

УДК 669-1:536.421

## ПРИРОДА АНОМАЛЬНЫХ ЧАСТИЦ (ГРАНУЛ) В БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ PREP ПОРОШКАХ – IV. МНОГОУРОВНЕВОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ СТРУКТУРЫ ПМ ГИП АУСТЕНИТНЫХ КОРРОЗИОННО-СТОЙКИХ СТАЛЕЙ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ И ГОРЯЧЕЙ ДЕФОРМАЦИИ

© 2023 г. А. В. Шульга\*

Национальный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, Москва, 115409 Россия

\*E-mail: avshulga@mephi.ru

Поступила в редакцию 03.08.2022 г.

После доработки 03.08.2022 г.

Принята к публикации 08.08.2022 г.

Наличие аномальных частиц (гранул) с существенно разным содержанием микролегирующих элементов внедрения – углерода и бора является важной особенностью однородности состава быстро закаленных порошков аустенитных коррозионно-стойких сталей и жаропрочных сперсплавов на основе никеля, полученных PREP методом. Проведено многоуровневое экспериментальное исследование эволюции структуры ПМ ГИП аустенитных коррозионно-стойких сталей при термической обработке и горячей деформации. Прямые ядерно-физические методы активационной автордиографии по углероду, трековой автордиографии по бору, металлографии, SEM, EDX и ОИМ использованы для выявления эволюции микроструктуры ПМ ГИП аустенитных коррозионно-стойких сталей. Выявлено существенное влияние термической обработки и горячей деформации на поведение углерода и бора в ПМ ГИП аустенитных коррозионно-стойких сталях по сравнению с их традиционными аналогами. Обнаружено существенное влияние эволюции углерода и бора на механические свойства ПМ ГИП аустенитных коррозионно-стойких сталей по сравнению с их традиционными аналогами

**Ключевые слова:** аустенитные коррозионно-стойкие стали, быстро закаленный порошок, PREP – метод, ПМ ГИП технология, термическая обработка, горячая деформация, автордиография, углерод, бор, микроструктура, механические свойства

**DOI:** 10.56304/S2079562922030484

### 1. ВВЕДЕНИЕ

Аустенитные коррозионно-стойкие стали типа AISI 316 широко используются в качестве конструкционных материалов в реакторах на быстрых нейтронах и в различных конструкциях термоядерных реакторов Д–Т [1–6]. Изучение влияния однородности состава на структуру и механические свойства этих материалов является актуальным.

Однородность состава и микроструктуры быстро закаленных сферических порошков, используемых для получения ПМ ГИП (Порошковая Металлургия Горячее Изостатическое Прессование) аустенитных коррозионно-стойких сталей играет важную роль в формировании структурно-фазового состояния компактов и изделий, например труб – оболочек твэлов [1, 3, 7–13]. Процессы “атомизации” расплава для получения быстро закаленных порошков, такие как “атомизация”

расплава высокоскоростной струей газа и PREP процесс (Plasma Rotating Electrode Process – центробежное распыление вращающегося электрода, оплаваемого плазмой), широко используется для производства быстро закаленных порошков коррозионно-стойких сталей и суперсплавов на основе никеля.

В настоящее время интенсивно изучаются новые конструкционные композиционные материалы, такие как коррозионно-стойкие стали, армированные высокодисперсными, оксидными частицами, например, ДУО – ODS-стали, для изготовления конструкционных элементов бланкета установок термоядерного синтеза [5, 9–12]. В связи с этим для оценки роли матрицы в обеспечении высокого уровня механических свойств коррозионно-стойких ДУО – ODS-сталей желательнее сравнить особенности поведения углерода и бора в микроструктуре коррозионно-стойких

**Таблица 1.** Химический состав исследованных аустенитных коррозионно-стойких сталей (вес. %)

Material	Fe	Cr	Ni	Mo	Nb	V	C	B
EP 172 type AISI 316	Bal.	15.9	15.1	2.8	0.8		0.08	0.008
EP 168 Fe–18Cr–15Ni–0.15C–0.23B	Bal.	18.1	15.2				0.15	0.23

сталей, изготовленных как по ПМ ГИП, так и по традиционной технологии.

В данной работе проведено многоуровневое исследование эволюции структуры ПМ ГИП аустенитных коррозионно-стойких сталей типа EP168 и EP172 при термообработке и горячей деформации.

Сравнительное исследование микроструктуры, состава порошков, ПМ ГИП компактов, труб – оболочек твэлов в состоянии поставки и после термической обработки проведено для оценки кинетики выделения карбидов и боридов в ПМ ГИП сталях по сравнению с обычными коррозионно-стойкими сталями, полученными по традиционной технологии.

Особенностью данной работы является многоуровневое исследование поведения углерода и бора, поскольку именно эти элементы стимулируют неоднородность состава, образование аномальных частиц (гранул), определяющих степень однородности структурно-фазового состояния ПМ ГИП коррозионно-стойких сталей и жаропрочных суперсплавах на основе никеля.

## 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Составы исследованных аустенитных коррозионно-стойких сталей приведены в табл. 1.

Быстрозакаленные сферические порошки исследуемых аустенитных коррозионно-стойких сталей EP 168 и EP 172 получены методом PREP (Plasma Rotating Electrode Process – центробежное распыление вращающегося электрода, оплаваемого плазмой), а также еще двумя разновидностями центробежного распыления расплава.

ПМ ГИП компакты в качестве полуфабрикатов для изготовления труб – оболочек твэлов по технологии аналогичной традиционной технологии изготовления труб – оболочек твэлов, получены методом горячего изостатического прессования при следующих параметрах: 1200°C, 120 МПа, время 1 ч.

Традиционные слитки аустенитных сталей получены индукционной плавкой с последующим вакуумно-дуговым переплавом. Горячекованные прутки диаметром 45 мм в качестве полуфабрикатов для прокатки бесшовных труб – оболочек твэлов изготовлены ковкой от температуры 1200°C.

Таким образом, трубы – оболочки твэлов из аустенитных коррозионно-стойких сталей EP172 и EP 168 диаметром 6.9 мм и толщиной стенки 0.4 мм изготовлены как с использованием ГИП ПМ компактов – полуфабрикатов, так по традиционной технологии с использованием горячекованных прутков.

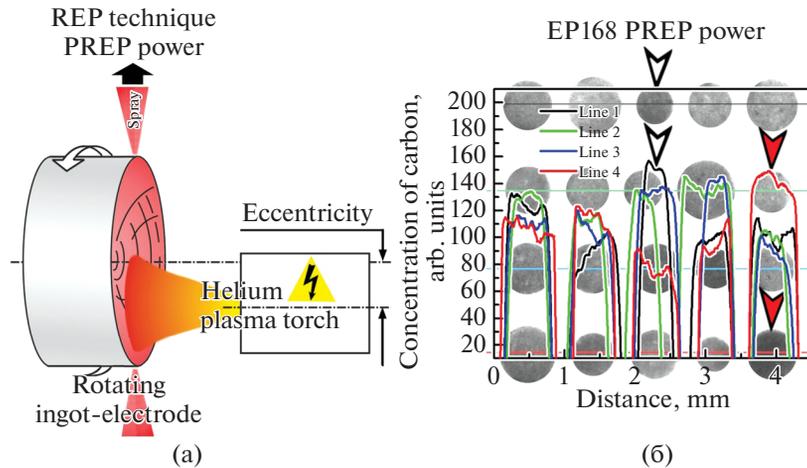
Для испытаний на растяжение при комнатной температуре использовался метод испытаний на растяжение кольцевых образцов. Этот метод заключается в размещении кольцевого образца длиной 3 мм на двух полуцилиндрических опорах радиусом 2.7 мм, с помощью которых кольцевой образец, вырезанный из твэльной трубы, подвергается растяжению.

Термическая обработка осуществлялась при 600 (НТ 1) и 700°C (НТ 2) в течение 1400 и 1000 ч, соответственно, в контейнерах из коррозионно-стойкой стали типа AISI 304, заполненных чистым аргоном. Образцы были равномерно размещены в контейнерах.

Методы металлографии, активационной автордиографии по углероду, трековой автордиографии по бору, SEM, EDX, OIM использовались для изучения микроструктуры и распределения легирующих элементов при малом и большом увеличении для реализации многоуровневой методологии исследования, что важно при изучении структурно-фазовой неоднородности, в частности, аномальных гранул.

Метод активационной автордиографии основан на использовании ядерной реакции  $^{12}\text{C}(d, n)^{13}\text{N}$  в атомах углерода с дейтронами с энергией 2 МэВ. Этот прямой ядерно-физический метод позволяет с высокой чувствительностью обнаруживать крупномасштабное распределение углерода в макроструктуре образца, а также микронеоднородность.

Высокочувствительный метод трековой автордиографии, используемый для исследования распределения бора, основан на использовании ядерной реакции  $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$  на тепловых нейтронах и позволяет обнаруживать малую концентрацию бора – до 1 ppm. Флюенс нейтронов выбран экспериментально для количественной оценки оптимальной плотности треков, равный примерно  $10^{17} \text{ м}^{-2}$ .



**Рис. 1.** Схема PREP метода получения быстрозакаленных сферических порошков (а) и активационные автордиограммы углерода с соответствующими им профилями концентрации углерода по поперечному сечению, отмеченному линиями 1–4, в быстрозакаленных сферических частицах (гранулах) PREP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168 (б); стрелки указывают на аномальные частицы (гранулы), красная стрелка указывает на аномальную гранулу, которая дополнительно детально исследована (рис. 2, 3).

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

#### 3.1. Исходные быстрозакаленные порошки аустенитных коррозионно-стойких сталей

На рис. 1а представлена схема PREP метода, который применялся для получения быстрозакаленных порошков аустенитных коррозионно-стойких сталей EP168 и EP172.

PREP метод относится к методам REP (Rotating Electrode Process – распыление вращающегося электрода) и представляет собой метод центробежного распыления, который основан на одновременном вращении и оплавлении слитка – электрода, и его последующем распылении за счет центробежной силы, скорость охлаждения при кристаллизации капле расплава в результате теплоотдачи при полете составляет  $10^2$ – $10^4$  К/с.

Важное преимущество REP методов заключается в том, что расплав не контактирует с другими материалами (тиглем), и, следовательно, применимы для получения быстрозакаленных порошков химически активных и жаропрочных металлов и сплавов. Дополнительным преимуществом REP методов атомизации является то, что их можно осуществлять с такими технологиями нагрева для оплавления вращающегося слитка, как электронно-лучевой или лазерный нагрев.

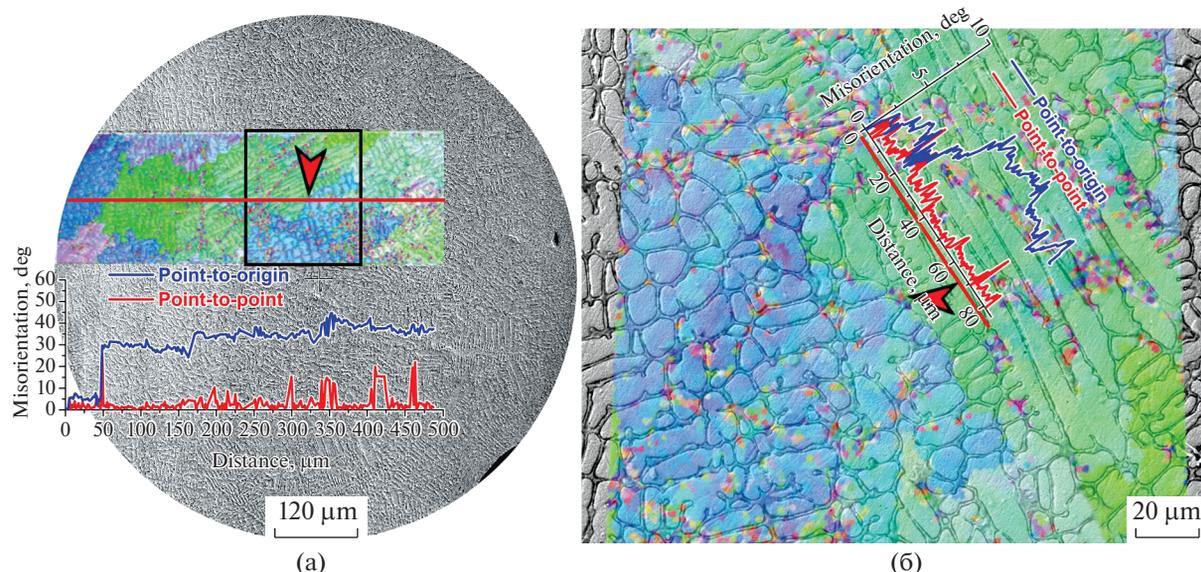
В работе исследованы такие варианты центробежного распыления, как центробежное распыление с вращающимся диском или быстровращающимся стаканом; высокоскоростное затвердевание при расплющивании (splating) капле расплава (spray) при атомизации расплава в результате соударения с теплоотводящей подложкой (substrate).

Особенностью PREP метода получения быстрозакаленного порошка является незначительный перегрев расплава и малое время гомогенизации расплава в связи с тем, что при высокой скорости вращения электрода, оплаваемый металл под действием значительных центробежных сил практически мгновенно распыляется, и формируется весьма однородный по грануло-метрическому составу порошок. При распылении слитка – электрода, характеризующегося гетерогенной структурой, может наблюдаться наследственная неоднородность и образование аномальных гранул.

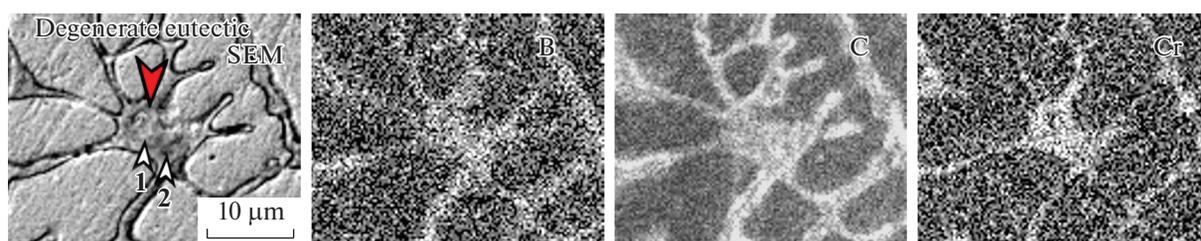
Исследование микроструктуры быстрозакаленных PREP порошков аустенитных коррозионно-стойких сталей EP168 и EP172 позволило установить, что сферические частицы исследованных сталей EP168 и EP172 характеризуются образованием дисперсионной дендритной структуры. Зарождение дендритных кристаллов происходит, преимущественно, на поверхности сферических частиц аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172 и более однородно в аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168 с существенно более высоким содержанием углерода и бора.

Значительное различие концентрации углерода в отдельных гранулах из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, то есть образование аномальных частиц (гранул) обнаружено прямым ядерно-физическим методом активационной автордиографии по углероду.

На рис. 1б представлены автордиограммы распределения углерода и соответствующие профили концентрации углерода по поперечному се-



**Рис. 2.** Микроструктура (SEM) и OIM аномальной гранулы быстрозакаленного PREP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, помеченной красной стрелкой (см. рис. 16): (а) суперпозиция микроснимков SEM + IPF + разориентация; (б) те же результаты для области, выделенной прямоугольником на рис. 2а.



**Рис. 3.** Микроструктура (SEM) и EDX карты распределения легирующих элементов (Cr, B, C) в междендритной области (вырожденная эвтектика) аномальной гранулы быстрозакаленного PREP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, отмеченной красной стрелкой (см. рис. 1). Белые стрелки 1 и 2 указывают на точки 1 и 2 EDX анализа.

чению, отмеченному линиями в сферических частицах (гранулах) PREP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168.

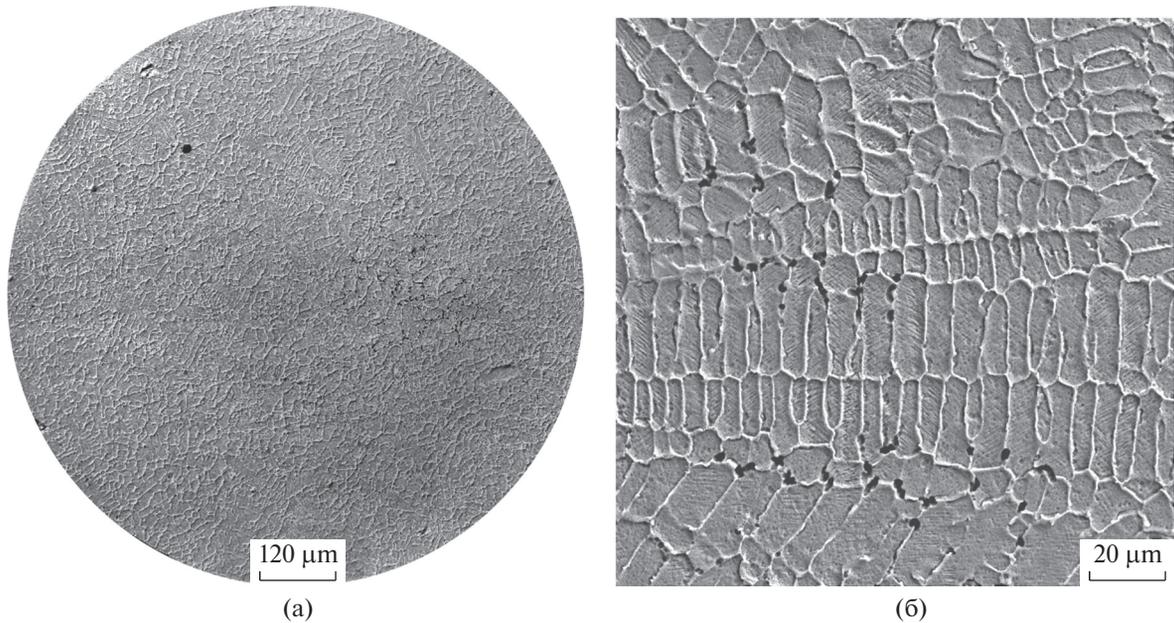
Концентрация углерода в аномальных гранулах PREP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168 значительно (на ~150%) превышает среднюю концентрацию углерода и вследствие также высокой концентрацией бора приводит к образованию вырожденной эвтектики в виде областей и слоев в междендритных участках в аномальных гранулах (рис. 2, 3).

В отличие от равновесной эвтектики, вырожденная эвтектика содержит только одну фазу внедрения, значительно обогащенную Cr, C и B. Точка 1 (рис. 3) соответствует подъему, а точка 2 — понижению рельефа, вызванному менее интенсивным травлением в точке 1 при приготовлении металлографического шлифа-образца, что

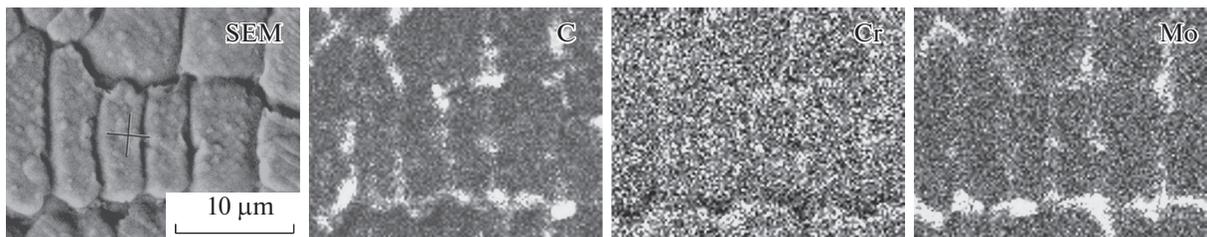
согласуется с повышенным содержанием Cr в этой точке.

В быстрозакаленном PREP порошке аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172 со значительно меньшим содержанием углерода и бора, чем в стали EP168 того же класса, наблюдались цепочки фаз внедрения типа  $(Mo, Nb)(C, B)$ , обогащенные Mo, Nb, C, B в межосных областях высокодисперсной дендритной структуры (рис. 4, 5), что характерно также для PREP порошков жаропрочных суперсплавов на основе Ni [14, 15]. Следует отметить при этом, что вероятность образования аномальных гранул с высоким содержанием микролегирующих элементов углерода и бора в этой стали существенно ниже.

На рис. 6а приведена схема варианта метода центробежного распыления расплава RMP (Rotating Melt Process — центробежное распыление рас-



**Рис. 4.** Микроструктура (SEM) гранулы быстрозакаленного PREP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172.



**Рис. 5** Микроструктура (SEM) и EDX карты распределения легирующих элементов (Mo, Cr, C), декорирующих высокодисперсную дендритную структуру в частице (грануле) быстрозакаленного PREP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172.

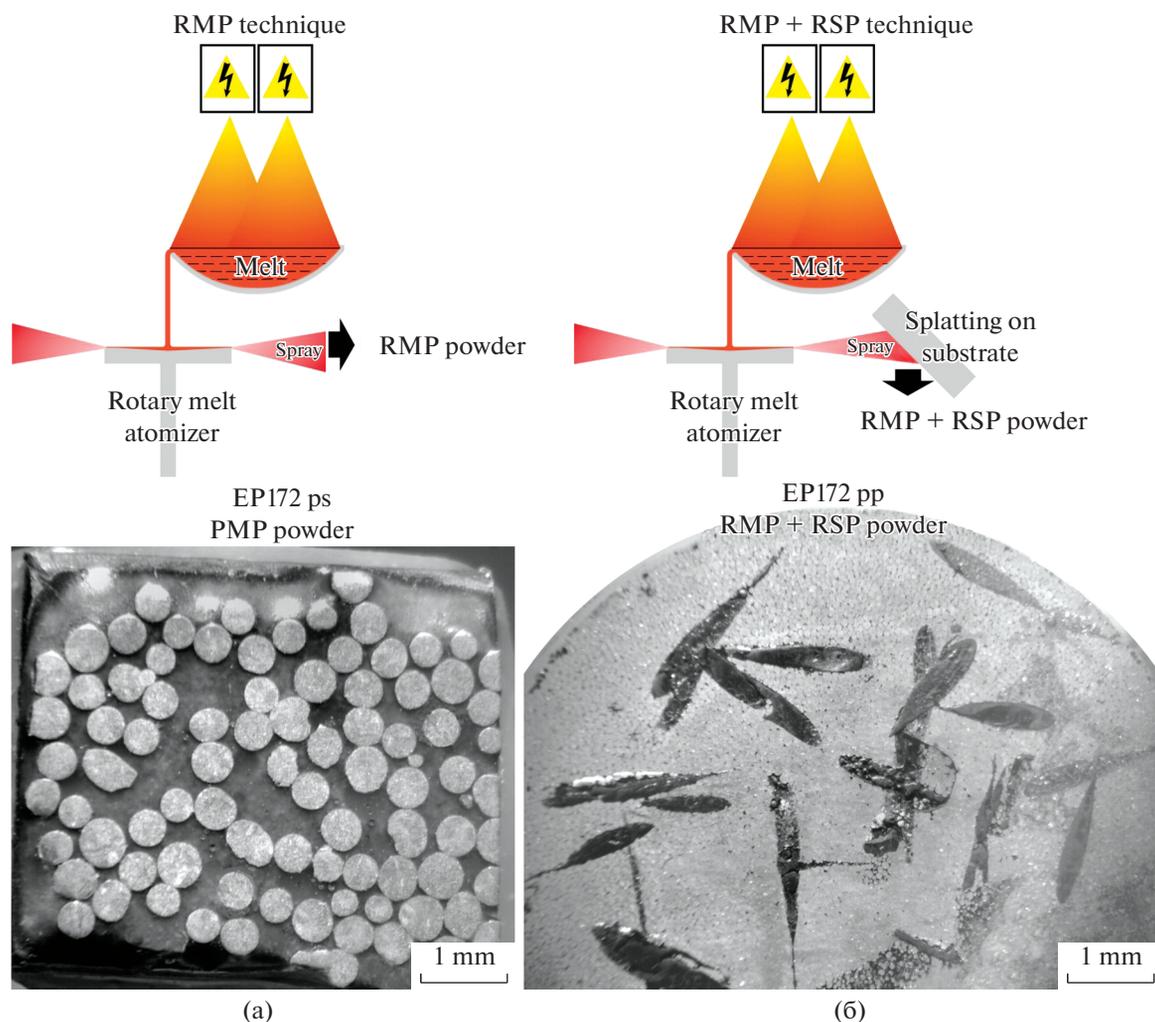
плава) при котором производится предварительное плавление металла достаточно большого объема.

Полученный расплав с заданной величиной перегрева подается в зону распыления – на вращающийся с высокой скоростью разливочный диск – тарель или чашу. Дисперсные капли расплава преимущественно сферической формы (ps – predominantly spherical – рис. 6а) кристаллизуются в атмосфере инертного газа по аналогии с PREP методом.

Таким образом, RMP метод центробежного распыления позволяет обеспечить гомогенизацию расплава перед распылением, устранить наследственную неоднородность и уменьшить вероятность образования аномальных гранул, что было подтверждено при автордиографическом исследовании быстрозакаленных RMP порошков сталей EP168 и EP172.

На рис. 6б приведена схема варианта метода центробежного распыления расплава RMP + RSP (Rotating Melt Process + Rapid Solidification Process – центробежное распыление расплава с принудительным высокоскоростным охлаждением (splating) микрослитков расплава на экране-отражателе (substrate). В отечественной металлургии этот метод соответствует РИБЗ-технологии (распыление и быстрая закалка расплава).

Данный метод обеспечивает формирование тонких (10–50 мкм) частиц плоской формы (pp – plate particle – рис. 6б), в результате соударения распыленных центробежным способом капель расплава (spray) с охлаждаемым металлическим экраном, установленным под углом 15–45° к направлению полета капель расплава, скорость охлаждения достигает  $10^5$ – $10^7$  К/с.



**Рис. 6.** Схема RMP метода получения быстрозакаленных сферических порошков (ps – а) и схема RMP + RSP метода получения быстрозакаленных порошков пластинчатой формы (pp – б), макроструктура быстрозакаленных RMP – (ps – а) и RMP+RSP – (pp – б) порошков аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172.

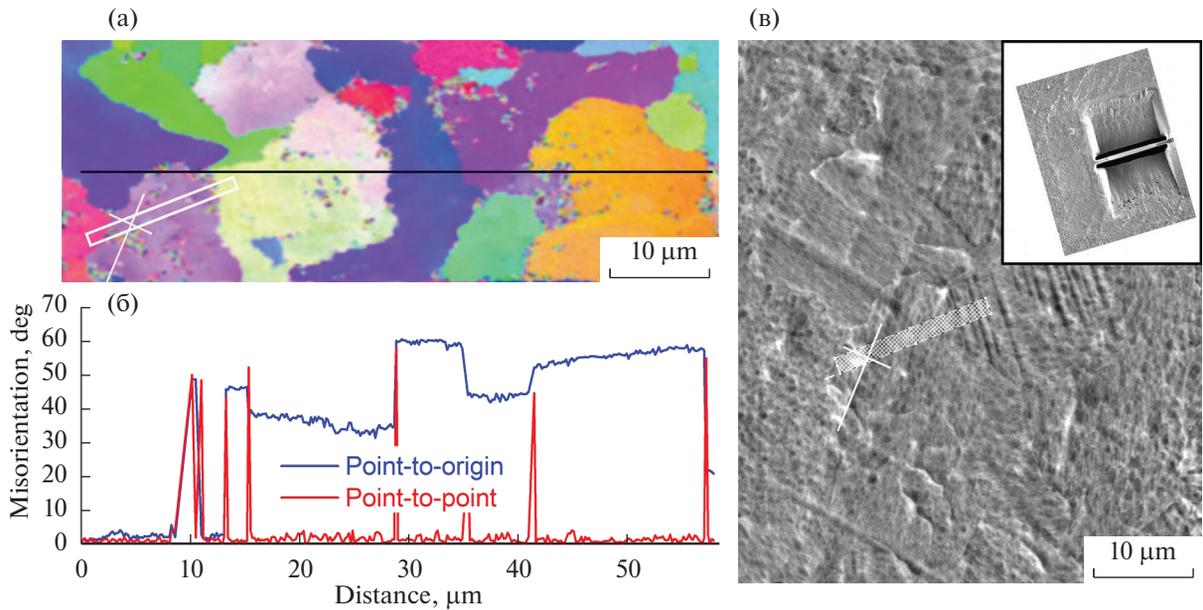
Таким образом, метод центробежного распыления слитка-электрода (PREP) приводит к высокой степени вероятности образования аномальных гранул в стали EP168. В связи с этим сравнительное исследование быстрозакаленных порошков, полученных RMP методом – распыление центробежным способом предварительно расплавленной стали позволило установить уменьшение различия содержания углерода и бора в гранулах исследованных сталей.

Пластинчатые частицы быстрозакаленных RMP + RSP порошков обеих сталей имеют более дисперсную структуру по сравнению со сферическими частицами, полученными PREP и RMP методами. Более типичным для пластинчатых частиц является мелкозернистая структура (рис. 7, 8). Метод ОИМ позволил выявить кристалличе-

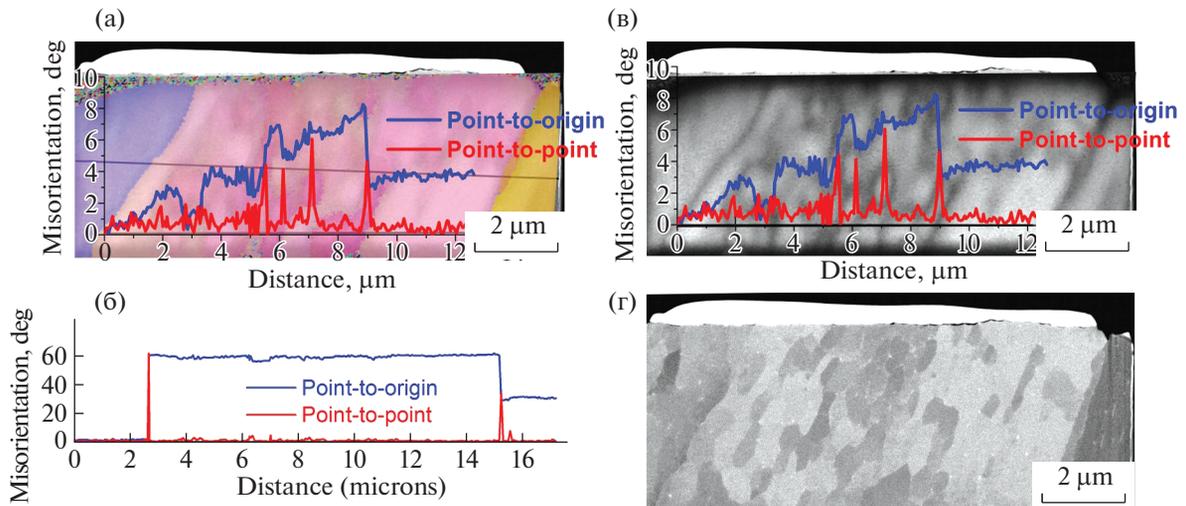
скую структуру этих частиц, определить размер зерен, субзерен и разориентировку от точки к точке, как параметр кристаллической структуры. Увеличение степени разориентировки от точки к точке в кристалле соответствует повышению искажений кристалла (рис. 7, 8).

Метод FIB-ламели позволил выявить субструктуру в поперечном сечении пластинчатой частицы порошка (рис. 8). Субструктура в IPF- и IQ-картах соответствует высокодисперсной структуре, декорированной карбоборидными выделениями.

Исследование параметра решетки твердого раствора аустенита, позволило установить, что параметр решетки аустенита выше у пластинчатых частиц (pp), полученных методом RMP + RSP, чем у частиц сферической формы (ps), полученных



**Рис. 7** Изображения ориентационной микроскопии пластинчатой частицы (pp) быстрозакаленного RMP + RSP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172: IPF – микрофотография (а); профиль разориентации от точки к точке в пластинчатой частице (б); SEM с фрагментом участка FIB-ламели, вырезанной из pp – частицы аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172 (в, см. рис. 8).



**Рис. 8.** Особенности микроструктуры пластинчатой частицы (pp) быстрозакаленного RMP+RSP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172; метод вырезания FIB-ламели использовался для изучения микроструктуры поперечного сечения пластинчатой частицы. Изображения ориентационной микроскопии ламели аустенитной коррозионно-стойкой стали EP 172: IPF – микрофотография с профилем разориентации в красном зерне (а); Профиль разориентации от точки к точке в ламели пластинчатой частицы (б); IQ + профиль разориентации (в); SEM в режиме Z-контраста ламели пластинчатой частицы аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172 (г).

PREP методом, что, очевидно, обусловлено более высокой скоростью охлаждения при получении более тонких частиц пластинчатой формы, при расплывании микро капель (splating) по сравнению со сферическими частицами (табл. 2).

Сталь EP172, легированная Nb и Mo имеет более высокий параметр решетки аустенита по сравнению со сталью EP168, несмотря на более высокое содержание углерода и бора в стали EP168. Полученный результат согласуется с ре-

**Таблица 2.** Период решетки твердого раствора аустенита быстрозакаленных порошков сферической (ps – PREP) и пластинчатой формы (pp – RMP + RSP)

Материал	$a$ , $10^{-1}$ нм (ps – PREP)	$a$ , $10^{-1}$ нм (pp – RMP+RSP)
EP172	3.5941	3.5963
EP168	3.5861	3.5879

зультатами исследования микроструктуры (рис. 2, 3), свидетельствующими о выделении фаз внедрения в быстрозакаленном PREP порошке стали EP168.

Содержание Сг в стали EP172 имеет пониженное значение по сравнению с EP168, поэтому не может привести к возрастанию периода решетки аустенита, а содержание Ni практически одинаково.

### 3.2. Полуфабрикаты труб – оболочек твэлов: ПМ ГИП компакты и традиционные горячекованные прутки исследованных аустенитных коррозионно-стойких сталей

На рис. 9 представлена автораддиограмма по углероду и соответствующие профили концентрации углерода вдоль поперечного сечения образца ПМ ГИП компакта аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, по трем отмеченным линиям (1–3). Аномальные гранулы, обозначенные стрелками, характеризуются значительно отличающейся концентрацией углерода по сравнению со средней концентрацией углерода в гранулах в ПМ ГИП компакте. Красная и синяя стрелки указывают на аномальные гранулы, значительно обогащенные углеродом, а белая стрелка указы-

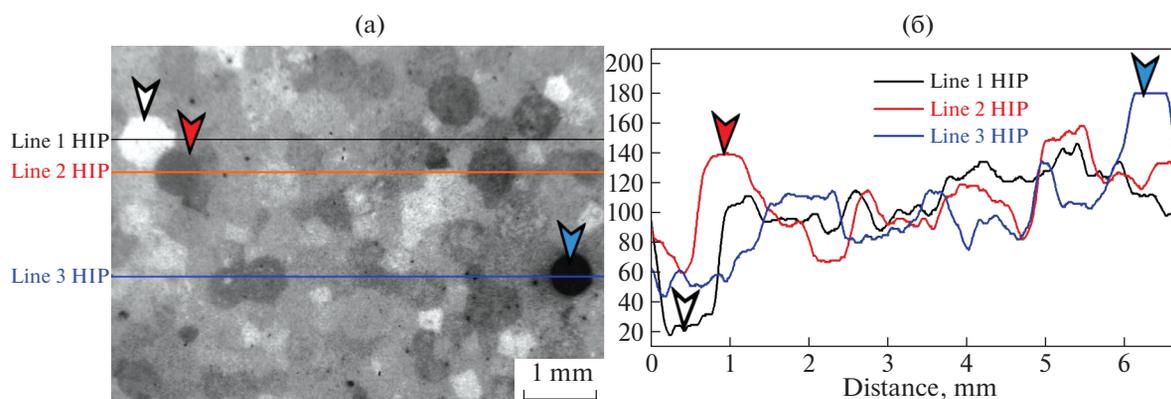
вает на частицу со значительно более низкой концентрацией углерода.

Многоуровневое исследование с применением суперпозиции активационных автораддиограмм по углероду, трековых автораддиограмм по бору с микроструктурой (LM и SEM) позволило выявить обогащение аномальных гранул углеродом и бором, а также детали их распределения. На рис. 10 показана микроструктура (SEM) и трековая автораддиограмма по бору в областях аномальных гранул (показаны белой и красной стрелкой на рис. 9 в ПМ ГИП компакте аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168).

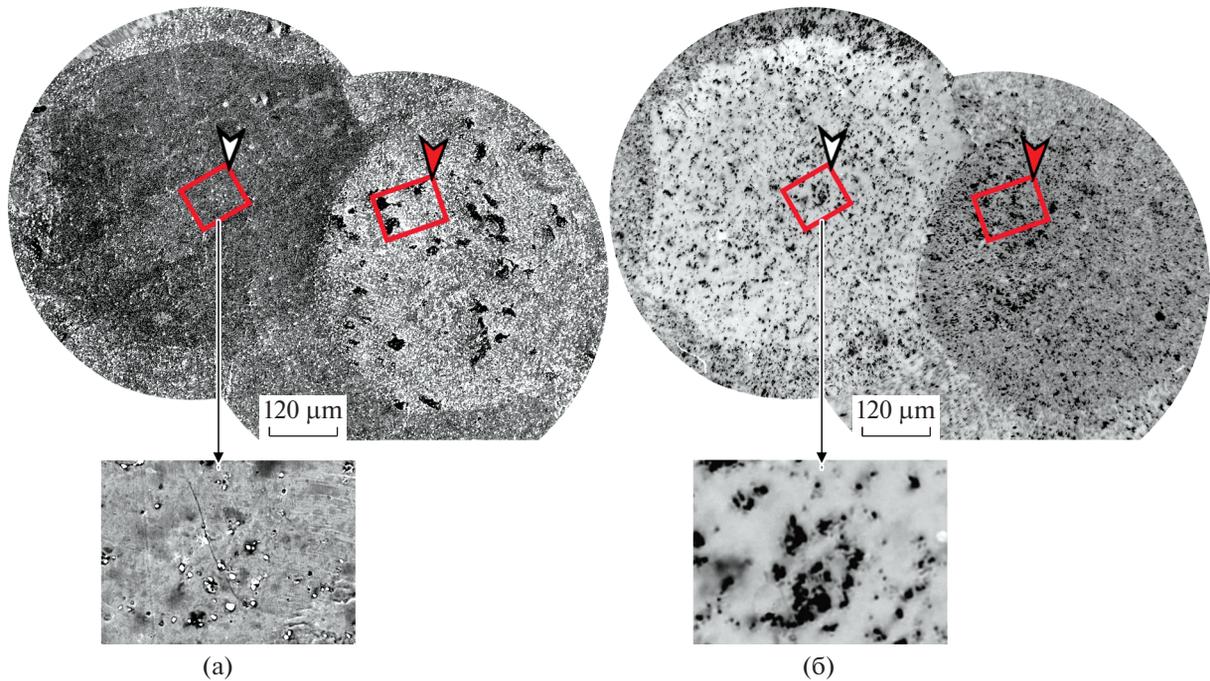
Многоуровневый переход от изучения макро-структуры к изучению микро (рис. 10) и наноструктуры ROI (Region of Interest) применялся для изучения природы упомянутой выше аномально высокой концентрации углерода и бора в аномальных гранулах.

В работе установлено высокое пространственное разрешение трековых автораддиограмм по бору, на уровне микрметра (рис. 10) [6, 19]. В указанных областях ROI (рис. 10) с использованием трековой автораддиограммы выявлены отдельные частицы дисперсной борокарбидной фазы с высокой концентрацией бора. Более высокая концентрация углерода и бора в аномальных гранулах в ПМ ГИП компакте аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, полученной с использованием быстрозакаленного PREP порошка, подтверждена результатами EDX анализа дисперсных выделений борокарбидной фазы.

Следует отметить, что в аномальной грануле, указанной красной стрелкой на рис. 9, обнаружено образование микропористости (рис. 10) вследствие протекания интенсивной диффузии легирующих элементов между аномальной гранулой и



**Рис. 9.** Активационная автораддиограмма распределения углерода (а) и соответствующие профили концентрации углерода (б) в поперечном сечении по трем отмеченным линиям (1–3) ПМ ГИП компакта из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168. Стрелки указывают на аномальные гранулы.



**Рис. 10.** Микроструктура (SEM) (а) и трековая автордиограмма распределения бора (б) в области аномальных гранул (обозначены белой и красной стрелками на рис. 9) ПМ ГИП компакта аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168. Стрелки показывают ROI в аномальных частицах (гранулах). Увеличенные фрагменты (ROI) для SEM и ТА показаны внизу.

окружающим материалом при проведении технологической операции ПМ ГИП [20].

Результаты автордиографического исследования полуфабрикатов – ПМ ГИП компактов (рис. 9, 10) аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168 с повышенным содержанием углерода и бора по сравнению с исходными гранулами (рис. 2, 3) наглядно иллюстрируют влияние термического воздействия ГИП на особенности распределения углерода и бора.

Следует отметить, что более интенсивное образование аномальных гранул с совместным изменением содержания углерода и бора обнаружено в исходном компакте ПМ ГИП из этой стали.

Эта особенность в основном характеризует PREP-технологию получения быстрозакаленных порошков коррозионно-стойких сталей и жаропрочных сплавов на основе никеля с повышенным содержанием углерода и бора за счет наследственной неоднородности состава вращающегося электрода в процессе распыления.

Эффект наследования дендритной ликвации углерода и бора в горячекованном прутке из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168 в виде волокнистой (полосчатой) неоднородности, за счет волокнистого распределения грубых выде-

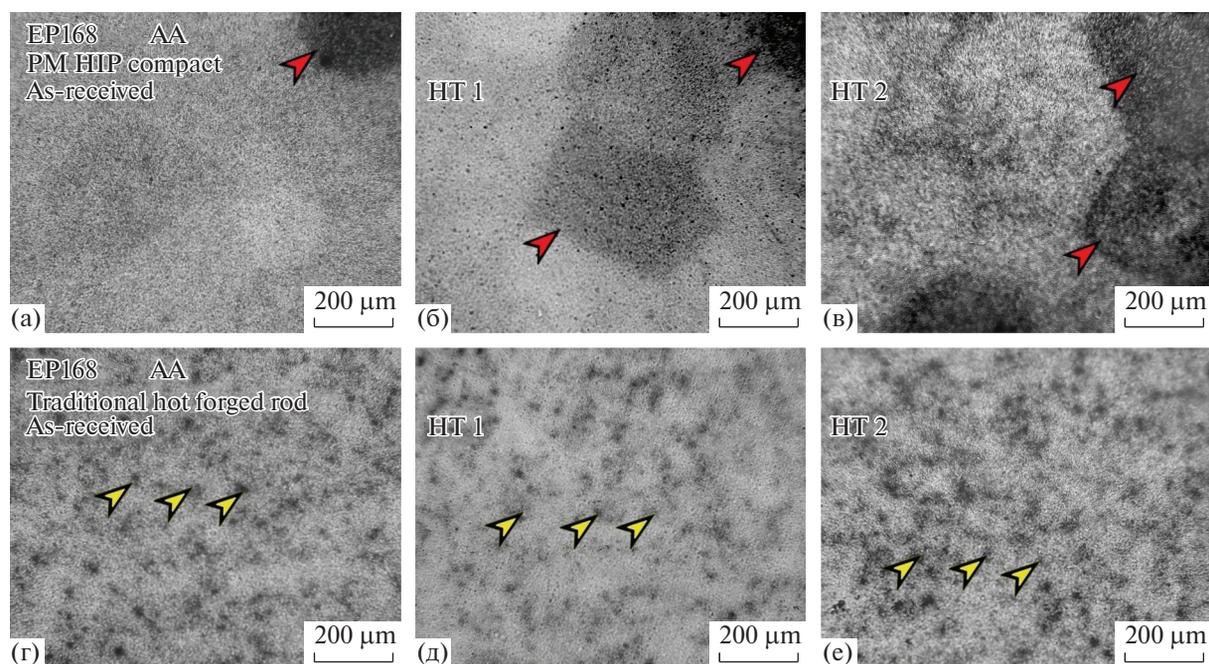
лений частиц фаз внедрения, является более существенным по сравнению с аустенитной коррозионно-стойкой сталью EP172.

Методами активационной автордиографии по углероду и трековой автордиографии по бору в работе установлено существенное влияние термической обработки на поведение углерода и бора в полуфабрикатах исследованных аустенитных сталей, полученных по ПМ ГИП и традиционной технологии (рис. 11–14).

В полуфабрикатах труб – оболочек твэлов из аустенитных коррозионно-стойких сталей EP172 и EP168, изготовленных методом ПМ ГИП и по традиционной технологии отчетливо выявляется увеличение неоднородности распределения углерода и бора после термической обработки при 700°C в течение 1000 ч (рис. 11–14) в результате укрупнения карбоборидных частиц и обеднения твердого раствора.

Результаты металлографических и автордиографических исследований свидетельствуют о доминирующем влиянии увеличения размера частиц упрочняющих фаз внедрения в результате термической обработки, в частности по режиму НТ 2.

Необходимо отметить, что автордиограммы распределения углерода и бора (рис. 11–14) де-



**Рис. 11.** Активационные автордиограммы по углероду полуфабрикатов оболочечных труб из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, изготовленных по технологии ПМ ГИП (ПМ ГИП компакт – а–в) и по традиционной технологии (горячекованный пруток – г–е) в состоянии поставки (а, г) и после термической обработки при 600 (HT 1 – б, д) и 700°C (HT 2 – в, е) в течение 1400 и 1000 ч, соответственно; красные стрелки указывают аномальные гранулы, желтые стрелки указывают частицы карбидной фазы.

монстрируют сохранение более высокой степени однородности пространственного распределения углерода и бора в полуфабрикатах труб – оболочек твэлов, изготовленных методом порошковой металлургии, после термообработки, как и в исходном состоянии по сравнению с полуфабрикатами оболочечных труб, изготовленных по традиционной технологии

Полосчатость по углероду и бору отчетливо наблюдается в полуфабрикатах труб – оболочек, изготовленных по традиционной технологии в исходном состоянии и после термообработки.

В исходных образцах полуфабриката ПМ ГИП компакта из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172 также обнаружены такие особенности распределения углерода и бора как сегрегация бора на отдельных первичных границах частиц (prior particle boundaries – PPB) и аномальные гранулы с различным содержанием углерода.

Повышение однородности распределения углерода и бора после термической обработки при 600°C в течение 1400 ч установлено вследствие снижения контраста изображения на активационных автордиограммах (рис. 11, 13) и увеличения плотности отдельных треков на трековых автордиограммах (рис. 12, 14).

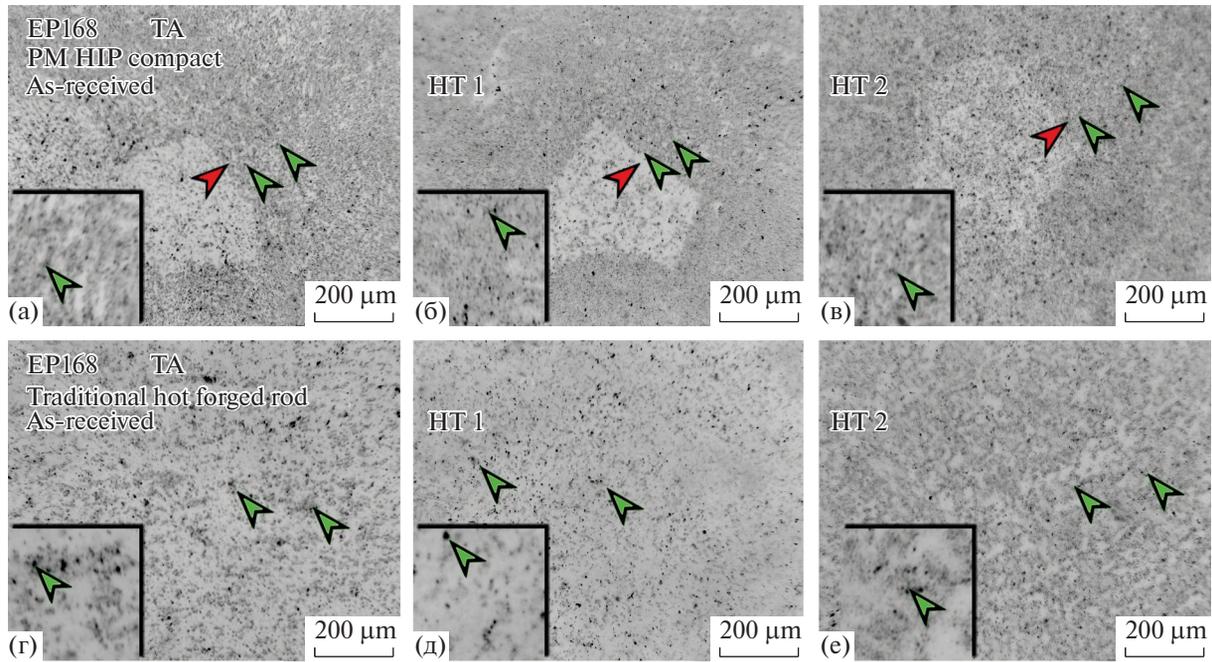
Отмеченные результаты соответствуют увеличению дисперсности выделений частиц фаз внедре-

ния с углеродом и бором, повышению концентрации твердого раствора в полуфабрикатах из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, полученных традиционным способом, а также методом ПМ ГИП.

В образце традиционного полуфабриката, в частности, выявлена диффузная полосчатость углерода и бора, тогда как в образце ПМ ГИП компакт практически отсутствует PPB сегрегация бора и углерода.

Этот эффект также подтверждается более высокой наведенной  $\beta$ -активностью, измеренной высокочувствительным  $\beta$ -радиометром при активационной автордиографии образцов после термической обработки при 600°C в течение 1400 ч по сравнению с исходным состоянием.

В результате сравнительного исследования структурно-фазового состояния, распределения углерода и бора в полуфабрикатах труб – оболочек твэлов в виде ПМ ГИП компактов исследованных аустенитных коррозионно-стойких сталей установлено, что ПМ ГИП компакт из стали EP168 характеризуется устойчивостью наличия аномальных гранул с высоким содержанием углерода и бора в большей степени, чем ПМ ГИП компакт из стали EP172 (рис. 11–14) как в исходном состоянии так и после термообработки. Традиционный полуфабрикат – горячекованный



**Рис. 12.** Трековые авторадииограммы по бору полуфабрикатов оболочечных труб из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, изготовленных по технологии ПМ ГИП (ПМ ГИП компакт – а–в) и по традиционной технологии (горячекованный пруток – г–е) в состоянии поставки (а, г) и после термической обработки при 600 (HT 1 – б, д) и 700°C (HT 2 – в, е) в течение 1400 и 1000 ч, соответственно. Вставки представляют собой типичные увеличенные фрагменты (x3); красные стрелки указывают аномальные гранулы, зеленые стрелки указывают частицы боридной фазы.

пруток характеризуется устойчивостью карбидной полосчатости, сохраняющейся даже при термической обработке при 700°C в течение 1000 ч.

*3.3. Изделия – трубы – оболочки твэлов из исследованных аустенитных коррозионно-стойких сталей, полученные по ПМ ГИП технологии и традиционным методом*

На рис. 15 представлены активационные авторадииограммы распределения углерода в исходных трубах – оболочках твэлов из аустенитной коррозионно-стойких сталей EP168 и EP172, изготовленных по ПМ ГИП и традиционной технологии, которые выявляют существенно более однородное распределение углерода в трубах – оболочках твэлов, изготовленных по ПМ ГИП технологии.

Наряду с этим результатом обнаружена существенно более высокая неоднородность распределения углерода в исходных трубах – оболочках твэлов из аустенитной коррозионно-стойких сталей EP168, с существенно более высоким содержанием углерода и бора.

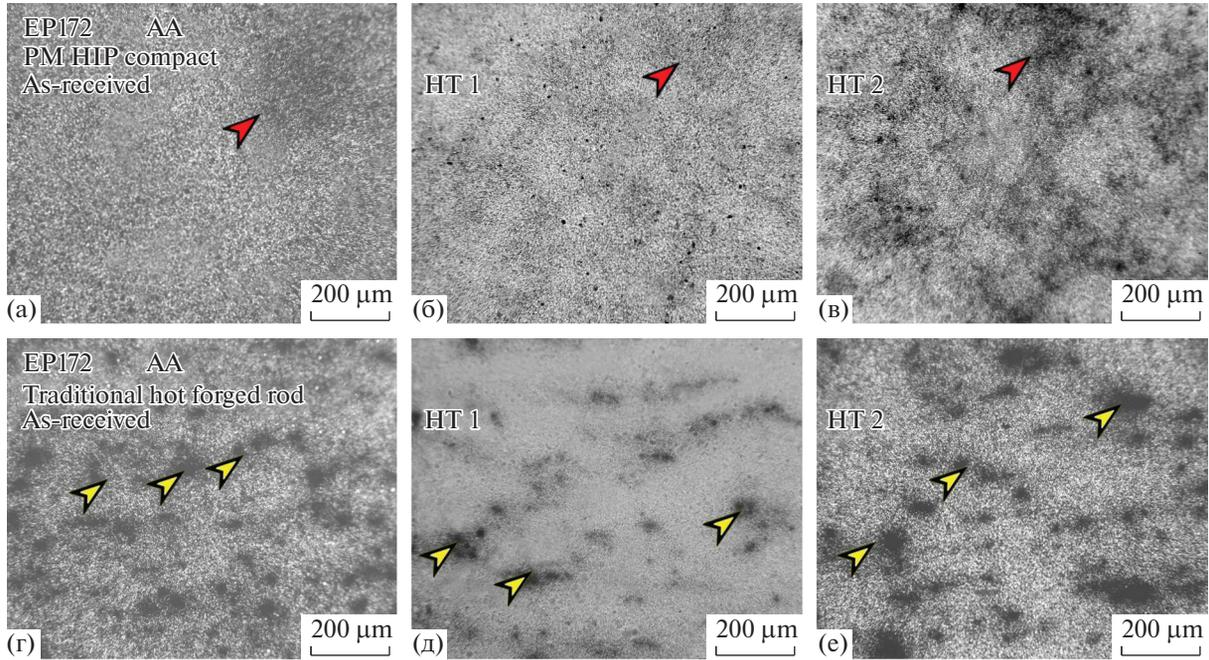
Для стали EP168 характерно наличие аномальных гранул в трубе – оболочке твэла, полученной по ПМ ГИП технологии и ярко выраженная карбидная полосчатость в трубе – оболочке твэла, полученной по традиционной технологии.

Авторадииограммы исходных труб – оболочек твэлов стали EP172 отличаются отсутствием аномальных гранул в трубе – оболочке твэла, полученной по ПМ ГИП технологии и менее выраженная карбидной полосчатостью в традиционной трубе – оболочке твэла (рис. 15).

На рис. 16 представлены гистограммы усредненных значений предела прочности, предела текучести и полного удлинения образцов труб-оболочек твэлов из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленных по ПМ ГИП технологии с использованием быстрозакаленного PREP порошка и по традиционной технологии в исходном состоянии и после термической обработки при 600 (HT 1) и 700°C (HT 2) в течение 1400 и 1000 ч, соответственно.

Основным результатом механических испытаний кольцевых образцов, вырезанных из труб – оболочек твэлова является сохранение преимуществ механических свойств труб – оболочек из аустенитной стали EP172, полученных по ГИП ПМ технологии в исходном состоянии и после термической обработки при температуре 600°C в течение 1400 ч по сравнению с оболочечной трубой из той же аустенитной стали, изготовленной по традиционной технологии.

На рис. 17 представлена микроструктура труб – оболочек твэлов из аустенитной коррозионно-



**Рис. 13.** Активационные автордиограммы по углероду олуфабрикатов оболочечных труб из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленных по технологии ПМ ГИП (ПМ ГИП компакт – а–в) и по традиционной технологии (горячекованный пруток – г–е) в состоянии поставки (а, г) и после термической обработки при 600 (HT 1 – б, д) и 700°C (HT 2 – в, е) в течение 1400 и 1000 ч, соответственно; красные стрелки указывают аномальные гранулы, желтые стрелки указывают частицы карбидной фазы.

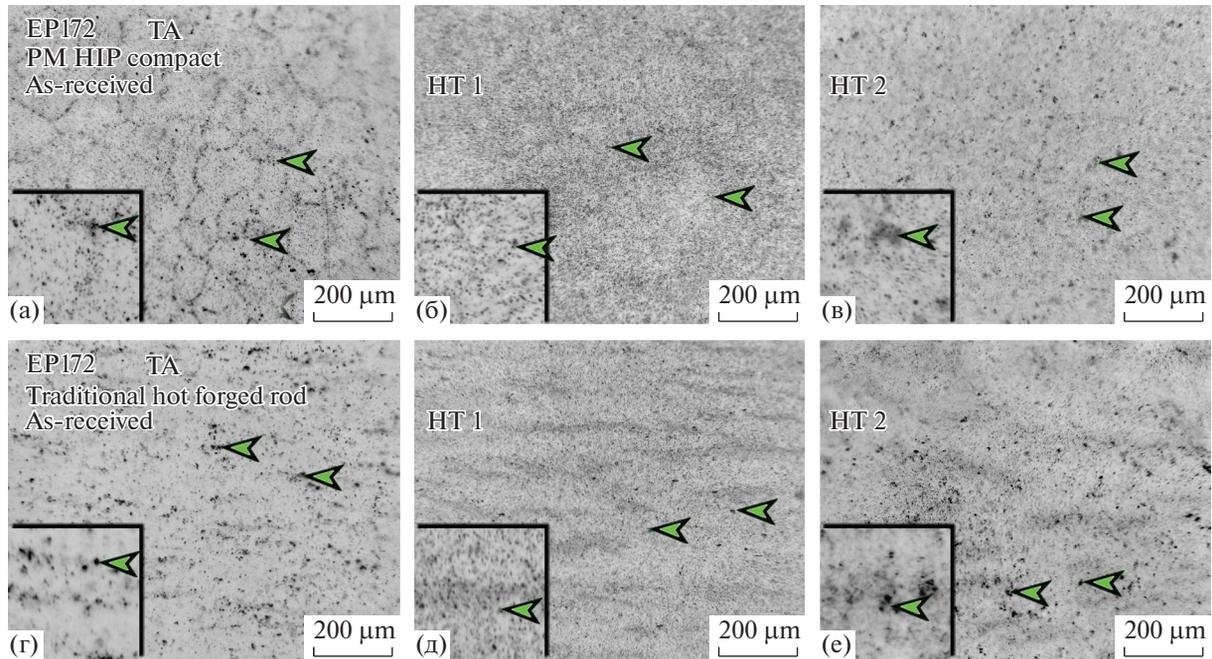
стойкой стали EP172, изготовленных по технологии ГИП ПМ и традиционным методом в исходном состоянии поставки и после термической обработки при 600 (HT 1) и 700°C (HT 2) в течение 1400 и 1000 ч, соответственно.

Труба – оболочка твэла из стали EP172, изготовленная по технологии ГИП ПМ, характеризу-

ется однородным распределением мелких карбидных частиц в исходном состоянии и после термической обработки при 600°C в течение 1400 ч и некоторым укрупнением выделений после термической обработки при 700°C в течение 1000 ч, тогда как в трубе – оболочке твэла, изготовленной традиционным способом, обнаружены полосы – цепочки с крупными карбидными частица-

**Таблица 3.** Результаты EDX анализа состава выделений фаз внедрения в трубах – оболочках твэлов из аустенитной стали EP172, полученных по ПМ ГИП технологии и по традиционной технологии в исходном состоянии и после термической обработки

Исходный EP172P, карбидная фаза – желтым, боридная – зеленым	Исходный EP172T, карбидная фаза – желтым, боридная – зеленым
Точка 1 (Nb <sub>0.19</sub> Mo <sub>0.02</sub> Fe <sub>0.50</sub> Ni <sub>0.14</sub> Cr <sub>0.08</sub> )C Точка 2 (Nb <sub>0.48</sub> Mo <sub>0.02</sub> Fe <sub>0.28</sub> Ni <sub>0.06</sub> Cr <sub>0.04</sub> )C	Точка 1 (Nb <sub>0.82</sub> Mo <sub>0.07</sub> Fe <sub>0.04</sub> Ni <sub>0.03</sub> Cr <sub>0.02</sub> )C Точка 2 (Nb <sub>0.81</sub> Mo <sub>0.05</sub> Fe <sub>0.06</sub> Ni <sub>0.04</sub> Cr <sub>0.02</sub> )C Точка 3 (Nb <sub>0.76</sub> Mo <sub>0.05</sub> Fe <sub>0.07</sub> Ni <sub>0.07</sub> Cr <sub>0.03</sub> )C
Термическая обработка при 700 °C в течение 1000 ч	Термическая обработка при 700 °C в течение 1000 ч
Точка 1 (Nb <sub>0.64</sub> Mo <sub>0.02</sub> Fe <sub>0.17</sub> Ni <sub>0.07</sub> Cr <sub>0.06</sub> )C Точка 1 (Nb <sub>0.38</sub> Mo <sub>0.02</sub> Fe <sub>0.37</sub> Ni <sub>0.12</sub> Cr <sub>0.11</sub> )C Границы зерен (Mo <sub>0.20</sub> Nb <sub>0.02</sub> Fe <sub>0.47</sub> Ni <sub>0.10</sub> Cr <sub>0.15</sub> ) <sub>3</sub> (B,C) <sub>2</sub>	Точка 1 (Nb <sub>0.82</sub> Mo <sub>0.02</sub> Fe <sub>0.05</sub> Ni <sub>0.07</sub> Cr <sub>0.02</sub> )C Точка 2 (Nb <sub>0.84</sub> Mo <sub>0.02</sub> Fe <sub>0.05</sub> Ni <sub>0.04</sub> Cr <sub>0.03</sub> )C Точка 1 (Nb <sub>0.82</sub> Mo <sub>0.02</sub> Fe <sub>0.05</sub> Ni <sub>0.07</sub> Cr <sub>0.02</sub> )C Границы зерен (Mo <sub>0.17</sub> Nb <sub>0.03</sub> Fe <sub>0.47</sub> Ni <sub>0.13</sub> Cr <sub>0.15</sub> ) <sub>3</sub> (B,C) <sub>2</sub>



**Рис. 14.** Трековые авторадииграммы по бору полуфабрикатов оболочечных труб из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленных по технологии ПМ ГИП (ПМ ГИП компакт – а–в) и по традиционной технологии (горячекованный пруток – г–е) в состоянии поставки (а, г) и после термической обработки при 600 (HT 1 – б, е) и 700°C (HT 2 – в, е) в течение 1400 и 1000 ч, соответственно; вставки представляют собой типичные увеличенные фрагменты (x3); зеленые стрелки указывают частицы боридной фазы.

ми в исходном состоянии и после термической обработки при 600°C в течение 1400 ч и 700°C в течение 1000 ч.

Термическая обработка при 700°C в течение 1000 ч в основном приводит к деградации механических свойств стали EP172 практически до одного уровня механических свойств труб оболочек твэлов, изготовленных по ПМ ГИП- и традиционной технологии.

Результаты металлографических и авторадииграфических исследований хорошо согласуются со снижением прочностных свойств и увеличением общего удлинения образцов труб-оболочек из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленных обоими способами, после термической обработки при 700°C в течение 1000 ч и свидетельствуют о доминирующем влиянии размера частиц упрочняющих фаз внедрения на уровень механических свойств.

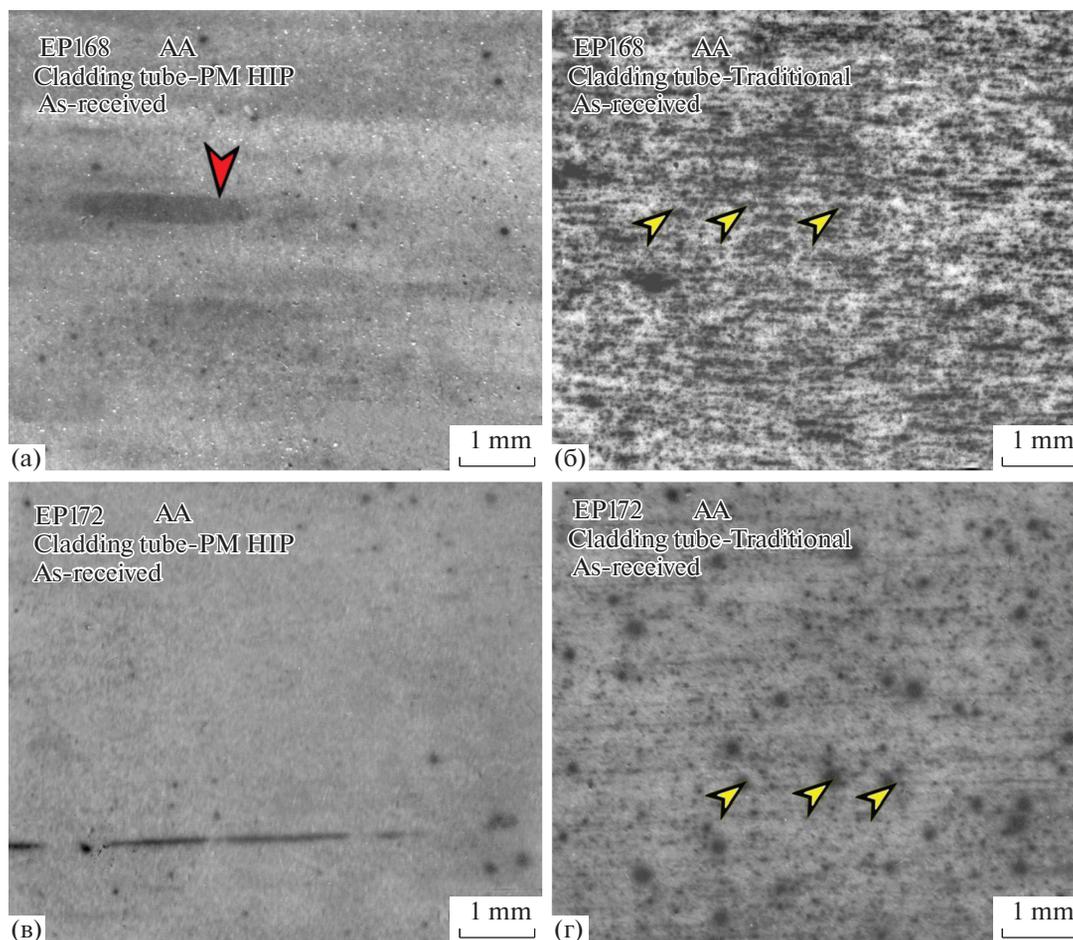
Основной причиной преимущества механических свойств исследуемых труб – оболочек твэлов из аустенитной стали EP172, полученной по ПМ ГИП технологии в исходном состоянии и после термической обработки по сравнению с традиционным аналогом является сохранение более высокой дисперсности и однородности рас-

пределения углерода и бора как легирующих элементов внедрения, образующих частицы карбидной и боридной фаз, упрочняющих сталь [16–23].

EDX анализ (рис. 18–20) выделений фаз внедрения в трубах – оболочках твэлов из аустенитной стали EP172, полученных по ПМ ГИП технологии и по традиционной технологии, позволил установить их состав, который приведен в табл. 3.

На рис. 18–20 отчетливо наблюдается большее количество и меньший размер частиц фазы внедрения в трубах – оболочках твэлов из стали EP172, полученных по ПМ ГИП технологии, чем в трубах – оболочках твэлов из стали EP172, изготовленных по традиционной технологии.

Типичная полосчатость карбидных частиц, обнаруженная в трубах – оболочках твэлов из стали EP172, изготовленных по традиционной технологии, показана на рис. 17–19. Размер карбидных частиц в указанных полосках практически не меняется в результате приведенной выше термической обработки. EDX-анализ выявил существенное снижение концентрации Mo в этих частицах карбидной фазы после термической обработки и одновременно выявил образование боридов, обогащенных Mo по границам зерен. В трубах – оболочках твэлов из стали EP172, полу-



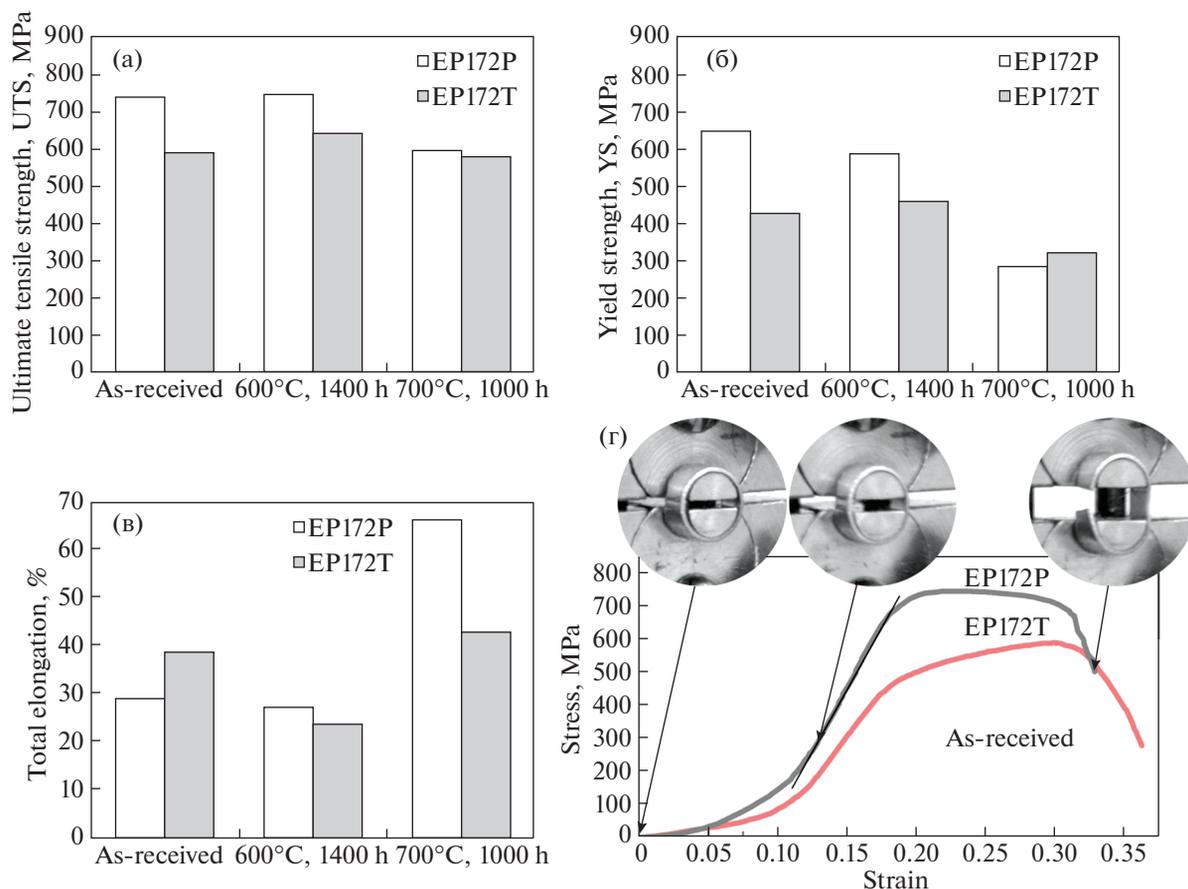
**Рис. 15.** Активационные автордиограммы распределения углерода в трубах – оболочках твэлов из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168 (а, б) и EP172 (в, г), изготовленных по ПМ ГИП (а, в) и традиционной технологии (б, г), соответственно; красная стрелка указывает аномальную гранулу, желтые стрелки указывают частицы карбидной фазы.

ченных по ПМ ГИП технологии, обнаружены более дисперсные и равномерно распределенные частицы карбидной фазы типа МС, также обогащенной Nb и Mo. При этом следует отметить, что после указанной термической обработки на границах зерен установлено образование выделений фазы внедрения, обогащенной Mo, V, C.

Таким образом, повышение прочностных свойств образцов труб – оболочек твэлов из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленных традиционным способом, после термической обработки при 600°C в течение 1400 ч коррелирует с повышением однородности распределения углерода и бора за счет повышения дисперсности частиц термодинамически прочной карбоборидной фазы типа (Nb, Mo)(C, B), определенной методом EDX [12], сопровождающегося увеличением концентрации углерода и бора в твердом растворе.

В результате сравнительного исследования структурно-фазового состояния, распределения углерода и бора в образцах труб – оболочек твэлов аустенитных коррозионно-стойких сталей, полученных по ПМ ГИП технологии и традиционным методом установлено, что ПМ ГИП труба из стали EP168 характеризуется устойчивостью наличия аномальных гранул с высоким содержанием углерода и бора в значительно большей степени, чем ПМ ГИП труба из стали EP172 (рис. 15, 17–20) как в исходном состоянии так и после термической обработки.

Трубная оболочка твэла, полученная по традиционной технологии, характеризуется устойчивым сохранением карбидной полосчатости с крупными выделениями термодинамически прочной карбидной фазы типа МС, выявленной даже при термической обработке при 700°C в течение 1000 ч.



**Рис. 16.** Гистограммы усредненных значений предела прочности при растяжении (а), предела текучести (б) и полного удлинения (в) образцов труб – оболочек твэлов из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленных по технологии ПМ ГИП (белые столбцы) и по традиционной технологии (серые столбцы) в исходном состоянии и после термической обработки при 600 (НТ 1) и 700°С (НТ 2) в течение 1400 и 1000 ч, соответственно; типичные кривые напряжение–деформация образцов труб–оболочек твэлов из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленных по ГИП- и традиционным технологиям – (г).

#### 4. ВЫВОДЫ

Основные выводы по результатам исследования определены следующим образом:

1. Быстрозакаленные PREP порошки аустенитных коррозионно-стойких сталей EP168 и EP172 характеризуются образованием дисперсной дендритной структуры. Аномальные частицы (гранулы) имеют повышенную концентрацию углерода и бора, что обеспечивает формирование в стали EP168 вырожденной эвтектики в виде фазы внедрения, обогащенной углеродом и бором в междендритных областях, а в стали EP172 установлено образование цепочек фаз внедрения, декорирующих дендритные оси.

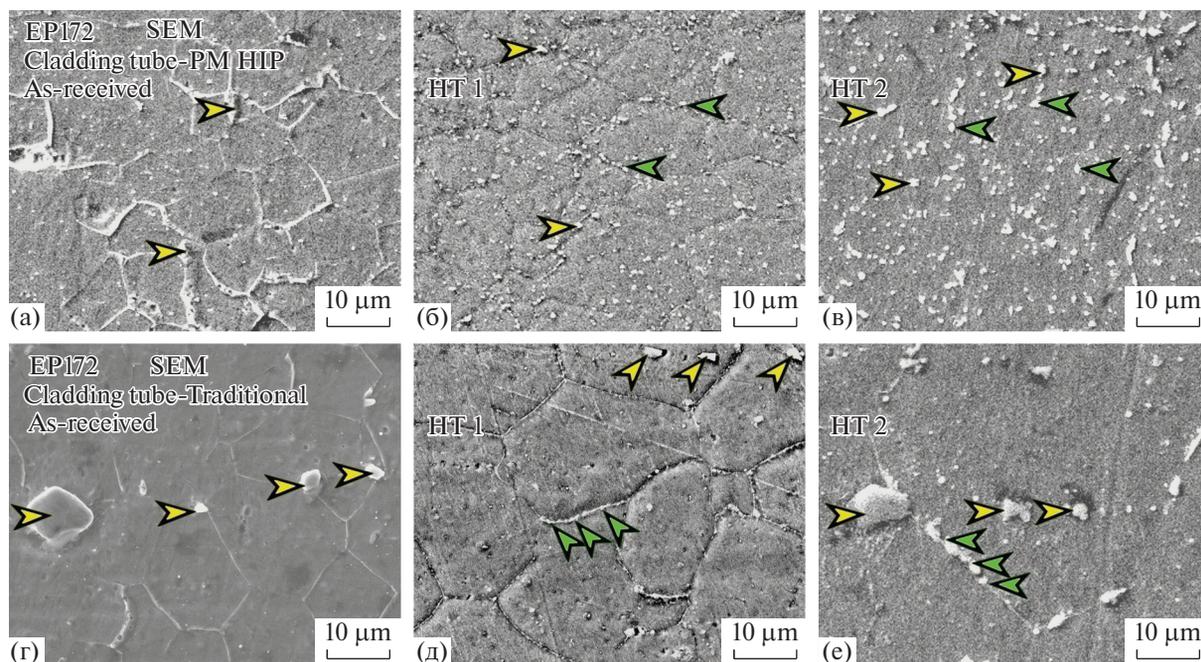
2. Установлено, что быстрозакаленный PREP порошок, ПМ ГИП компакт и горячекованный пруток, используемые в качестве полуфабрикатов при изготовлении трубы – оболочки твэла стали EP168 характеризуются устойчивостью наличия

аномальных частиц (гранул) с высоким содержанием углерода и бора в значительно большей степени, чем в стали EP172.

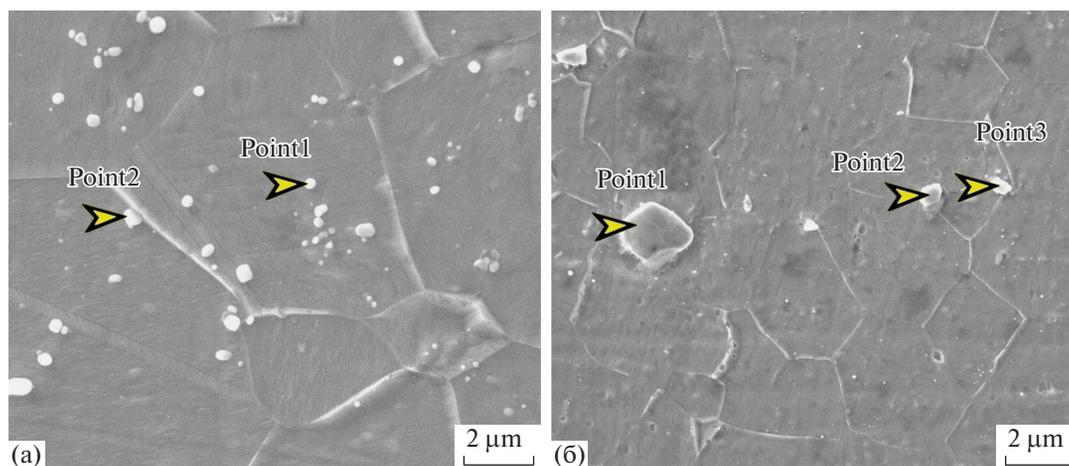
3. Методами автордиографии и EDX анализа установлено, что углерод и бор в вырожденной эвтектической фазе в аномальных гранулах стали EP168 образуют фазу внедрения, обогащенную Cr, C, B.

4. Углерод и бор, благодаря малому коэффициенту распределения, определяют степень развития дендритной сегрегации при кристаллизации аустенитных коррозионно-стойких сталей и, следовательно, интенсивность образования аномальных частиц (гранул) в быстрозакаленных PREP порошках.

5. По результатам механических испытаний кольцевых образцов труб – оболочек твэлов установлено, что трубы – оболочки твэлов из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленные по технологии ПМ ГИП с использованием



**Рис. 17.** Микроструктура (SEM) труб – оболочек твэлов из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленных по технологии ПМ ГИП (использование ПМ ГИП компакта – а–в) и по традиционной технологии (использование горячекованного прутка – г–е) в состоянии поставки (а, г) и после термической обработки при 600 (HT 1 – б, д) и 700°C (HT 2 – в, е) в течение 1400 и 1000 ч, соответственно; желтые стрелки указывают частицы карбидной фазы, зеленые – боридной фазы.



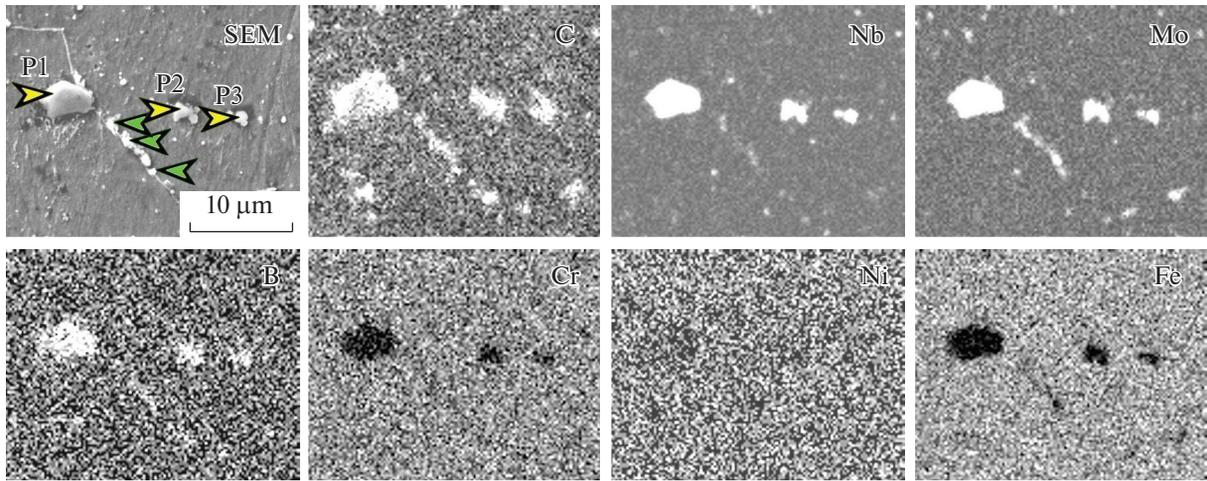
**Рис. 18.** Микроструктура (SEM) оболочечных труб из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленных по ПМ ГИП технологии (а) и по традиционной технологии (б) в состоянии поставки; желтые стрелки указывают частицы карбидной фазы, как точки EDX анализа.

быстрозакаленных PREP порошков, обладают более высокими значениями предела прочности при растяжении (UTS, YS) и достаточно высокой пластичностью по сравнению с аналогами, изготовленными по традиционной технологии.

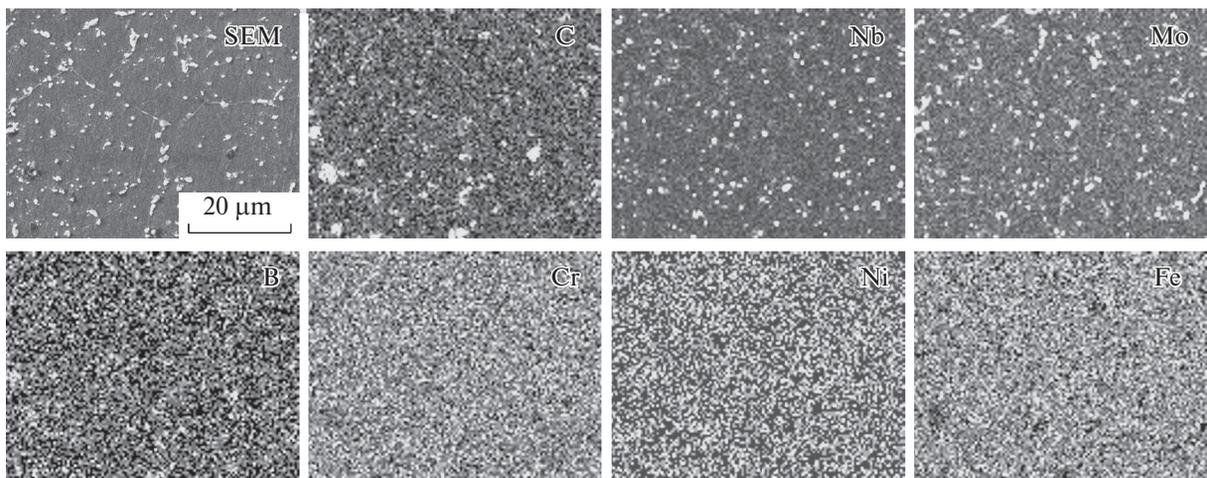
6. Прямые ядерно-физические методы активационной автордиографии по углероду и трековой автордиографии по бору в сочетании с EDX-

анализом исходных труб – оболочек твэлов из сталей EP172, EP168, изготовленных по традиционной технологии, позволили установить полосчатость углерода и бора с крупными частицами фазы внедрения типа  $(\text{Nb}, \text{Mo})(\text{C}, \text{B})$  в стали EP172 и типа  $\text{Cr}_3(\text{C}, \text{B})_2$  в стали EP168.

7. Результаты исследования ПМ ГИП компактов и труб – оболочек твэлов, полученных по ПМ ГИП



**Рис. 19.** Микроструктура (SEM) и EDX-карты распределения легирующих элементов в трубе – оболочке твэла из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленной по традиционной технологии, после термической обработки при 700°C в течение 1000 ч; желтые стрелки указывают частицы карбидной фазы, зеленые – боридной фазы.



**Рис. 20.** Микроструктура (SEM) и EDX-карты распределения легирующих элементов в трубе – оболочке твэла из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленной по ПМ ГИП технологии, после термической обработки при 700°C в течение 1000 ч.

технологии из сталей EP172, EP168 свидетельствуют о сохранении более высокой степени однородности по углероду и бору по сравнению со слитками, коваными прутками – полуфабрикатами и трубами оболочками твэлов из тех же сталей, изготовленными по традиционной технологии, в состоянии поставки, а также после термообработки при 600 и 700°C в течение 1400 и 1000 ч соответственно.

8. Оболочечная труба твэла из аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172, изготовленная по технологии ПМ ГИП с использованием быстрозакаленного PREP порошка после термиче-

ской обработки при 600°C в течение 1400 ч (НТ 1), сохраняет более высокий предел прочности при растяжении и достаточно высокую пластичность по сравнению с традиционной оболочечной трубой из той же стали.

9. Термическая обработка при 700°C в течение 1000 ч приводит к деградации механических свойств стали EP172 практически до одного уровня механических свойств труб – оболочек твэлов, изготовленных по ПМ ГИП- и традиционной технологии. Коагуляция карбидных выделений после термической обработки при 700 °C в течение 1000 ч определяет деградацию механических

свойств, установленную по результатам механических испытаний.

10. В трубах – оболочках твэлов исследованных аустенитных сталей, полученных по традиционной технологии, значительное количество упрочняющей фазы внедрения образует полосы с крупными частицами фазы типа МС, обогащенной углеродом и бором, которые наследуются от исходной ликвационной неоднородности структуры слитков и полуфабрикатов, и обладают высокой стабильностью при термообработке и горячей деформации. Вследствие крупных размеров упомянутые частицы не вносят заметный вклад в механизм дисперсионного упрочнения, что значительно снижает возможный эффект упрочнения по сравнению с ПМ ГИП сталью того же состава.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. Ильин А.А., Строганов Г.Б., Фаткуллин О.Х., Шульга А.В., Мартинов В.Н. Структура и свойства быстрозакаленных сплавов. 2008. Москва: Альтекс.
2. Zinkle S.J., Was G.S. // Acta Mater. 2013. V. 61 (3). P. 735–758. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.004>
3. Shulga A.V. // J. Nucl. Mater. 2013. V. 434 (1–3). P. 133–140. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2012.11.008>
4. Shulga A.V. // Proc. World Congress and Exhibition. 9–13 Oct. 2016. Hamburg, Germany. P. 1–6.
5. Shulga A.V. // J. Nucl. Mater. 2008. V. 373 (1–3). P. 44–52. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.04.050>
6. Yano Y. et al. // J. Nucl. Mater. 2017. V. 487. P. 229–237. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2017.02.021>
7. Irukuvarghula S. et al. // Acta Mater. 2019. V. 172. P. 6–17. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.10.018>
8. Irukuvarghula S. et al. // Acta Mater. 2017. V. 133. P. 269–281. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.04.068>
9. Shulga A.V. // Yad. Fiz. Inzhin. 2020. V. 11 (1). P. 32–42. <https://doi.org/10.1134/S2079562919050221> [Shulga A.V. // Phys. At. Nucl. 2020. V. 83 (9). P. 1339–1348. <https://doi.org/10.1134/S1063778820090264>].
10. Doñate-Buendia C. et al. // Acta Mater. 2021. V. 206. P. 116566. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116566>
11. Shulga A.V. // Eng. Failure Anal. 2015. V. 56. P. 512–519. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2014.11.019>
12. Schneibel J.H., et al. // Acta Mater. 2011. V. 59. P. 1300–1308. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.10.062>
13. Pimentel G., et al. // Rev. Metal. 2012. V. 48 (4). P. 303–316. <https://doi.org/10.3989/revmetalm.1165>
14. Shulga A.V. // Yad. Fiz. Inzhin. 2018. V. 9 (4). P. 346–356. <https://doi.org/10.1134/S2079562918040164> [Shulga A.V. // Phys. At. Nucl. 2019. V. 82 (9). P. 1263–1272. <https://doi.org/10.1134/S1063778819090084>].
15. Shulga A.V. // Yad. Fiz. Inzhin. 2022. V. 13 (3). P. 222–239. <https://doi.org/10.56304/S2079562922010390> [Shulga A.V. // Phys. At. Nucl. 2021. V. 84 (11). P. 1801–1816. <https://doi.org/10.1134/S1063778821090325>].
16. Da Rosa G., et al. // Acta Mater. 2019. V. 182. P. 226–234. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.10.029>
17. Wang X.G., Wang L., Huang M.X. // Acta Mater. 2017. V. 124. P. 17–29. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.10.069>
18. Schwa R., Ruff V. // Acta Mater. 2013. V. 61. P. 1798–1808.
19. Mola J., et al. // Acta Mater. 2021. V. 212. P. 116888. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.116888>
20. Li T. et al. // Acta Mater. 2021. V. 221. P. 117433. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117433>
21. Takahashi J., et al. // Acta Mater. 2017. V. 133. P. 41–54. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.05.02>
22. Cautaerts N., et al. // Acta Mater. 2019. V. 164. P. 90–98. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.10.018>
23. Caillard D. // Acta Mater. 2016. V. 112. P. 273–284. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.04.018>

## The Nature of Anomalous Particles (Granules) in the Rapidly Quenched PREP Powders – IV. A Multiscale Study of The Structure Evolution of the PM HIP Stainless Steels under Heat Treatment and Hot Deformation

A. V. Shulga\*

National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, 115409 Russia

\*e-mail: avshulga@mephi.ru

Received August 3, 2022; revised August 3, 2022; accepted August 8, 2022

**Abstract**—The occurrence of anomalous particles (granules) with significantly different content of interstitial microalloying elements carbon and boron is an important feature of the homogeneity of the composition of rapidly quenched powders of stainless steels and Ni-based superalloys produced by the PREP method. A multi-scale experimental investigation of the evolution of the structure of the PM HIP stainless steels under heat treatment and hot deformation was performed. Direct nuclear methods of activation autoradiography on

carbon, track autoradiography on boron, metallography, SEM, EDX, and OIM were used to reveal the evolution of the microstructure of the PM HIP stainless steels. A significant effect of heat treatment and hot deformation on the behavior of carbon and boron in PM HIP stainless steels has been revealed. A significant effect of the microstructure evolution and the behavior of carbon and boron on the mechanical properties of PM HIP stainless steels in comparison with their traditional counterparts has been discovered and discussed.

*Keywords:* stainless steels, rapidly quenched powder, PREP-technique, PM HIP and traditional cladding tubes, heat treatment, hot deformation, autoradiography, carbon, boron, microstructure, mechanical properties