал в материал во время процесса механического легирования в виде намола с шаров, вала и стакана, изготовленных из оксида циркония. Кроме того, в результате энергодисперсионного анализа установлено, что все вытянутые агломераты являются оксидами гафния, содержащими также углерод и цирконий.

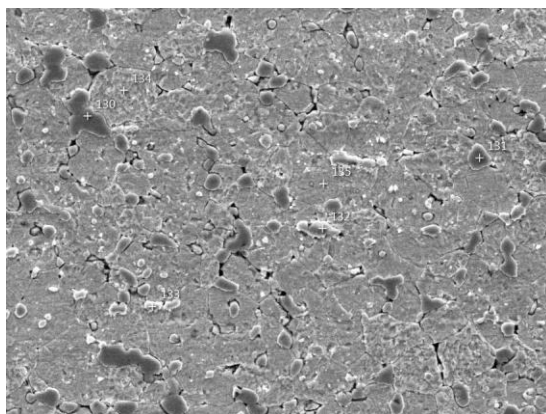


Рис. 4. Участки энергодисперсионного анализа образца из сплава системы Mo–Hf–C после компактирования при температуре 1550 °C

Таблица 3

Состав материала системы Mo–Hf–C после компактирования при температуре 1550 °C

Условный номер спектра	Содержание элемента, % (по массе)				
	C	O	Hf	Zr	Mo
130	4,44	21,05	2,06	0,00	72,45
131	9,09	20,41	2,53	0,58	67,40
132	7,69	13,20	68,23	1,82	9,06
133	6,19	13,70	69,57	2,20	8,34
134	9,04	1,31	0	0	89,64
135	6,97	3,03	0	0	90,00

Из сопоставления микроструктур материалов обеих рассматриваемых систем можно заключить, что из-за большого количества кислорода, поступающего в материалы во время проведения процесса механического легирования, в образце из сплава системы Mo–Ti–Zr–C оказалось введено недостаточное количество легирующих элементов для образования карбидов либо оксидов титана и циркония. Вследствие этого основной упрочняющей фазой в образцах вышеупомянутой системы является оксид молибдена с растворенными в нем Ti, Zr и C. В материале системы Mo–Hf–C введенного количества легирующих элементов оказалось достаточно для образования оксидов гафния (с растворенными в них углеродом и цирконием), хотя часть гафния и углерода, как и в случае образцов из сплава системы Mo–Ti–Zr–C, растворилась в многочисленных оксидах молибдена.

Одной из особенностей использования метода искрового плазменного спекания является взаимодействие компактируемого материала с углеродом, диффундирующим в материал из графитовой пресс-формы либо графитовой фольги [23]. Вследствие этого на поверхности всех исследуемых образцов образовался сплошной слой карбида молибдена (рис. 5). Как видно из анализа значений средних толщин карбидного слоя исследуемых материалов, представленных в табл. 4, с увеличением температуры спекания с 1350 до 1550 °C толщина карбидного слоя в обеих исследуемых системах увеличилась в 2,5–3 раза.

Структура слоя, образовавшегося под слоем сплошного карбида молибдена, в образцах обеих исследуемых систем после компактирования при температуре 1350 °C представляет собой смесь молибдена и карбидов молибдена (рис. 5, а, б). После же компактирования при температуре 1550 °C в системе Mo–Hf–C данный

слой (состоящий из смеси молибдена и его карбидов) полностью отсутствует, а в системе Mo–Ti–Zr–C его толщина не превышает 10–20 мкм (рис. 5, в, з).

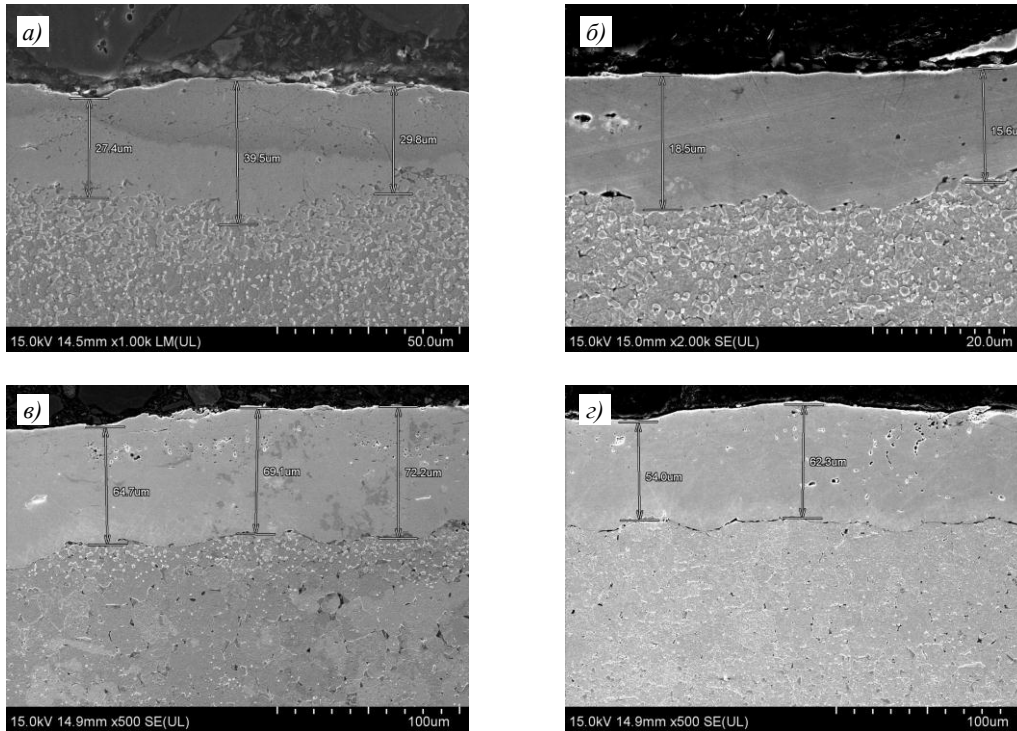


Рис. 5. Микроструктура (а – $\times 1000$; б – $\times 2000$; в, з – $\times 500$) поверхностного слоя исследуемых образцов из сплавов систем Mo–Ti–Zr–C (а, в) и Mo–Hf–C (б, з) после спекания при температурах 1350 (а, б) и 1550 °C (в, з)

Таблица 4

Толщина карбидного слоя исследуемых материалов

Система	Температура спекания, °C	Толщина карбидного слоя, мкм
Mo–Ti–Zr–C	1350	29,6±5,7
	1550	69,6±4,2
Mo–Hf–C	1350	17,3±1,8
	1550	60,3±5

Особый интерес представляет слой, идущий следующим: в системе Mo–Ti–Zr–C – за слоем смеси молибдена и его карбидов, а в системе Mo–Hf–C – сразу за слоем сплошного карбида молибдена. Его особенность заключается в том, что в нем практически полностью отсутствуют включения как карбидов молибдена, так и сложных оксидов. Особенно отчетливо это видно на примере образца системы Mo–Ti–Zr–C (рис. 6). Наиболее вероятно, что в данном слое образовались благоприятные условия (прежде всего, соотношение C и O) для восстановления молибдена; Ti и Zr, в свою очередь, в отсутствие O и C в данной зоне, вероятно, растворились в решетке молибдена, что могло привести к образованию большого количества пор, наблюдаемых в данной зоне. Присутствие в материале такой зоны дает основание предполагать о возможности проведения процесса восстановления окисленного молибдена при наличии соответствующих условий, таких как оптимальное соотношение C и O и температурно-скоростной режим прессования.

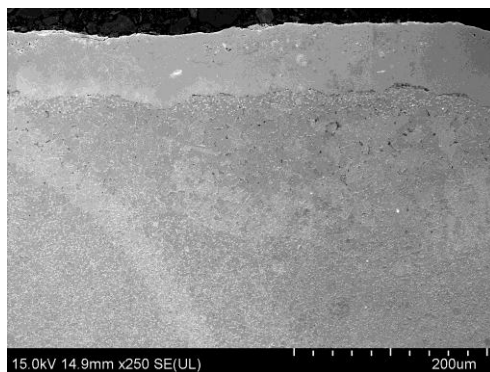


Рис. 6. Микроструктура ($\times 250$) поверхностного слоя образца из сплава системы Mo–Ti–Zr–C после спекания при температуре 1550 °C

Заключения

В результате проведения процесса механического легирования и компактирования методом искрового плазменного спекания изготовлены образцы дисперсно-упрочненных композиционных материалов на основе молибдена систем Mo–Ti–Zr–C и Mo–Hf–C.

Плотность полученных компактов составляла ~ 94 % от теоретической. Увеличение температуры спекания с 1350 до 1550 °C не привело к изменению плотности исследуемых образцов обеих систем.

В результате микроструктурного анализа установлено, что структура материала системы Mo–Ti–Zr–C состоит из относительно небольших зерен упрочняющей фазы, расположенных в основном на границах зерен матрицы, содержащей помимо Mo примесные O и C. Армирующая фаза представляет собой сложные оксиды, содержащие O, C, Ti, Zr и Mo. По-видимому, из-за большого количества кислорода, попавшего в материал во время проведения процесса механического легирования, в материале образовались оксиды молибдена, а введенные легирующие элементы растворились в данных оксидах.

При помощи энергодисперсионного анализа установлено, что матрица образцов из сплава системы Mo–Hf–C, как и в случае материала системы Mo–Ti–Zr–C, также содержит кислород и углерод. Вместе с тем в отличие от системы Mo–Ti–Zr–C армирующая фаза в системе Mo–Hf–C представлена двумя фазами: оксидами молибдена и оксидами гафния.

Вследствие диффузии углерода из графитовой фольги на поверхность всех исследуемых образцов образовался сплошной слой карбида молибдена. С увеличением температуры спекания с 1350 до 1550 °C толщина карбидного слоя в обеих рассматриваемых системах увеличилась в 2,5–3 раза.

Список источников

1. Kablov E.N., Svetlov I.L., Neiman A.V., Min P.G., Karachevtsev F.N., Karpov M.I. High-temperature composites based on the Nb–Si system reinforced with niobium silicides // *Inorganic Materials: Applied Research*. 2017. Vol. 8. No. 4. P. 609–617.
2. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б. Развитие технологии направленной кристаллизации литейных высокожаропрочных сплавов с переменным управляемым температурным градиентом // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. No. S. С. 24–38. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-24-38.
3. Каблов Е.Н., Бондаренко Ю.А., Колодяжный М.Ю., Сурова В.А., Нарский А.Р. Перспективы создания высокотемпературных жаропрочных сплавов на основе тугоплавких матриц и естественных композитов // *Вопросы материаловедения*. 2020. № 4. С. 64–78.

4. Лебедева Ю.Е., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Прокопченко Г.М., Шавнев А.А., Серебряков Д.И. Изготовление экспериментального конструктивно-подобного образца сектора соплового аппарата и проведение его испытаний при температуре 1500 °С // Труды ВИАМ. 2020. № 10 (92). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.09.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-10-51-62.
5. Fan J., Lu M., Cheng H. et al. Effect of alloying elements Ti, Zr on the property and microstructure of molybdenum // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2009. Vol. 27. No. 1. P. 78–82. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2008.03.006.
6. Оспенникова О.Г., Подъячев В.Н., Столянков Ю.В. Тугоплавкие сплавы для новой техники // Труды ВИАМ. 2016. № 10 (46). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.08.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-5-5.
7. Кучер А.М. Технология металлов. 4-е изд., перераб. и доп. Л.: Машиностроение, 1987. 214 с.
8. Капустин В.И., Коржавый А.П. Дрейф-спектрометрия: традиционные методы и перспективы развития // Российский технологический журнал. 2016. Т. 4. № 2. С. 3–24.
9. Ohser-Wiedemann R., Weck C., Martin U. et al. Spark plasma sintering of TiC particlereinforced molybdenum composites // International Journal of Refractory Metals and Hard Material. 2012. Vol. 32. P. 1–6. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2011.12.001.
10. Yavas B., Goller G. Investigation the effect of B₄C addition on properties of TZM alloy prepared by spark plasma sintering // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2016. Vol. 58. P. 182–188. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2016.04.020.
11. Majumdar S., Sharma I.G., Raveendra S. et al. In situ chemical vapour co-deposition of Al and Si to form diffusion coatings on TZM // Materials Science and Engineering: A. 2008. Vol. 492. No. 1–2. P. 211–217. DOI: 10.1016/j.msea.2008.03.020.
12. Nagae M., Yoshio T., Takada J., Hiraoka Y. Improvement in recrystallization temperature and mechanical properties of a commercial TZM alloy through microstructure control by multi-step internal nitriding // Materials transactions. 2005. Vol. 46. No. 10. P. 2129–2134. DOI: 10.2320/matertrans.46.2129.
13. Мазалов И.С., Мазалов П.Б., Сухов Д.И., Сульянова Е.А. Влияние параметров горячего изостатического прессования на структуру и свойства сплавов на основе кобальта, получаемых методом селективного лазерного сплавления // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 2 (63). Ст. 01. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 25.08.2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-3-14.
14. Majumdar S., Sharma I.G. Development of Mo base TZM (Mo–0.5Ti–0.1Zr–0.02C) alloy and its shapes // BARC Newsletter. 2010. Vol. 312. P. 21–27.
15. Sharma I.G., Chakraborty S.P., Suri A.K. Preparation of TZM alloy by aluminothermic smelting and its characterization // Journal of Alloys and Compounds. 2005. Vol. 393. No. 1–2. P. 122–127.
16. Yavas B., Sahin F., Yucel O., Goller G. Preparation of Pre-Alloyed TZM Alloy with Addition of B₄C by Using Spark Plasma Sintering // 6th International Conference on Materials Science and Technologies. 2016. P. 75–76.
17. Ефимочкин И.Ю., Кузьмина Н.А., Гращенков Д.В., Светлов И.Л., Бобровский А.П. Синтез силицида ниобия методом гибридного электроискрового плазменного спекания порошков // Труды ВИАМ. 2018. № 11 (71). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.08.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-11-54-63.
18. Торресильяс С.М.Р., Солис П.Н., Окунькова А.А., Перетягин П.Ю. Основы процесса искрового плазменного спекания нанопорошков. М.: Техносфера, 2014. 96 с.
19. Akin I., Hotta M., Sahin F.C. et al. Microstructure and densification of ZrB₂–SiC composites prepared by spark plasma sintering // Journal of the European Ceramic Society. 2009. Vol. 29. No. 11. P. 2379–2385.
20. Моргунова Н.Н., Клыпин Б.А., Бояршинов В.А. и др. Сплавы молибдена. М.: Металлургия, 1975. 392 с.
21. Гращенков Д.В., Щетанов Б.В., Ефимочкин И.Ю. Развитие порошковой металлургии жаропрочных материалов // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2011. № 6. С. 10–22.

22. Батиенков Р.В., Большакова А.Н., Худнев А.А., Кузнецов Б.Ю. Исследование механического легирования порошковых материалов систем Mo–Ti–Zr–C и Mo–Hf–C // *Металлург.* 2020. № 11. С. 93–99.
23. Дудина Д.В. Электроискровое спекание смесей металлических порошков и композитов с металлическими матрицами: особенности формирования структуры и свойства спеченных материалов // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты).* 2017. № 2. С. 45–54. DOI: 10.17212/1994-6309-2017-2-45-54.

References

1. Kablov E.N., Svetlov I.L., Neiman A.V., Min P.G., Karachevtsev F.N., Karpov M.I. High-temperature composites based on the Nb–Si system reinforced with niobium silicides. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2017, vol. 8, no. 4, pp. 609–617.
2. Kablov E.N., Bondarenko Yu.A., Echin A.B. Development of technology of cast superalloys directional solidification with variable controlled temperature gradient. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 24–38. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-24-38.
3. Kablov E.N., Bondarenko Yu.A., Kolodyazhny M.Yu., Surova V.A., Narsky A.R. Prospects for the creation of high-temperature heat-resistant alloys based on refractory matrices and natural composites. *Voprosy materialovedeniya*, 2020, no. 4, pp. 64–78.
4. Lebedeva Yu.E., Afanasev-Hodikin A.N., Prokopchenko G.M., Shavnev A.A., Serebryakov D.I. Obtaining of experimental constructionally similar sample of the nozzle assembly sector and carrying out its tests at temperature of 1500 °C. *Trudy VIAM*, 2020, no. 10 (92), paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 10, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-10-51-62.
5. Fan J., Lu M., Cheng H. et al. Effect of alloying elements Ti, Zr on the property and microstructure of molybdenum. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2009, vol. 27, no. 1, pp. 78–82. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2008.03.006.
6. Ospennikova O.G., Podieiahev V.N., Stoliankov Yu.V. Refractory alloys for innovative equipment. *Trudy VIAM*, 2016, no. 10, paper no. 5. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 25, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-5-5.
7. Kucher A.M. *Metal technology*. 4th ed., rev. and add. Leningrad: Mashinostroenie, 1987, 214 p.
8. Kapustin V.I., Korzhaviy A.P. Drift spectrometry: traditional methods and development prospects. *Rossiyskiy tekhnologicheskii zhurnal*, 2016, vol. 4, no. 2, pp. 3–24.
9. Ohser-Wiedemann R., Weck C., Martin U. et al. Spark plasma sintering of TiC particlereinforced molybdenum composites. *International Journal of Refractory Metals and Hard Material*, 2012, vol. 32, pp. 1–6. DOI:10.1016/j.ijrmhm.2011.12.001.
10. Yavas B., Goller G. Investigation the effect of B₄C addition on properties of TZM alloy prepared by spark plasma sintering. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2016, vol. 58, pp. 182–188. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2016.04.020.
11. Majumdar S., Sharma I.G., Raveendra S. et al. In situ chemical vapour co-deposition of Al and Si to form diffusion coatings on TZM. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 492, no. 1–2, pp. 211–217. DOI: 10.1016/j.msea.2008.03.020.
12. Nagae M., Yoshio T., Takada J., Hiraoka Y. Improvement in recrystallization temperature and mechanical properties of a commercial TZM alloy through microstructure control by multi-step internal nitriding. *Materials transactions*, 2005, vol. 46, no. 10, pp. 2129–2134. DOI: 10.2320/matertrans.46.2129.
13. Mazalov I.S., Mazalov P.B., Suhov D.I., Sulyanova E.A. Influence of hot isostatic pressing parameters on structure and properties of cobalt-based alloys obtained by selective laser melting. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), paper no. 01. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 25, 2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-3-14.
14. Majumdar S., Sharma I.G. Development of Mo base TZM (Mo–0.5Ti–0.1Zr–0.02C) alloy and its shapes. *BARC Newsletter*, 2010, vol. 312, pp. 21–27.
15. Sharma I.G., Chakraborty S.P., Suri A.K. Preparation of TZM alloy by aluminothermic smelting and its characterization. *Journal of Alloys and Compounds*, 2005, vol. 393, no. 1–2, pp. 122–127.

16. Yavas B., Sahin F., Yucel O., Goller G. Preparation of Pre-Alloyed TZM Alloy with Addition of B₄C by Using Spark Plasma Sintering. *6th International Conference on Materials Science and Technologies*, 2016, pp. 75–76.
17. Efimochkin I.Yu., Kuzmina N.A., Grashchenkov D.V., Svetlov I.L., Bobrovsky A.P. Niobium silicide synthesis by spark plasma sintering of composite powders. *Trudy VIAM*, 2018, no. 11 (71), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 25, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-11-35-44.
18. Torrecillas S.M.R., Solis P.N., Okunkova A.A., Peretyagin P.Yu. *Fundamentals of spark plasma sintering of nanopowders*. Moscow: Technosfera, 2014, 96 p.
19. Akin I., Hotta M., Sahin F.C. et al. Microstructure and densification of ZrB₂–SiC composites prepared by spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society*, 2009, vol. 29, no. 11, pp. 2379–2385.
20. Morgunova N.N., Klypin B.A., Boyarshinov V.A. et al. *Alloys of molybdenum*. Moscow: Metallurgy, 1975. 392 p.
21. Grashchenkov D.V., Shchetanov B.V., Efimochkin I.Yu. Development of powder metallurgy of heat-resistant materials. *Vse materialy. Entsiklopedicheskiy spravochnik*, 2011, no. 6, pp. 10–22.
22. Batiykov R.V., Bolshakova A.N., Khudnev A.A., Kuznetsov B.Yu. Investigation of mechanical alloying of powder materials of the Mo–Ti–Zr–C and Mo–Hf–C systems. *Metallurg*, 2020, no. 11, pp. 93–99.
23. Dudina D.V. Electrosintering of mixtures of metal powders and composites with metal matrices: peculiarities of structure formation and properties of sintered materials. *Obrabotka metallov (tehnologiya, oborudovaniye, instrumenty)*, 2017, no. 2, pp. 45–54. DOI: 10.17212/1994-6309-2017-2-45-54.

Информация об авторах

Худнев Алексей Александрович, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Батиенков Роман Викторович, доцент, к.т.н., ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет», mirea@mirea.ru

Большакова Александра Николаевна, начальник лаборатории, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Дворецков Роман Михайлович, начальник сектора, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Aleksey A. Khudnev, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Roman V. Batiykov, Associate Professor, Candidate of Sciences (Tech.), MIREA – Russian Technological University, rector@mirea.ru

Alexandra N. Bolshakova, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Roman M. Dvoretzky, Head of Sector, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 25.11.2021; одобрена и принята к публикации после рецензирования 10.02.2022.

The article was submitted 25.11.2021; approved and accepted for publication after reviewing 10.02.2022.