

УДК 669.017:536.421

## ОСОБЕННОСТИ ПОВЕДЕНИЯ БОРА ПРИ ДИНАМИЧЕСКОМ ДЕФОРМАЦИОННОМ СТАРЕНИИ В ЖАРОПРОЧНОМ НИКЕЛЕВОМ СУПЕРСПЛАВЕ, ПОЛУЧЕННОМ ПО РМ HIP ТЕХНОЛОГИИ – I. ИСПЫТАНИЕ НА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЕ РАСТЯЖЕНИЕ

© 2025 г. А. В. Шульга\*

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

\*E-mail: avshulga@mephi.ru

Поступила в редакцию 20.07.2025 г.

После доработки 20.07.2025 г.

Принята к публикации 28.07.2025 г.

Представлены результаты комплексного многомасштабного исследования структуры и распределения бора в зоне разрушения жаропрочного никелевого суперсплава EP741NP, полученного по РМ HIP технологии с использованием быстрозакаленного PREP порошка, после высокотемпературного испытания на растяжение. Прямым ядерно-физическим методом трековой автордиографии в сочетании с металлографическим (LM), (SEM), (EDX) и ОИМ методами проведено детальное изучение макро-, мезо-, микроструктуры и распределения бора в зоне разрушения. Выявлен эффект динамического деформационного старения (DSA) с участием бора на стадии разрушения, заключающийся в интенсивной миграции бора в зоне пластической деформации шейки с аномально высоким эффективным коэффициентом диффузии и образовании крупных аллотриоморфных выделений боридной фазы  $M_3B_2$  на мезо масштабной петле сдвига и мезо масштабных полосах сдвига типа полос Портевен-Ле Шателье (PLC) в короне петли, локализованных вокруг раскрывающейся мезо масштабной трещины в области локализованной деформации шейки. Выявленный эффект DSA с участием бора аналогичен эффекту DSA с участием углерода и образованием полос PLC, декорированных дисперсными карбидами в суперсплавах на основе никеля и аустенитных коррозионно-стойких сталях на стадии деформационного упрочнения.

**Ключевые слова:** жаропрочный никелевый сплав, РМ HIP технология, быстрозакаленный PREP порошок, испытания на растяжение, зона разрушения, микроструктура, бор, трековая автордиография, мезо масштабная трещина типа I, мезо масштабная петля сдвига и полосы сдвига PLC типа, эффект DSA

**DOI:** 10.56304/S2079562925060284

### 1. ВВЕДЕНИЕ

Жаропрочные сплавы на основе никеля являются перспективными материалами для изготовления компонентов ядерных реакторов [1] и аэрокосмических двигателей [2, 3].

Установлено существенное влияние передовой порошковой металлургии на структуру и свойства суперсплавов на основе никеля [1–3].

Передовая порошковая металлургия суперсплавов на основе никеля, включающая распыление (атомизацию) расплавленных суперсплавов для получения быстрозакаленных порошков и их консолидацию с использованием горячего изостатического прессования (HIP) [1–6] (Металлургия гранул – в отечественной металлургии), а также методы селективного сплавления быстрозакаленных порошков для технологий аддитивного производства (AM) [7–9], актуальна для производства сложных по форме ответственных

деталей для авиа-космических двигателей и ядерных реакторов.

Жаропрочные суперсплавы на основе никеля являются сложными сплавами, обычно содержащими более десяти легирующих элементов, включая микролегирующие элементами внедрения углерод и бор.

Углерод в суперсплавах на основе никеля, как и в аустенитных коррозионно-стойких сталях, является важным микролегирующим элементом внедрения.

Микролегирующие бором, который, как и углерод, является высокодиффузионным микролегирующим элементом, оказывает существенное влияние на высокотемпературные свойства никелевых суперсплавов [10–12]. Бор в составе никелевых суперсплавов, как и в аустенитных коррозионно-стойких сталях, являющихся перспективными для применения в ядерных реакторах

[13–15], имеет важное значение как микро легирующий элемент.

Динамическое деформационное старение (DSA) представляет собой явление, вызванное взаимодействием диффундирующих атомов растворенного вещества и подвижных дислокаций во время пластической деформации. DSA наблюдается в сплавах, упрочненных растворенным веществом (по механизму твердорастворного упрочнения), в определенных диапазонах температур и скоростей деформации на стадии деформационного упрочнения. DSA приводит к нестабильному пластическому течению (прерывистому пластическому течению) с образованием полос деформации, известных как эффект Поретвина–Ле Шателье и полосы PLC, соответственно [16–18]. Начало образования шейки во время испытания на растяжение согласно [19, 20] в значительной степени обусловлено DSA эффектом.

Гетерогенная пластическая деформация с ее локализацией при испытаниях на растяжение или мало- и многоцикловую усталость обычно сопровождается образованием полос макросдвига и полос PLC, состоящих из множества близко расположенных полос скольжения дислокаций [21–23].

Экспериментально подтверждено, что PLC полосы характеризуются высокой плотностью дислокаций [16], наличием сегрегации атомов растворенного вещества, таких как атмосферы (облака) Коттрелла [16, 24], и дисперсных выделений вторичных фаз вдоль полос скольжения, образующимися во время деформации [23].

Эффект упрочнения при DSA может быть достигнут за счет взаимодействия атомов растворенного вещества с дислокациями (сила сопротивления – drag force) [17, 25], а также за счет дисперсных выделений вдоль полос скольжения (сдвига), что классифицируют специально как эффект динамического выделения вторичных фаз (dynamic precipitation DP) [26, 27].

DSA играет важную роль в упрочнении и стойкости к усталостным трещинам суперсплавов на основе Ni и аустенитных сталей, содержащих микролегированные элементы внедрения – углерод [7, 28, 29] и бор [30]; которые характеризуются высокой диффузионной подвижностью. Локальный эффект упрочнения DSA в вершине трещины улучшает согласно работе [31] стойкость к усталостным трещинам. С другой стороны, согласно работе [32], неоднородная деформация, вызванная DSA, приводит к межзеренному разрушению в зоне распространения трещины.

Важно отметить, что суперсплавы на основе никеля, полученные с помощью современных методов порошковой металлургии, таких как PM HIP технология порошковой металлургии, а также AM технология, характеризуются уникальной микроструктурой с высокой плотностью распре-

деления мелкодисперсных вторичных фаз (карбидов и т.п.) за счет использования быстрозакаленного порошка, полученного при атомизации расплава, по сравнению с аналогами, полученными с помощью традиционной технологии выплавки массивных слитков и их последующей обработки давлением, термической, термомеханической обработки [5, 7].

В работе [7] по сравнительному изучению влияния технологии получения суперсплава Inconel 625 по традиционной технологии выплавки слитка и AM технологии с селективным сплавлением быстрозакаленного порошка, полученного атомизацией расплава, установлено наличие DSA при использовании традиционной технологии и отсутствие DSA при использовании AM технологии.

Влияние концентрации углерода и скорости деформации на динамическое деформационное старение DSA холоднокатаного сплава на основе Ni 690 (Alloy 690), изготовленного по традиционной технологии, изучено в работе [33]. Полученные результаты позволили авторам сделать вывод о том, что амплитуда напряжения зубца PLC на кривой деформации увеличилась из-за повышенной диффузионной подвижности углерода, что предполагает влияние концентрации углерода на DSA в традиционном суперсплаве на основе Ni 690. Таким образом, зубцы PLC в сплаве 690 при 360°C обусловлены углеродными атмосферами, образованными на дислокациях, т.е. эффектом DSA. В работе [34] высказано предположение, что основным механизмом исчезновения зубцов PLC при более высоких температурах и более низких скоростях деформации является реакция выделения карбидов. Это приводит к последующему истощению атмосфер и образованию мелкодисперсных карбидов вдоль дислокаций и исчезновению зубчатого течения.

Таким образом, рост карбидов и, в конечном итоге, эффект перестаривания (overaging effect) приводят к полному исчезновению эффекта деформационного старения DSA [34].

Следует отметить, что бор как и углерод является микролегированным элементом с высокой диффузионной способностью в широком спектре суперсплавов на основе никеля, и поэтому поведение бора вследствие динамического деформационного старения DSA в суперсплаве на основе никеля, изготовленном с помощью передовой порошковой металлургии PM HIP, имеет важное значение для оптимизации состава новых суперсплавов и передовых способов порошковой металлургии, а также для лучшего понимания материаловедения передовых материалов для компонентов аэрокосмических двигателей и ядерных реакторов. Следует также отметить, что экспериментальные результаты по поведению бора в суперсплавах на основе никеля, полученные с использо-

**Таблица 1.** Химический состав исследованного жаропрочного никелевого суперсплава EP741NP, полученного по PM HIP технологии с использованием быстрозакаленного PREP порошка

Material	Ni	Co	Al	Cr	Mo	Ti	W	Nb	C	Hf	B
EP741NP, (wt %)	56.235	15.6	5.1	8.6	3.9	1.8	5.7	2.7	0.06	0.29	0.015
EP741NP, (at %)	55.58	15.36	10.97	9.6	2.36	2.18	1.8	1.69	0.29	0.09	0.08

ванием, как методов передовой порошковой металлургии, так и традиционной технологии, остаются неоднозначными.

В данной работе проведено детальное комплексное многомасштабное исследование поведения бора в зонах шейки с отчетливо выраженной локализацией пластической деформации и разрушения суперсплава на основе никеля EP741NP, изготовленного по PM HIP технологии порошковой металлургии (которая включает распыление расплавленного суперсплава для получения быстрозакаленного PREP порошка и его консолидацию горячим изостатическим прессованием HIP) при испытании на одноосное растяжение при температуре 1050°C и скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  с целью выявления влияния DSA на поведение бора.

## 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Состав исследованного жаропрочного компактированного быстрозакаленного никелевого суперсплава EP741NP приведен в табл. 1. Образцы для механических испытаний шириной и толщиной 3 мм, рабочей длиной 6 мм вырезаны из PM HIP компакта быстрозакаленного PREP порошка жаропрочного никелевого суперсплава EP741NP.

Быстрозакаленный порошок суперсплава на основе никеля EP741NP получен центробежным распылением быстровращающегося слитка-электрода (Plasma Rotating Electrode Process – PREP-метод). Параметры горячего изостатического прессования (Hot Isostatic Pressing-HIP) следующие: 1170°C, 4 ч, 150 МПа.

Выявление влияния высокотемпературных испытаний на растяжение на характер разрушения, особенности структурно-фазового состояния и распределения бора в образцах быстрозакаленного никелевого суперсплава EP741NP осуществлялось после высокотемпературных механических испытаний на растяжение, которые, в частности, проводились при температуре 1050°C и скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ .

Высококчувствительный прямой ядерно-физический метод трековой авторадииографии по бору (ТА) использовался в сочетании с методами LM (BF-DF), SEM, EDX и OIM для выявления поведения бора и элементов структуры при указанных испытаниях на растяжение. Такой выбор экспериментальных методов обеспечивает многомас-

штабное исследование с последовательным переходом от изучения макроструктуры и макрораспределения бора в зонах шейки и разрушения при испытаниях на растяжение к детальному изучению важнейших особенностей поведения бора и микроструктуры в зонах интенсивной пластической деформации.

Эта особенность исследования важна для изучения высокопрочных материалов, в которых возникновение мелких и редких дефектов является определяющим фактором их разрушения.

Метод трековой авторадииографии по бору ТА – высокочувствительный метод, основанный на использовании ядерной реакции атомов бора с тепловыми нейтронами  $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$ , реализован с использованием исследовательского ядерного реактора ИРТ МИФИ в Национальном исследовательском ядерном университете (МИФИ).

Этот прямой ядерно-физический метод обладает высокой чувствительностью (минимальная определяемая концентрация атомов бора составляет  $\sim 1 \text{ ppm}$ ) и позволяет исследовать многомасштабное пространственное распределение бора с малым (макро) и большим (мезо- и микро) увеличением. ТА как SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) имеет пространственное разрешение около 1 мкм согласно, в частности, работе [35].

Учитывая низкий предел растворимости бора в никеле, метод ТА позволяет обнаружить отдельные растворенные атомы бора в виде отдельных треков в пленке детектора, находящейся в тесном контакте с поверхностью образца, и определить концентрацию бора в твердом растворе как плотность треков в детекторе (используя оптимальный флюенс тепловых нейтронов) [36, 37]. Таким образом, важной особенностью метода ТА является возможность обнаружения изменений концентрации бора в твердом растворе по длине шкалы образца, что важно для изучения зоны шейки и разрушения, при испытании на высокотемпературное растяжение. В связи с этим метод ТА позволил определить профиль концентрации бора в зоне шейки, который, как известно, является основой для экспериментального определения эффективного коэффициента диффузии, в частности бора и углерода [35].

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведены результаты комплексного многомасштабного исследования структуры и распределения бора в зоне разрушения жаропрочного никелевого суперсплава EP741NP, полученного по РМ НР технологии с использованием быстрозакаленного PREP порошка, после высокотемпературного испытания на растяжение ( $1050^{\circ}\text{C}$ , скорость деформации  $10^{-3} \text{ c}^{-1}$ ) прямым ядерно-физическим методом трековой автордиографии в сочетании с методами металлографии (LM), (SEM), (EDX) и ОИМ.

Макроструктура LM в светлом поле BF, зоны шейки и разрушения показана на рис. 1а. Трековая автордиограмма по бору с профилями концентрации бора вдоль горизонтальных и вертикальных линий, иллюстрируют уменьшение концентрации бора в зоне шейки и разрушения рис. 1б. Плотность треков в области разрушения и диффузной шейки соответственно — более низкая и более высокая — представлены кольцевыми вставками  $\rho_{FZ}$  и  $\rho_{DN}$  на рис. 1б. Направление миграции бора к поверхности разрушения указано большой зеленой стрелкой на рис. 1б. Петля и полосы в короне петли, обогащенные бором (выявленные методом ТА), указаны тремя маленькими зелеными стрелками на рис. 1б.

Мезо структура LM в темном поле DF, светлом поле BF при большем увеличении представлены на рис. 1в, 1г и трековая автордиограмма по бору при таком же увеличении представлена на рис. 1д. Черно-белые точечные линии на рис. 1в—1д указывают на петлю и полосы в короне петли, обогащенные бором в наложении на мезо структуру. Обнаруженная пластичная открывающаяся мезотрещина растяжения типа I показана большой белой стрелкой на рис. 1в—1д.

Микро структура LM в светлом поле BF рис. 1е при большем увеличении и трековая автордиограмма по бору при таком же увеличении рис. 1ж демонстрируют область, ограниченную красным контуром на рис. 1г, 1д, и выявляют микроструктуру

и распределение бора вдоль петли, обогащенной бором. Маленькие красные стрелки на рис. 1г, 1д указывают на микротрещину, образование которой приводит к изгибу траектории петли, т.е. служит препятствием при формировании петли.

Маленькие синяя и белая стрелки на рис. 1г также указывают на микротрещины вне петли, массовое образование которых происходит в зоне локализованной деформации шейки и обуславливает не только вышеупомянутый изгиб траектории петли, но служит препятствием при формировании одной из полос в короне петли, обогащенных бором — синяя стрелка на рис. 1г.

Крупные аллотриоморфные выделения боридной фазы  $\text{M}_3\text{B}_2$  показаны на рис. 1е, 1ж маленькими зелеными стрелками.

Области в указанной выше петле и полосах в ее короне, обогащенные бором, подробно изученные в работе, обозначены (Region Of Interest) — ROI 1-3 и выделены синими контурами на рис. 1г—1ж.

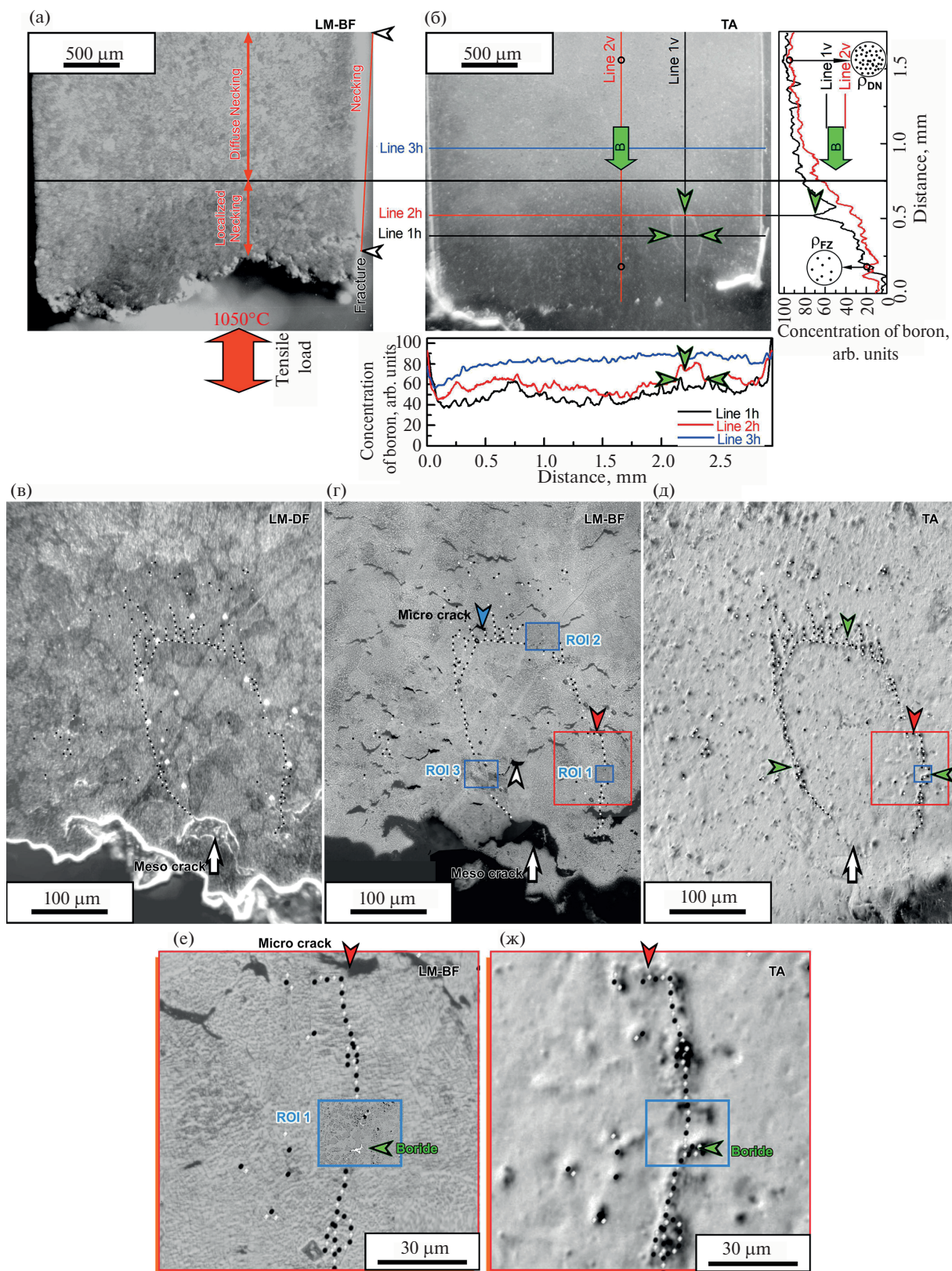
Важным результатом, полученным с использованием вышеописанной экспериментальной методологии, является обнаружение раскрывающейся пластичной мезо трещины длиной  $2a \sim 100 \text{ мкм}$  и петли, обогащенной бором, вокруг мезо трещины в зоне локализованной деформации шейки после испытания на растяжение при температуре  $1050^{\circ}\text{C}$  и скорости деформации  $10^{-3} \text{ c}^{-1}$  образца жаропрочного никелевого сплава EP741NP, полученного по технологии РМ НР (рис. 1).

Не менее важным результатом является обнаружение области обеднения бором в области шейки, протяженность которой составляет 2.0 мм, и особенно интенсивное снижение концентрации бора в области локализованной шейки, протяженность которой составляет 0.7 мм в направлении растягивающей нагрузки (рис. 1).

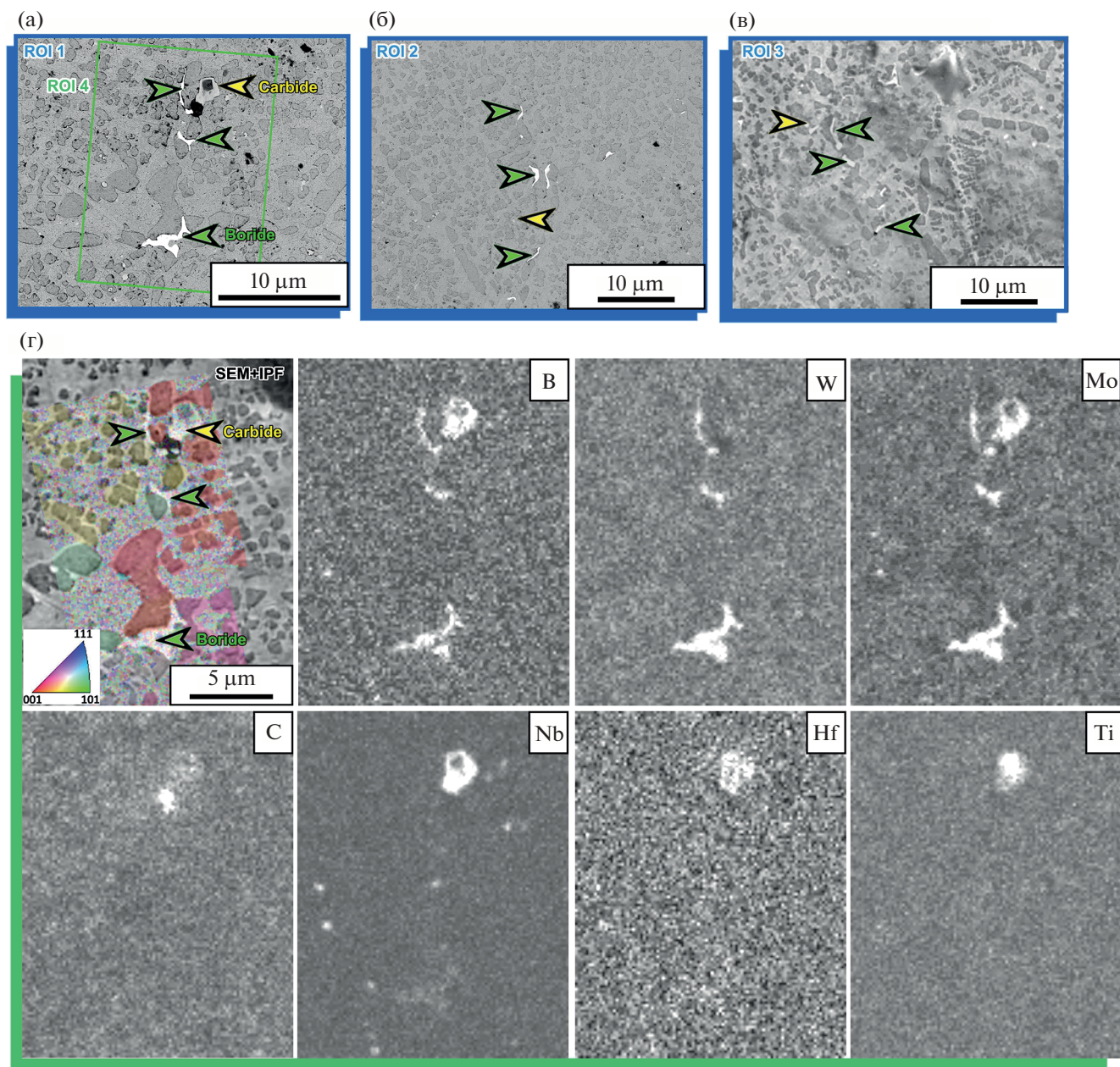
Градиент концентрации бора направлен вдоль растягивающей нагрузки со снижением концентрации бора в направлении к поверхности разрушения, что, очевидно, обусловлено эффектом DSA с переносом растворенного вещества (бора) движущимися дислокациями [38] при интенсив-

**Рис. 1.** Характеризация структурных особенностей и поведения бора в суперсплаве на основе никеля EP741NP, изготовленном по передовой РМ НР технологии порошковой металлургии при высокотемпературном испытании на растяжение ( $1050^{\circ}\text{C}$ , скорость деформации  $10^{-3} \text{ c}^{-1}$ ). Макроструктура LM в светлом поле BF, показывающая зоны шейки и разрушения (а). Трековая автордиограмма по бору с профилями концентрации бора вдоль горизонтальных и вертикальных линий, показывающая уменьшение концентрации бора в зоне шейки и разрушения (б). Кольцевые вставки  $\rho_{FZ}$  и  $\rho_{DN}$  на (б) показывают более низкую и более высокую плотность треков в области разрушения и шейки соответственно. Большая зеленая стрелка на (б) указывает направление миграции бора к поверхности разрушения. Три маленькие зеленые стрелки на (б), указывают на петлю и полосы в короне петли, обогащенные бором. Мезо структура LM в темном поле DF, светлом поле BF (в, г) и трековая автордиограмма по бору (д) при большем увеличении. Черно-белые точечные линии на (в—д) указывают на петлю и полосы в короне петли, обогащенные бором. Большая белая стрелка на (в—д) указывает на мезотрещину. Микро структура LM в светлом поле BF (е) и трековая автордиограмма по бору (ж) области, ограниченной красным на (г, д), показывающие микроструктуру и распределение бора вдоль петли. Маленькие белые и синие стрелки на (г) и красные стрелки на (г—ж) указывают на микротрещины. Маленькие зеленые стрелки на (е, ж) указывают на выделения боридной фазы  $\text{M}_3\text{B}_2$ . Области ROI 1-3, выделенные синими линиями на (г—ж), указывают на области в указанной выше петле и полосах в ее короне, подробно изученные в работе.









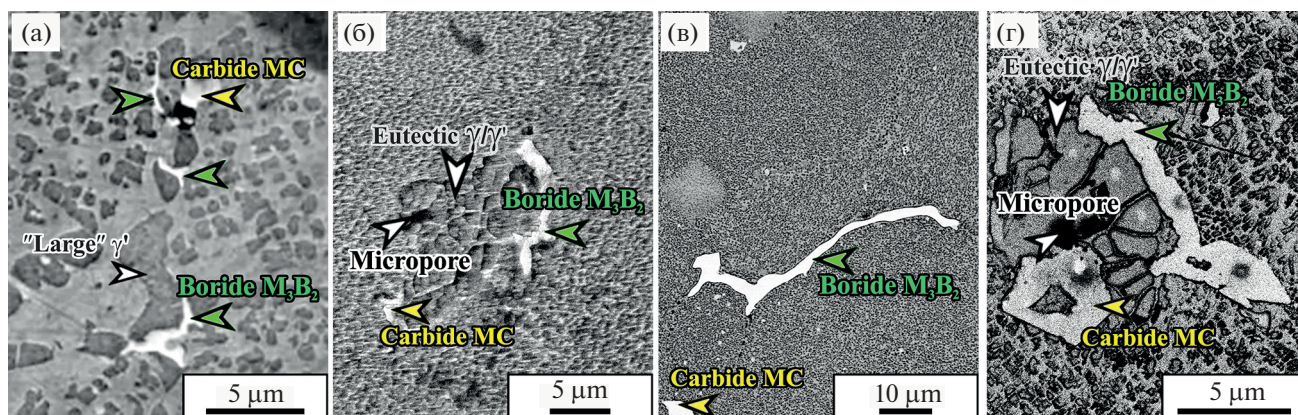
**Рис. 2.** Микроструктура (SEM) и результаты (SEM-EDX) анализа, выявляющие образование выделений боридной фазы аллотриоморфной морфологии вдоль петли и полос в ее короне, обогащенных бором (а–в). Микроструктура (SEM) областей ROI 1-3 на рис. 1г–1ж (с контуром синего цвета) и показывающие цепочки выделений бориды аллотриоморфной или неправильной формы вдоль петли (а, в) и полос в короне пели (б), обогащенные бором. Микроструктура (SEM) области ROI 4 (обведена зеленым цветом на (а) с наложением IPF карты, а также EDX карты легирующих элементов исследуемого суперсплава на основе Ni EP741NP (г), подтверждающие образование выделений боридной фазы (зеленые стрелки на а–г). Желтые стрелки на (а–г) указывают на выделения карбидной фазы MC.

ном пластическом течении (движении дислокаций) к поверхности разрушения.

Профиль концентрации бора в области шейки, полученный методом ТА, позволил определить среднее значение эффективного коэффициента диффузии бора, равное  $4.5 \cdot 10^{-9} \text{ м}^2/\text{с}$ . Это значение существенно превышает коэффициент

диффузии бора в Ni при  $1050^\circ\text{C}$ , рассчитанный в [39] ( $1.3 \cdot 10^{-10} \text{ м}^2/\text{с}$ ) (tracer diffusivity), вследствие интенсивной деформации и движения дислокаций, происходящих в области шейки и оказывающих существенное влияние на эффективный коэффициент диффузии бора в области шейки при испытании на растяжение исследуемого образца





**Рис. 3.** Микроструктура (SEM-Z contrast) PM HIP компактов (а, в) жаропрочных суперсплавов на основе Ni – EP741NP (а) и EP962P (в), а также слитков – электродов (100 кг) (б, г) – EP741NP (б) и EP962P (г), использованных для получения быстроокаленных PREP порошков, иллюстрирующая аллотриоморфную (неправильную) (allotriomorphic or irregular) форму типичных крупных выделений боридной фазы  $M_3B_2$  (зеленые стрелки) в сопоставлении с правильной кубоидной формой типичных крупных выделений карбидной фазы MC (желтые стрелки).

жаропрочного сплава на основе Ni EP741NP при 1050°C [38, 40].

Кроме того, в области локализованной деформации шейки на границах зерен наблюдаются многочисленные микротрещины длиной не более 10 мкм, что соответствует области интенсивного обеднения бором и хорошо коррелирует с влиянием бора на улучшение когезии границ зерен.

Осуществлен последовательный переход от изучения макроструктуры и макро распределения бора в области мезо трещины к детальному изучению распределения бора вдоль указанной петли. Размеры указанной мезо масштабной петли равны: ширина по горизонтальной оси  $X$  составляет 60 мкм, а высота по вертикальной оси  $Y$  (направление оси растяжения) составляет 230 мкм).

Прицельный анализ SEM-EDX выявил выделения боридов вдоль петли, а также дисперсные карбиды, особенно в полосах в короне петли. Размеры выявленного набора полос в короне петли равны: ширина набора полос вдоль горизонтальной оси  $X$  составляет 145 мкм, а максимальная длина полос вдоль вертикальной оси  $Y$  (направление растяжения) составляет 50 мкм.

Анализ SEM-EDX позволил определить химический состав, а ОИМ метод – идентифицировать кристаллическую структуру боридных выделений вдоль петли и полос в короне петли, обогащенных бором, детектированных по результатам ТА анализа (рис. 2).

Цепочки крупных аллотриоморфных (allotriomorphic or irregular) выделений боридной фазы длиной около 3–5 мкм, преимущественно ориентированные вдоль петли, и толщиной около 1 мкм со средним интервалом около 10 мкм вдоль петли и полос в ее короне обнаружены и идентифицированы как выделения боридной фазы со средним со-

ставом  $(Mo_{0.26}Cr_{0.21}W_{0.17}Ni_{0.18}Co_{0.06})_3B_2$  типа  $M_3B_2$  (рис. 2).

Термин аллотриоморфный (allotriomorphic) означает, что форма этого выделения является неправильной (irregular) и не соответствует симметрии его кристаллической структуры [41].

Полученный результат соответствует составу, кристаллической структуре и аллотриоморфной (неправильной) форме (allotriomorphic or irregular) крупных боридных выделений  $M_3B_2$  в слитке – электроде (~100 кг), использованном для получения быстроокаленного PREP порошка жаропрочного суперсплава на основе Ni EP741NP [42] (рис. 3).

Следует отметить, что аллотриоморфная (неправильная) (allotriomorphic or irregular) форма крупных боридных выделений  $M_3B_2$  также выявлена в PM HIP компакте и в слитке – электроде (100 кг), использованном для изготовления быстроокаленного PREP порошка жаропрочного суперсплава на основе Ni EP962P (рис. 3).

Таким образом, выявленная особенность формы крупных выделений боридной фазы в суперсплавах на основе Ni EP741NP и EP962P определяется суперпозицией эффекта высокой диффузионной подвижности бора по границам зерен по механизму, предложенному в работе [41] для зарождения и роста аллотриоморфных выделений в углеродистой стали за счет диффузии углерода по границам зерен при высоких гомологических температурах, а также наименьшего значения поверхностной энергии интерфейса в случае аллотриоморфных (нерегулярных) выделений.

Важно отметить, что крупные боридные выделения  $M_3B_2$  аллотриоморфной (неправильной) (allotriomorphic or irregular) формы в PM HIP компактах суперсплава EP741NP (рис. 3), а также в

слитке — электроде (~100 кг), использованном для изготовления быстрозакаленного PREP порошка жаропрочного суперсплава на основе Ni EP741NP формируются на границе раздела с крупными выделениями  $\gamma'$  фазы.

Согласно результатам SEM-EDX анализа основные легирующие элементы, образующие боридную фазу, состав которой соответствует формуле  $(\text{Mo}_{0.26}\text{Cr}_{0.21}\text{W}_{0.17}\text{Ni}_{0.18}\text{Co}_{0.06})_3\text{B}_2$  типа  $\text{M}_3\text{B}_2$  в суперсплаве EP741NP — Mo, Cr, W характеризуются коэффициентами распределения (partition ratios —  $C_\gamma/C_\gamma$ ) меньше единицы и равными соответственно: Mo — 0.32, Cr — 0.31, W — 0.56.

Таким образом, с ростом крупных  $\gamma'$  выделений происходит вытеснение указанных элементов на границу и при достижении достаточно высокой их концентрации происходит образование крупных выделений боридной фазы  $\text{M}_3\text{B}_2$  аллотриоморфной (неправильной) (allotriomorphic or irregular) формы, выявленных на границах крупных вытянутых  $\gamma'$  выделений в РМ НРП компакте суперсплава EP741NP (рис. 3).

Анаогичный механизм образования крупных выделений  $\text{M}_3\text{B}_2$  аллотриоморфной (неправильной) (allotriomorphic or irregular) формы позволяет объяснить формирование крупных выделений  $\text{M}_3\text{B}_2$  аллотриоморфной (неправильной) (allotriomorphic or irregular) формы в короне неравновесной эвтектики, т.е. на периферии эвтектики, в связи с тем, что содержание  $\gamma'$  фазы в эвтектике существенно превышает содержание  $\gamma$  фазы и рост эвтектики приводит к обогащению боридообразующими элементами короны эвтектики и образованию на ее границе крупных выделений боридной фазы  $\text{M}_3\text{B}_2$  аллотриоморфной (неправильной) (allotriomorphic or irregular) формы.

Результат SEM-EDX и ОИМ также подтверждает определяющее влияние размера металлических атомов на кристаллическую структуру боридных фаз в никелевых суперсплавах типа EP741NP — обогащение крупными (large) атомами, в частности молибдена, вольфрама, обуславливает образование выделений боридной фазы типа  $\text{M}_3\text{B}_2$  [43–45].

Учитывая низкий предел растворимости бора, сегрегация бора при испытании на растяжение при 1050°C в области вдоль петли и полос в ее короне может привести к образованию при этой высокой температуре достаточно крупных выделений боридной фазы, характеризующихся аллотриоморфной (неправильной) формой на границах  $\gamma'/\gamma$  крупных вытянутых  $\gamma'$  выделений.

Следует отметить, что вдоль петли и полос в ее короне действительно выявлены крупные выделения  $\gamma'$  фазы, вытянутые в основном вдоль петли и полос в ее короне, длина которых превышала длину выделений аллотриоморфной боридной фа-

зы и составляет максимальную длину около 10 мкм при ширине около 3 мкм.

Значительно большие размеры и вытянутая форма вдоль действия растягивающей нагрузки выделений  $\gamma'$  фазы, расположенных вдоль петли и полос в ее короне по сравнению с выделениями  $\gamma'$  фазы в объеме материала (~1 мкм) обусловлены влиянием локализованной пластической деформации вдоль петли и полос в ее короне, интенсивным движением дислокаций вдоль петли и полос в ее короне на рост выделений  $\gamma'$  фазы, согласно работам [46, 47, 40].

Вышеупомянутые аллотриоморфные выделения боридной фазы обнаружены на некогерентных границах  $\gamma'/\gamma$  крупных вытянутых выделений  $\gamma'$  фазы. Вдоль петли и полос в ее короне также обнаружены дисперсные выделения карбидной фазы типа MC.

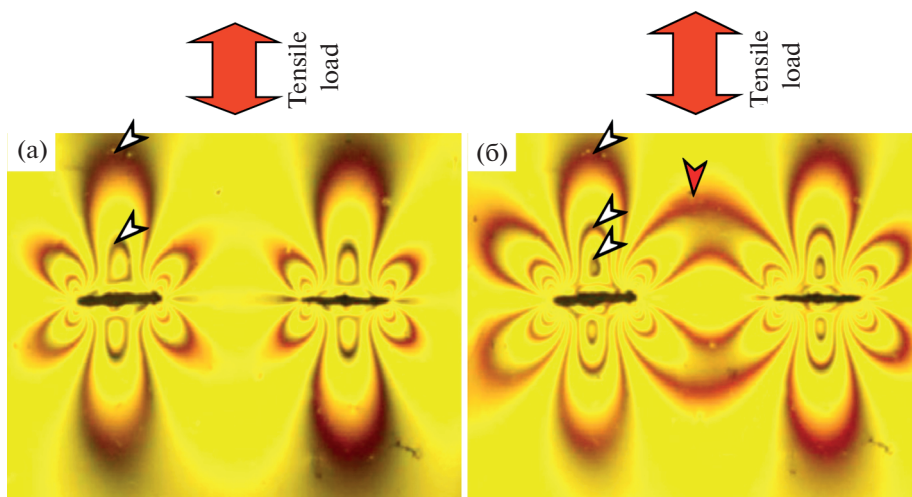
Различие в размерах выделений карбидной и боридной фазы вдоль петли и полос в ее коронке при испытании на растяжение при 1050°C и скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  жаропрочного сплава EP741NP в основном объясняется более высокой температурой сольвус карбидной фазы (1320°C) по сравнению с температурой сольвус боридной фазы (1200°C) в жаропрочном суперсплаве EP741NP [48].

Жаропрочный суперсплав на основе никеля EP741NP относится к дисперсионно-упрочненным поликристаллическим жаропрочным суперсплавам на основе никеля с матрицей ГЦК  $\gamma$ -фазой и высокой объемной долей (близкой к 50%) упрочняющей  $\gamma'$  фазы с упорядоченной структурой  $\text{L}_{12} \text{Ni}_3\text{Al}$  [46, 49, 50].

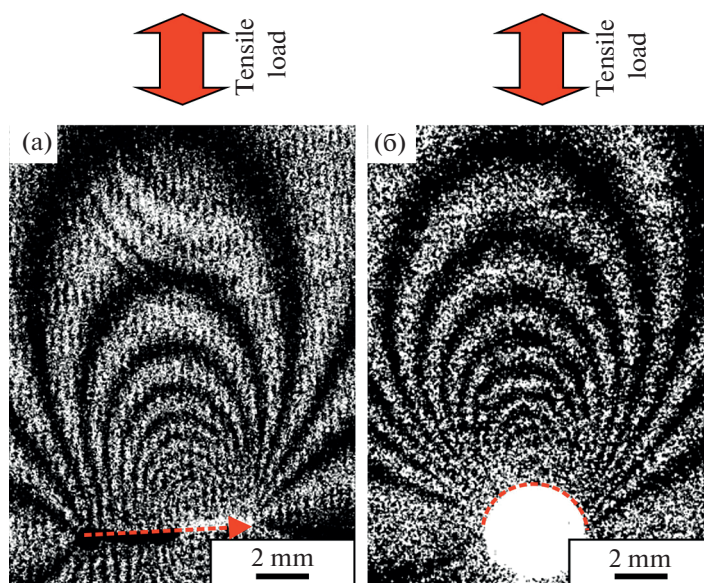
Для химического состава крупных, вытянутых выделений  $\gamma'$  фазы вдоль вышеуказанной петли и полос в ее короне в исследуемом жаропрочном суперсплаве EP741NP методом SEM-EDX установлена следующая химическая формула  $(\text{Ni}_{0.62}\text{Co}_{0.13})(\text{Al}_{0.12}\text{Ti}_{0.03}\text{Cr}_{0.04}\text{Nb}_{0.02}\text{W}_{0.014}\text{Mo}_{0.010}\text{Hf}_{0.002})$ .

Таким образом, для упорядоченной  $\gamma'$ -фазы в жаропрочных суперсплавах типа EP741NP следует использовать формулу  $(\text{Ni}, \text{Co})_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Cr}, \text{Nb}, \text{W}, \text{Mo}, \text{Hf})$  или сокращенный вариант этой формулы  $(\text{Ni}, \text{Co})_3(\text{Al}, \text{Ti})$  аналогично формулам  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ta}, \text{Ti})$  [49],  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ;  $\text{Ti}$  [50].

Теоретический анализ поля напряжений вблизи вершины трещины нормального отрыва (тип I) в приближении линейно-упругой механики разрушения (linear elastic fracture mechanics LEFM) [51, 52] позволяет, в частности, определить, что при плосконапряженном состоянии ( $\sigma_{zz} = \sigma_3 = 0$ ) на поверхности образца (плоскость XY) точка максимального напряжения сдвига для угла  $\theta = 60^\circ$  от плоскости трещины соответствует точке петли максимальных напряжений сдвига в плоскости XY вблизи вершины трещины нормального отрыва I. Важно отметить, что наибольшее напряже-



**Рис. 4.** Картины изохроматических полос (isochromatic fringe patterns) в образцах — пластинках из прозрачного полимера (модели) с двумя коллинеарными тонкими прорезами длиной  $2a$  вдоль горизонтальной оси  $X$ , имитирующими трещины отрыва типа I при испытании на одноосное растяжение вдоль вертикальной оси  $Y$  при двух нагрузках:  $P_1$  (а) и  $P_2$  (б) ( $P_1 < P_2$ ). Белые стрелки показывают изохроматические полосы — петли вдоль краев трещин, отображающие петли равных напряжений сдвига, количество которых возрастает с увеличением растягивающей нагрузки. Красная стрелка показывает изохроматические полосы между трещинами в результате появления напряжений сдвига в этой области при увеличении нагрузки [53].



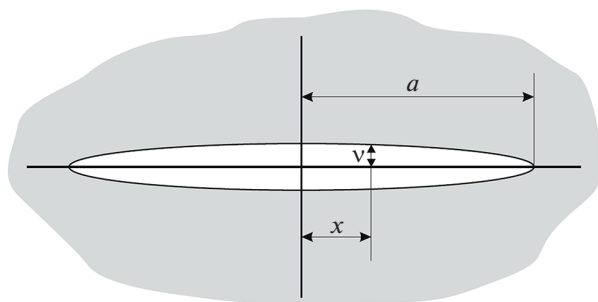
**Рис. 5.** Картины интерференционных полос-петель, полученные для плоскостной компоненты вертикального смещения  $v$  вдоль краев плоской центральной прорези-трещины (красная пунктирная линия) в тонкой пластине сплава на основе алюминия, при одноосном растяжении вдоль вертикальной оси  $Y$ ; начальная длина прорези-трещины (темный отрезок) с приращением (белый отрезок) — (а) (brittle crack — хрупкая трещина); а также вдоль краев искривленной поверхности прорези-трещины (красная пунктирная кривая) после сверления отверстия в аналогичной пластине-образце сплава на основе алюминия, при одноосном растяжении — (б) (ductile crack — пластичная трещина,  $CMOD = a$ ) [54].

ние сдвига в этой точке действует в плоскости  $YZ$  (перпендикулярной к плоскости  $XY$  поверхности образца) под углом  $45^\circ$  к оси растяжения [52].

Экспериментальный фотоупругий анализ напряжений позволил получить данные для поля

напряжений вблизи вершины трещины и данные для всего поля напряжений вокруг раскрывающейся трещины [53], подтверждающие возникновение петель фотоупругих изохроматических полос вдоль противоположных краев трещины,





**Рис. 6.** Вертикальное смещение  $v$  края трещины для центральной трещины типа I длиной  $2a$  при действии вертикального равномерного растягивающего напряжения  $\sigma$  вдоль вертикальной оси  $Y$ , приложенного на бесконечности, при плоско напряженном состоянии пластины согласно линейной упругой механике разрушения (ESPI) [55].

соответствующих петлям постоянных разностей главных напряжений или максимальных касательных напряжений вокруг раскрывающейся трещины в двумерной прозрачной модели – пластине, нагруженной вдоль оси  $Y$  в условиях плосконапряженного состояния (рис. 4)

Метод оптической интерферометрии (optical interferometry method), а именно спекл-интерферометрический анализ, позволяет получить высококачественную картину интерференционных полос для плоскостной  $v$ -компоненты поля смещений (вертикальное  $v$ -смещение вдоль оси растяжения и перпендикулярно плоскости трещины) вокруг раскрывающейся трещины типа I в реальном материале, как индикатор реального деформированного состояния [54] и включает в себя петли

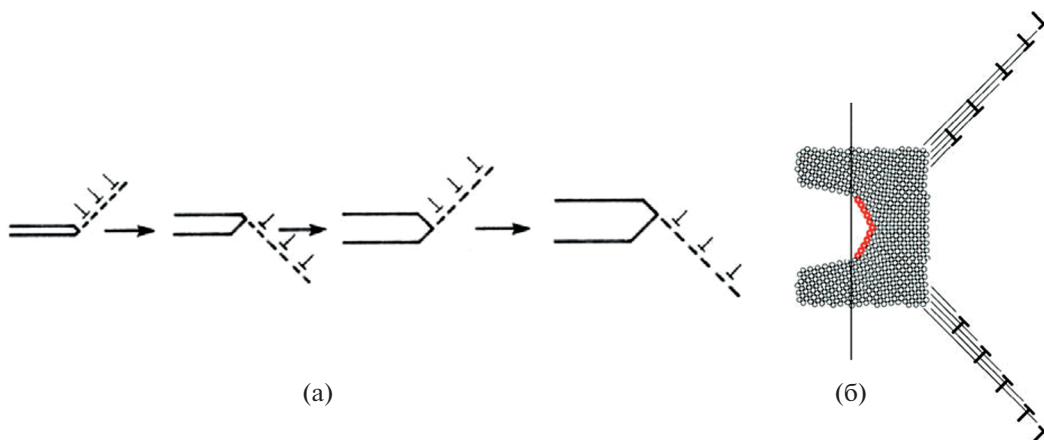
полос вдоль краев трещины, которые соответствуют петлям постоянной плоскостной  $v$ -компоненты поля смещений (рис. 5).

Экспериментальное применение интерферометрических методов, таких как спекл-интерферометрия, используется для характеристики поля напряжений вокруг раскрывающейся трещины, аналогично фотоупругому анализу, принимая во внимание взаимосвязь между упругим полем смещения вокруг трещины и полем напряжений, которое описывается законом Гука, в частности, для плосконапряженного состояния [55].

Вертикальное смещение  $v$  вдоль границы трещины при плоско напряженном состоянии пластины согласно линейной упругой механике разрушения (ESPI) [55] представляет собой эллипс с полуосями, направленными – большой полуосью вдоль горизонтальной оси  $X$  (вдоль линии трещины), равной  $a$  – половине длине трещины, и малой полуосью вдоль вертикальной оси  $Y$ , равное смещению раскрытия трещины  $v$  (COD Crack Opening Displacement) [55].

Вертикальное смещение краев плоско напряженной трещины  $v$  определяется как  $v = (2\sigma/E) \cdot \sqrt{a^2 - x^2}$  (рис. 6), следовательно смещение раскрытия трещины (COD) определяется как  $4\sigma/E \cdot \sqrt{a^2 - x^2}$ . В чисто упругом случае смещение раскрытия вершины трещины (CTOD) будет равно нулю, поскольку  $x$  на вершине составляет  $\pm a$  [55].

Экспериментальное измерение CTOD – Crack Tip Opening Displacement или CMOD – Crack Mouth Opening Displacement является хорошим индикатором пластических свойств при разрушения материалов [55].



**Рис. 7.** Схематическое изображение движения краевых дислокаций с векторами Бюргерса в плоскости  $XY$  и симметричным расположением плоскостей скольжения относительно горизонтальной оси  $X$ , вблизи вершины трещины типа I вдоль оси  $X$  при ее росте в пластических металлических материалах при действии растягивающего напряжения вдоль вертикальной оси  $Y$  при плоско напряженном состоянии [55] (а), [56] (б).

Пластичность кристаллических материалов тесно связана со способностью к дислокационной пластичности вблизи вершин трещин [57].

Кристаллические материалы классифицируют как пластичные или хрупкие в зависимости от их реакции на приложенную нагрузку вблизи вершин трещин типа I: притупление вершины трещины путем генерации дислокаций (рис. 7) или раскалывание при распространении острой трещины, что соответствует двум основным конкурирующим режимам реакции кристаллических материалов на приложенную растягивающую нагрузку.

Для объяснения приведенных выше экспериментальных результатов исследования структуры и поведения бора после высокотемпературных испытаний на растяжение проведен анализ поля напряжений вокруг раскрывающейся трещины типа I, поскольку этот тип лучше согласуется с выявленной раскрывающейся мезотрещиной. Рассмотрено поле напряжений вблизи вершины раскрывающейся трещины типа I в приближении линейной упругой механики разрушения (LEFM) и плоское напряженное состояние в плоскости  $XY$  которая соответствует плоскости поверхности образца, в полярных координатах [52].

Напряжения вблизи вершины трещины под действием растягивающего напряжения  $\sigma$  в первом приближении определяются в полярных координатах следующими выражениями [52].

$$\sigma_r = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left( 1 + \sin^2 \frac{\theta}{2} \right),$$

$$\sigma_\theta = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \cos^2 \frac{\theta}{2}, \quad \tau_{r\theta} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \frac{1}{2} \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2},$$

где  $K_I$  – коэффициент интенсивности напряжений,  $r$  – расстояние от вершины трещины,  $\theta$  – полярный угол относительно плоскости разреза.

Для главных напряжений справедливы следующие соотношения:

$$\sigma_1 = \frac{1}{2} \left[ (\sigma_r + \sigma_\theta) + \sqrt{(\sigma_r - \sigma_\theta)^2 + 4\tau_{r\theta}^2} \right],$$

$$\sigma_2 = \frac{1}{2} \left[ (\sigma_r + \sigma_\theta) - \sqrt{(\sigma_r - \sigma_\theta)^2 + 4\tau_{r\theta}^2} \right],$$

$$\tau_{\max} = \frac{(\sigma_2 - \sigma_1)}{2} = \frac{1}{2} \left[ \sqrt{(\sigma_r - \sigma_\theta)^2 + 4\tau_{r\theta}^2} \right] = \sqrt{\frac{(\sigma_r - \sigma_\theta)^2}{4} + \tau_{r\theta}^2}.$$

В условиях плоского напряженного состояния главное напряжение  $\sigma_1$  в точках на небольшом расстоянии  $r$  от вершины трещины и при изменении угла  $\theta$  характеризуется максимальным главным напряжением  $\sigma_1 = 1.3\sigma$  в точке для угла  $\theta = 60^\circ$ , действует вдоль направления растягивающей нагрузки вдоль вертикальной оси  $Y$ . Максимальное касательное напряжение можно определить непо-

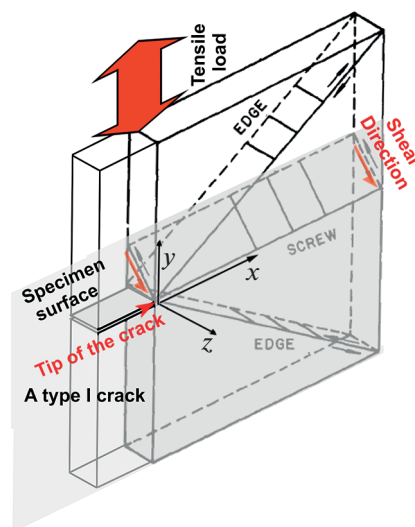
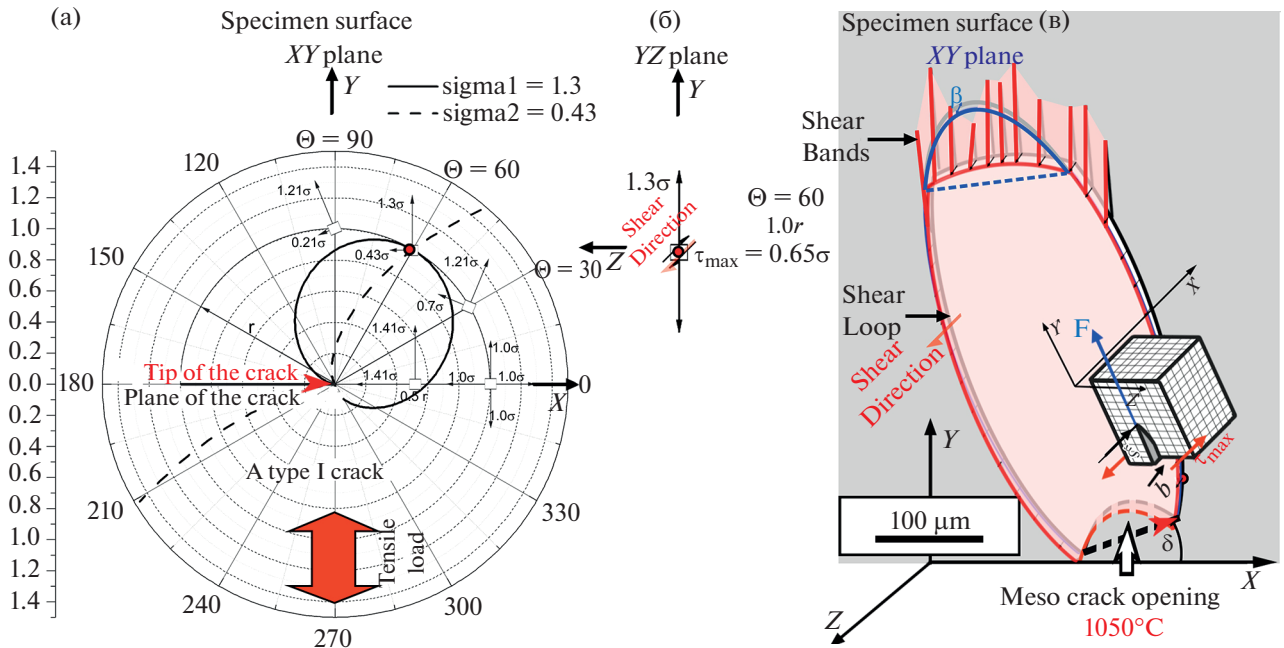


Рис. 8. Схема ориентации краевых и винтовых дислокаций и их плоскостей скольжения вблизи вершины трещины типа I в тонких листовых образцах-фольгах согласно *in-situ* испытаниям на одноосное растяжение в просвечивающем электронном микроскопе (ТЕМ) ряда ГЦК металлов, включая Ni [60].

средственно из главных напряжений по уравнению  $\tau_{\max} = (\sigma_{\max} - \sigma_{\min})/2$ , таким образом, для условия плоского напряженного состояния  $\sigma_{\min} = \sigma_3 = 0$  и  $\sigma_{\max} = \sigma_1$  следует  $\tau_{\max} = \sigma_1/2$  [52]. Таким образом, максимальное касательное напряжение достигается в точке а в плоскости  $XY$  под углом  $\theta = 60^\circ$  к оси  $X$  равно  $\sigma_1/2 = 0.65\sigma$  и действует в плоскости  $YZ$  под углом  $45^\circ$  к направлению растягивающей нагрузки.

Пластическая релаксация сдвиговых напряжений вдоль указанной выше петли возможна в пластичных металлических материалах согласно [58] посредством эмиссии ряда межузельных призматических дислокационных петель. Ряд выдавленных (punched) коаксиальных призматических дислокационных петель может быть получен в пластичных металлических материалах, в частности, механизмами сдвига [59]. Расстояния между петлями в ряду определяют локальную плотность дислокаций, а также размер результирующей пластической зоны.

Тщательное исследование поведения дислокаций вблизи вершины трещины типа I в ряде ГЦК-металлов, включая Ni, при деформации тонкой пластинки-фольги, прозрачной для электронов, в результате одноосного растяжения трещины типа I *in situ* в просвечивающем электронном микроскопе ТЕМ [60] позволило установить, что винтовые дислокации чаще всего возникают в пластической зоне, при этом наблюдаются все три типа деформации соответствующие трем типам трещин, хотя чаще всего наблюдаются сдви-



**Рис. 9.** Особенности поля напряжений у вершины трещины растяжения типа I и схемы деформации сдвига при раскрытии пластичной мезотрещины при испытании на растяжение при 1050°C, поясняющие предложенный механизм эффекта DSA с участием бора для петли сдвига и полос сдвига в ее короне, обогащенных бором. а, б, Схематические диаграммы, показывающие плоское ( $XY$ ) напряженное состояние в вершине трещины растяжения, линии равных главных напряжений в плоскости  $XY$ , соответствующие плоскости поверхности образца (а), напряженное состояние в перпендикулярной плоскости  $YZ$  в точке максимального напряжения сдвига, указывающее направление максимального напряжения сдвига (б). Схематическая диаграмма, показывающая предложенный механизм смещения материала при образовании петли сдвига и полос сдвига в вершине петли (в). Красная точка на а–в указывает на точку максимального напряжения сдвига как на точку, лежащую на петле максимального напряжения сдвига вблизи вершины мезотрещины растяжения. Синий сегмент петли на с, объясняет переход от выдавливания материала внутри петли к образованию полос сдвига типа PLC в вершине петли. Пунктирная линия и угол  $\beta$  синего цвета обозначают линию пересечения фактической плоскости петли сдвига мезотрещины  $XY$  с плоскостью поверхности образца и угол между этими плоскостями соответственно. Вставка на с показывает элемент кристаллической структуры в точке а на петле сдвига с винтовой дислокацией, а также направления вектора Бюргерса  $\mathbf{b}$ , линии дислокации  $\xi$  и действующего максимального напряжения сдвига  $\tau_{\max}$  в этой точке, обуславливающие действие силы Пича–Келера ( $F$  и стрелка синего цвета) на винтовую дислокацию и ее движение вдоль петли сдвига. Ось  $X'$  направлена вдоль направления максимального напряжения сдвига в этой точке а, ось  $Y'$  направлена вдоль линии петли сдвига в этой точке.

говые трещины типа III с винтовыми дислокациями в пластической зоне.

Таким образом, преимущественная эмиссия винтовых дислокаций для плосконапряженного состояния при растяжении тонкой фольги *in situ* в электронном микроскопе косвенно подтверждает, что максимальное касательное напряжение действует в плоскости  $YZ$  перпендикулярной поверхности образца под углом 45° к направлению растягивающей нагрузки вдоль оси  $Y$  (рис. 8).

Дислокации на двух наклонных плоскостях скольжения — краевого типа, тогда как на наклонной плоскости скольжения — винтового типа (рис. 8). В случае, когда краевые дислокации испускаются одновременно на двух наклонных плоскостях скольжения в условиях растягивающей нагрузки, результирующие векторы Бюргерса этих дислокаций находятся в направлении, параллельном растягивающему напряжению. Смещение,

вызванное этой деформацией у вершины трещины, параллельно смещению раскрытия трещины, ожидаемому в истинном режиме деформацией распространения трещины типа I. Винтовые дислокации на наклонной плоскости скольжения (рис. 8), приводят к деформации у вершины трещины, соответствующей сдвиговой моде трещины, при которой смещение, создаваемое дислокациями, параллельно фронту трещины и направлено под углом 45° к направлению растяжения в плоскости  $YZ$  (рис. 8).

Предложен механизм формирования обогащенной бором петли и полос в ее короне около мезотрещины как эффект динамического деформационного старения DSA в результате взаимодействия винтовых дислокаций, движущихся по контуру петли под действием максимального напряжения сдвига в плоскости  $YZ$ , перпендикулярной плоскости поверхности образца, под уг-



лом 45° к направлению растягивающей нагрузки, схематически представленный на рис. 9.

Винтовая дислокация характеризуется вектором Бюргерса, параллельным линии дислокации. Поэтому эмиссия винтовой дислокации из вершины трещины растяжения типа I в плоскости  $XY$ , соответствующей поверхности образца под действием максимального напряжения сдвига, которое действует в плоскости  $YZ$  под углом 45° к направлению растягивающей нагрузки, приведет к соответствующему сдвиговому смещению. Движение винтовой дислокации вдоль петли максимальных сдвиговых напряжений возможно согласно [38] под действием силы Пича–Келера и приводит к сдвиговому смещению, аналогичному выдавливанию призматической дислокационной петли.

В случае, когда движущаяся вдоль петли винтовая дислокация встречает препятствие, например микротрещину (красная стрелка на рис. 1е, 1ж), она обходит ее и продолжает движение к вершине указанной петли.

Препятствие, например микротрещина, также может остановить движущуюся дислокацию, как в случае полос сдвига на вершине петли (синяя стрелка на рис. 1б).

Для объяснения сдвига материала вдоль петли максимальных напряжений сдвига, действующих вдоль краев мезо трещины типа I в плоскости  $YZ$ , перпендикулярной плоскости поверхности образца  $XY$ , под углом 45° к направлению растягивающей нагрузки, предложен механизм, основанный на движении винтовых дислокаций направленных вдоль действия напряжений сдвига под действием силы Пича–Келера [38].

Вставка на рис. 9в показывает элемент кристаллической структуры в точке а на петле сдвига с указанной винтовой дислокацией, а также направления вектора Бюргерса  $\mathbf{b}$ , линии дислокации  $\xi$  и действующего максимального напряжения сдвига  $\tau_{\max}$  в этой точке, обуславливающие действие силы Пича–Келера ( $\mathbf{F}$  и стрелка синего цвета) на винтовую дислокацию и ее движение вдоль петли сдвига.

Выражение Пича–Келера для силы, действующей на дислокацию может быть представлено в виде:

$\mathbf{F} = \mathbf{b} \cdot \boldsymbol{\sigma} \times \xi$  (векторы  $\mathbf{b}$ ,  $\xi$  и тензор напряжений  $\boldsymbol{\sigma}$  выделены жирным шрифтом).

Сила  $\mathbf{F}$ , согласно формуле определяется векторным произведением векторов  $(\boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{b})$  и линии дислокации  $\xi$ .

Ортогональная декартова система координат  $XYZ$  в точке а выбрана следующим образом: ось  $X$  направлена вдоль направления максимального напряжения сдвига  $\tau_{\max} = \tau$  в этой точке, ось  $Y$  направлена вдоль линии петли сдвига в этой точке.

Для силы Пича–Келера, действующей на винтовую дислокацию с вектором Бюргерса  $\mathbf{b}$ , параллельным линии дислокации с вектором  $\xi$  вдоль оси  $X$  в системе координат  $XYZ$  в точке а на петле максимальных напряжений сдвига (рис. 9), получаем:

$$\mathbf{b} = \begin{pmatrix} b \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}, \quad \xi = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix},$$

$$\boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & \tau \\ 0 & 0 & 0 \\ \tau & 0 & 0 \end{pmatrix} \tau_{xz} = \tau_{zx} = \tau_{\max} = \tau, \quad \mathbf{F} = \begin{pmatrix} 0 \\ b\tau \\ 0 \end{pmatrix}.$$

Таким образом, направление силы Пича–Келера, действующей на указанную винтовую дислокацию параллельно оси  $Y$  т.е. вдоль линии петли сдвига в этой точке и, следовательно, движение дислокации под действием силы Пича–Келера будет происходить вдоль петли и приведет к сдвигу материала согласно рис. 9.

Образование полос сдвига в короне петли обусловлено некоторым отклонением плоскости поверхности образца от плоскости  $XY$ , в системе координат  $XYZ$ , принятой при рассмотрении поля напряжений около мезо трещины типа I. Синий сегмент петли на рис. 9в, иллюстрирует переход от выдавливания материала внутри петли к образованию полос сдвига типа PLC полос сдвига в короне петли. Пунктирная линия и угол  $\beta$  синего цвета обозначают линию пересечения фактической плоскости петли сдвига мезотрещины  $XY$  с плоскостью поверхности образца и угол между этими плоскостями соответственно.

Новый эффект DSA, обнаруженный в работе, заключается в образовании выделений боридной фазы  $M_3B_2$  на мезомасштабной петле, в сочетании с полосами типа PLC на вершине петли, локализованных вокруг раскрывающейся мезотрещины в области локализованной деформации шейки на стадии разрушения при высокотемпературном испытании на растяжение суперсплава на основе Ni EP741NP, полученного по РМ НР технологии.

Высокая диффузионная способность бора в локализованной зоне шейки при высокотемпературном испытании на растяжение характеризуется экспериментально полученным аномально высоким значением эффективного коэффициента диффузии бора, равным  $4.5 \cdot 10^{-9} \text{ м}^2/\text{с}$  в локализованной зоне шейки и подтверждает эффект DSA с участием бора в протяженной области интенсивной пластической деформации шейки.

Выявленный эффект DSA с образованием выделений боридной фазы  $M_3B_2$  на мезомасштабной петле, в сочетании с полосами типа PLC на вершине петли аналогичен эффекту Портевена–Ле

Шателье (PLC), который сопровождается образованием PLC полос на стадии деформационного упрочнения (work hardening) сплавов с твердорастворным упрочнением [38], т.е. значительно раньше стадии разрушения в локализованной зоне шейки, при которой обнаружен новый эффект DSA с участием атомов бора.

Обычное представление об устойчивости структурно-фазового состояния в зоне разрушения, а именно устойчивости выделений вторых фаз, оказывающих существенное влияние на движение дислокаций, зарождение и рост трещин в процессе пластичного разрушения жаропрочных сплав на основе Ni типа EP741NP, не учитывает возможность интенсивного образования выделений боридной фазы внедрения в зоне пластичного разрушения.

Инновационной особенностью нового эффекта DSA является возможность его существенного влияния на распространение раскрывающейся пластичной трещины при вязком разрушении, а также на вязкость разрушения жаропрочного сплава на основе Ni типа EP741NP полученного с использованием передовой PM HIP технологии.

#### 4. ВЫВОДЫ

В работе проведено исследование поведения бора в жаропрочном никелевом суперсплаве EP741NP, полученном по PM HIP технологии с использованием быстрозакаленного PREP порошка. Выполнено многомасштабное изучение (макро-, мезо-, микро уровни) структуры и распределения бора методами трековой автордиографии по бору, металлографии, растровой электронной микроскопии (SEM), микрорентгеноспектральным анализом (EDX) и ОИМ в жаропрочном никелевом суперсплаве EP741NP при высокотемпературном испытании на растяжение.

В работе установлено следующее:

1. В зоне разрушения образца жаропрочного никелевого суперсплава EP741NP после испытания на растяжение при температуре 1050°C и скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  выявлено зарождение множества микротрещин вследствие наличия ослабленных границ зерен в области образования шейки при интенсивной пластической деформации. Торможение роста микротрещин обусловлено, очевидно, наличием более прочных границ зерен, а также пластической деформацией вблизи вершин микротрещин.

2. Прямым ядерно-физическим методом трековой автордиографии по бору в зоне разрушения обнаружено значительное уменьшение содержания бора в области, включающей зарождение множества микротрещин. Протяженность указанной области соответствует области образования шейки с интенсивной пластической де-

формацией в направлении к поверхности разрушения, что соответствует аномально высокому эффективному коэффициенту диффузии бора экспериментально полученному по профилю концентрации бора в области образования шейки с интенсивной пластической деформацией, равному  $4.5 \cdot 10^{-9} \text{ м}^2/\text{с}$ .

3. Существенное снижение концентрации бора в зоне разрушения, в области образования шейки с интенсивной пластической деформацией, при испытании на растяжение при температуре 1050°C является результатом аномально высокой подвижности бора вследствие взаимодействия атомов бора и движущихся дислокаций (т.е. эффекта динамического деформационного старения (DSA)), которые реализуют интенсивную пластическую деформацию в области шейки и, очевидно, обуславливают “выметание” бора при высокотемпературном испытании на растяжение.

4. Результаты прицельного микрорентгено-спектрального анализа (SEM-EDX) подтверждают образование крупных аллотриоморфных – неправильной формы (allotriomorphic or irregular) выделений боридной фазы в виде цепочек вдоль мезо петли и мезо полос в ее короне, обогащенных бором выявленных прямым ядерно-физическим методом трековой автордиографии по бору.

5. Установлен состав частиц в цепочках боридной фазы методом SEM-EDX  $(\text{Mo}_{0.26}\text{Cr}_{0.21}\text{W}_{0.17}\text{Ni}_{0.18}\text{Co}_{0.06})_3\text{B}_2$  с преобладающим содержанием молибдена, вольфрама, – боридообразующих легирующих элементов с большим размером атомов по сравнению с хромом, также обнаруженному в боридной фазе, что соответствует боридной фазе  $\text{M}_3\text{B}_2$  и подтверждено структурным ОИМ анализом. Полученный результат соответствует составу и кристаллической структуре аллотриоморфных боридных выделений примерно тех же размеров в короне неравновесной эвтектики в литых жаропрочных суперсплавах EP741NP и EP962P [42], что подтверждает влияние обогащения крупными атомами металла, в частности молибдена и вольфрама, на образование боридов типа  $\text{M}_3\text{B}_2$  [43–45].

6. Аллотриоморфная морфология крупных выделений боридной фазы типа  $\text{M}_3\text{B}_2$ , обнаруженная в суперсплавах на основе Ni типа EP741NP и EP962P определяется суперпозицией эффекта высокой диффузионной подвижности бора по границам зерен по механизму, предложенному в работе [41], а также наименьшего значения поверхностной энергии межфазной поверхности в случае аллотриоморфных (нерегулярных) выделений по границам крупных выделений  $\gamma'$  фазы в PM HIP компактах и в короне неравновесной  $\gamma/\gamma'$  эвтектики в литых суперсплавах EP741NP и EP962P.

7. Выявлены крупные выделения  $\gamma'$  фазы, вытянутые вдоль петли и полос в ее короне, обога-

щенных бором согласно результатам трековой автордиографии, длина которых  $\sim 10$  мкм превышала длину выделений аллотриоморфной боридной фазы  $M_3B_2$ , расположенных по границам вытянутых выделения  $\gamma'$  фазы. Значительно большие размеры и вытянутая вдоль действия растягивающей нагрузки форма выделений  $\gamma'$  фазы, расположенных вдоль петли и полос в ее короне по сравнению с  $\gamma'$  фазой в объеме материала ( $\sim 1$  мкм) обусловлены влиянием локализованной пластической деформации вдоль петли и полос в ее короне, в том числе, интенсивным движением дислокаций вдоль петли и полос в ее короне на рост выделений  $\gamma'$  фазы, согласно работам [40, 46, 47].

8. Установлен химический состав крупных, вытянутых выделений  $\gamma'$  фазы вдоль вышеуказанной петли и полос в ее короне методом SEM-EDX в исследуемом поликристаллическом дисперсионно-упрочненном жаропрочном суперсплаве EP741NP, соответствующий химической формуле  $(Ni_{0.62}Co_{0.13})(Al_{0.12}Ti_{0.03}Cr_{0.04}Nb_{0.02}W_{0.014}Mo_{0.010}Hf_{0.002})$ . Таким образом, для упорядоченной упрочняющей  $\gamma'$  фазы в жаропрочных суперсплавах типа EP741NP следует использовать формулу  $(Ni, Co)_3(Al, Ti, Cr, Nb, W, Mo, Hf)$  или сокращенный вариант этой формулы  $(Ni, Co)_3(Al, Ti)$  аналогично формулам  $Ni_3(Al, Ta, Ti)$ ,  $Ni_3(Al, Ti)$ .

9. Выявлено наличие мезо масштабной трещины в области локализованной деформации шейки, образование которой привело к формированию мезо масштабной петли сдвига и полос сдвига в ее короне, обогащенных бором при испытании на растяжение при температуре  $1050^\circ C$  и скорости деформации  $10^{-3} c^{-1}$ .

10. Проведен анализ поля напряжений вблизи вершины трещины нормального отрыва типа I, соответствующего выявленной раскрывающейся мезотрещине, в приближении линейно-упругой механики разрушения (LEFM), который позволил, в частности, определить, что при плосконапряженном состоянии на поверхности образца (плоскость  $XY$ ) точка максимального напряжения сдвига вблизи вершины трещины соответствует точке петли максимальных напряжений сдвига в плоскости  $XY$  и наибольшее напряжение сдвига в этой точке действует в плоскости  $YZ$  (перпендикулярной к плоскости  $XY$  поверхности образца) под углом  $45^\circ$  к оси растяжения [52].

11. На основании анализа работ по фотоупругости и интерферометрическим методам экспериментального изучения полей напряжений и смещений вдоль краев трещин типа I при одноосном растяжении, выявлено формирование изохроматических полос — петель (isochromatic fringe patterns) вдоль краев модельных трещин в образцах — пластинках из прозрачного полимера (модели) соответствующих петлям максимальных напряжений сдвига, а также формирование

интерференционных полос-петель, для плоскостной компоненты вертикального смещения  $v$  вдоль краев плоской прорези-трещины в пластине сплава на основе алюминия.

12. На основании анализа работ по механизмам дислокационной пластичности вблизи вершин трещин, с которой тесно связана пластичность кристаллических материалов и установлен в основном вклад краевых дислокаций при раскрытии пластичной трещины типа I.

13. Проведен анализ исследований поведения дислокаций вблизи вершины трещины типа I в ряде ГЦК-металлов, включая Ni, при деформации тонкой пластинки-фольги, прозрачной для электронов до 1 МэВ в результате одноосного растяжения трещины типа I *in situ* в просвечивающем электронном микроскопе TEM [60], который позволил установить, что винтовые дислокации чаще всего возникают в пластической зоне, при этом наблюдаются все три типа деформации соответствующие трем типам трещин, хотя чаще всего наблюдаются сдвиговые трещины типа III с винтовыми дислокациями в пластической зоне.

14. Предложен механизм формирования петли сдвига и полос сдвига в ее короне как результат движения винтовых дислокаций вдоль петли максимальных напряжений сдвига, действующих для плоско напряженного состояния в плоскости перпендикулярной плоскости поверхности образца под углом  $45^\circ$  к растягивающей нагрузке.

15. Экспериментально наблюдаемая обогащенная бором мезо масштабная петля и полосы в ее короне, декорированные крупными аллотриоморфными выделениями боридной фазы  $M_3B_2$ , вдоль открывающейся мезотрещины в локализованной зоне шейки при испытании на растяжение при  $1050^\circ C$  и скорости деформации  $10^{-3} c^{-1}$  образца PM HIP суперсплава на основе никеля типа EP741NP, обусловлены эффектом DSA — взаимодействия движущихся вдоль петли винтовых дислокаций и атомов бора, аналогичным эффекту DSA с образованием известных полос PLC, декорированных дисперсными карбидами в суперсплавах на основе никеля и аустенитных коррозионно-стойких сталях.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. He Z., Jiang Y., Chang L., Huang H. Helium ion irradiation-induced damage of powder metallurgy-hot isostatic pressed Ni-based alloy GH3535 for molten salt reactor applications // J. Nucl. Mater. 2024. V. 589. P. 154871. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2023.154871>
2. Shulga A.V., Ofitserov A.A., Kuzmicheva L.G. Analysis of carbon and boron behavior in PM Ni base superalloys of the type EP741NP. Proc. World PM Congress and Exhibition 2004. Oct. 17–21, 2024. Vienna, Austria. V. 4. P. 731–736.

3. *Pollock T.M.* Alloy design for aircraft engines // *Nat. Mater.* 2016. V. 15. P. 809–815.  
<https://doi.org/10.1038/nmat4709>
4. *Shulga A.V.* A comparative study of the mechanical properties and the behavior of carbon and boron in stainless steel cladding tubes fabricated by PM HIP and traditional technologies // *J. Nucl. Mater.* 2013. V. 434. P. 133–140.  
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2012.11.008>
5. *Shulga A.V.* Effect of the heat treatment on the microstructure, boron distribution and flow stress of the Ni-based superalloy PM HIP compact under high temperature compression tests. *Proc. World PM Congress and Exhibition 2016. October 9–13, 2016. Hamburg, Germany. HIP – Process.* P. 1–6.
6. *Shulga A.V.* A multiscale study of boron and carbon behavior in the necking and fracture zones of the high temperature Ni-based superalloy under high temperature tensile testing. *World PM Congress and Exhibition 2022. October 9–13, 2022. Lyon, France, High Temperature Materials.* P. 1–6.
7. *Beese A.M., Wang Z., Stoica A.D., Ma D.* Absence of dynamic strain aging in an additively manufactured nickel-base superalloy // *Nat. Commun.* 2018. V. 9. P. 2083.  
<https://doi.org/10.1038/s41467-018-04473-5>
8. *Yu H., Fu J., Wang C., Chen Y., Wang L., Fang H., Li J., Zwaag S. v. d., Xu W.* Robust additive manufacturable Ni superalloys designed by the integrated optimization of local elemental segregation and cracking susceptibility criteria // *Acta Mater.* 2024. V. 266. P. 119658.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2024.119658>
9. *Ren N., Li J., Zhang R., Panwisawas C., Xia I M., Dong H., Li J.* Solute trapping and non-equilibrium microstructure during rapid solidification of additive manufacturing // *Nat Commun.* 2023. V. 14. P. 7990.  
<https://doi.org/10.1038/s41467-023-43563-x>
10. *Kontis P., Mohd Yusof H.A., Pedrazzini S., Danaie M., Moore K.L., Bagot P.A.J., Moody M.P., Grovenor C.R.M., Reed R.C.* On the effect of boron on grain boundary character in a new polycrystalline superalloy // *Acta Mater.* 2016. V. 103. P. 688–699.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.10.006>
11. *Gopinath K., Gogia A.K., Kamat S.V., Ramamurty U.* Dynamic strain ageing in Ni-base superalloy 720Li // *Acta Mater.* 2009. V. 57 (4). P. 1243–1253.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.11.005>
12. *Bagot P.A.J., Silk O.B.W., Douglas J.O., Pedrazzini S., Crudden D.J., Martin T.L., Hardy M.C., Moody M.P., Reed R.C.* An Atom Probe Tomography study of site preference and partitioning in a nickel-based superalloy // *Acta Mater.* 2017. V. 125. P. 156–165.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.11.053>
13. *Porollo S.I., Konobeev Yu.V., Garner F.A.* Swelling and microstructure of austenitic stainless steel ChS-68 CW after high dose neutron irradiation // *J. Nucl. Mater.* 2009. V. 393. P. 61–66.  
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2009.05.005>
14. *Шульга А.В.* // *Ядерн. физ. инжинир.* 2024. Т. 15 (2). С. 116–132.  
<https://doi.org/10.56304/S2079562923010268>  
[*Shulga A.V.* Comparative Study of the Structure Features of Rapidly Quenched REP Powders, PM HIP Compacts, and Products of Austenitic Stainless Steels and Their Traditional Counterparts // *Phys. At. Nucl.* 2023. V. 86 (9). P. 1998–2012.  
<https://doi.org/10.1134/S1063778823090235>]
15. *Shulga A.V.* Anomalous Particles (Granules) In PREP-Powders. A Multiscale Study of The Structure Evolution of the PM HIP Stainless Steels under Hot Deformation and Heat Treatment. *World PM Congress and Exhibition 2022. October 9–13, 2022. Lyon, France. Hot Isostatic Pressing.* P. 1–6.
16. *Aboulfadl H., Deges J., Choi P., Raabe D.* Dynamic strain aging studied at the atomic scale // *Acta Mater.* 2015. V. 86. P. 34–42.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.12.028>
17. *Epperly E.N., Sills R.B.* Transient solute drag and strain aging of dislocations // *Acta Mater.* 2020. V. 193. P. 1–9.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.03.031>
18. *Lee S.-Y., Takushima C., Hamada J., Nakada N.* Macroscopic and microscopic characterizations of Portevin-LeChatelier effect in austenitic stainless steel using high-temperature digital image correlation analysis // *Acta Mater.* 2021. V. 205. P. 116560.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116560>
19. *Zhang F., Bower A.F., Curtin W.A.* The influence of serrated flow on necking in tensile specimens // *Acta Mater.* 2012. V. 60. P. 43–50.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.09.008>
20. *Havner K.S.* On the onset of necking in the tensile test // *Int. J. Plast.* 2004. V. 20. P. 965–978.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2003.05.004>
21. *Charpagne M.A., Hestroffer J.M., Polonsky A.T., Echlin M.P., Texier D., Valle V., Beyerlein I.J., Pollock T.M., Stinville J.C.* Slip localization in Inconel 718: A three-dimensional and statistical perspective // *Acta Mater.* 2021. V. 215. P. 117037.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117037>
22. *Ho H., Risbet M., Feaugas X.* On the unified view of the contribution of plastic strain to cyclic crack initiation: impact of the progressive transformation of shear bands to persistent slip bands // *Acta Mater.* 2025. V. 85. P. 155–167.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.11.020>
23. *Stinville J.C., Martin E., Karadge M., Ismonov S., Soare M., Hanlon T., Sundaram S., Echlin M.P., Callahan P.G., Lenthe W.C., Miller V.M., Miao J., Wessman A.E., Finlay R., Loghin A., Marte J., Pollock T.M.* Fatigue deformation in a polycrystalline nickel base superalloy at intermediate and high temperature: competing failure modes // *Acta Mater.* 2018. V. 152. P. 16–33.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.03.035>
24. *Nikulin I., Kaibyshev R.* Deformation behavior and the Portevin-Le Chatelier effect in a modified 18Cr–8Ni stainless steel // *Mater. Sci. Eng. A.* 2011. V. 528. P. 1340–1347.  
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.10.056>
25. *Sills R.B., Cai W.* Solute drag on perfect and extended dislocations // *Philos. Mag.* 2016. V. 96. P. 895–921.  
<https://doi.org/10.1080/14786435.2016.1142677>
26. *Peng G., Gan X., Jiang Y., Li Z., Zhou K.* Effect of dynamic strain aging on the deformation behavior and microstructure of Cu–15Ni–8Sn alloy // *J. Alloys*

- Compd. 2017. V. 718. P. 182–187.  
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.05.127>
27. Zhang X., Zhou D., Li Y., Zhang D. Concurrent dynamic strain aging and dynamic precipitation evades strength-ductility trade-off in a high Mg-content aluminum crossover alloy // *Mater. Sci. Eng. A*. 2022. V. 854. P. 143800.  
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143800>
28. Kuang W., Was G.S. The effects of strain rate and carbon concentration on the dynamic strain aging of cold rolled Ni-based alloy in high temperature water // *Scr. Mater.* 2015. V. 107. P. 107–110.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.05.033>
29. Hayes R.W., Hayes W.C. On the mechanism of delayed discontinuous plastic flow in an age-hardened nickel alloy // *Acta Metall.* 1982. V. 30. P. 1295–1301.  
[https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90148-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90148-1)
30. Cui C., Zhang R., Zhou Y., Sun X. Portevin-Le Châtelier effect in wrought Ni-based superalloys: Experiments and mechanisms // *J. Mater. Sci. Technol.* 2020. V. 51. P. 16–31.  
<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.03.023>
31. Koyama M., Sawaguchi T., Tsuzaki K. Overview of dynamic strain aging and associated phenomena in Fe–Mn–C austenitic steels // *ISIJ Int.* 2018. V. 58 (8). P. 1383–1395.  
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-237>
32. Jin D., Li J., Shao N. The effect of dynamic strain aging on fatigue property for 316L stainless steel // *J. Mater. Res.* 2016. V. 31 (5). P. 627–634.  
<https://doi.org/10.1557/jmr.2016.49>
33. Kuang W., Was G.S. The effects of strain rate and carbon concentration on the dynamic strain aging of cold rolled Ni-based alloy in high temperature water // *Scr. Mater.* 2015. V. 107. P. 107–110.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.05.033>
34. Hayes R.W. On a proposed theory for the disappearance of serrated flow in F.C.C Ni alloys // *Acta Metall.* 1983. V. 31. P. 365–371.  
[https://doi.org/10.1016/0001-6160\(83\)90213-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90213-4)
35. Karlsson L., Nordén H., Odelius H. Non-equilibrium grain boundary segregation of boron in austenitic stainless steel – I. Large scale segregation behaviour // *Acta Metall.* 1988. V. 36 (1). P. 1–12.  
[https://doi.org/10.1016/0001-6160\(88\)90023-5](https://doi.org/10.1016/0001-6160(88)90023-5)
36. Шульга А.В. // *Ядерн. физ. инжинир.* 2023. Т. 14 (1). С. 27–45.  
<https://doi.org/10.56304/S2079562922030484> [Shulga A.V. The Nature of Anomalous Particles (Granules) in Rapidly Quenched PREP Powders: III. Multi-scale Study of Behavior of Boron and Carbon in PM HIP Compacts of High Temperature Ni-Based Superalloys under Hot Deformation and Heat Treatment // *Phys. At. Nucl.* 2021. V. 84 (11). P. 1801–1816.  
<https://doi.org/10.1134/S1063778822100581>].
37. Radin I.V., Ryabova G.G., Perfilov V.V. Two-element track autoradiography of boron and nitrogen in various materials // *Nucl. Tracks Radiat. Meas.* 1992. V. 20. P. 297–300.  
[https://doi.org/10.1016/1359-0189\(92\)90055-Z](https://doi.org/10.1016/1359-0189(92)90055-Z)
38. Anderson P.M., Hirth J.P., Lothe J. *Theory of Dislocations* (3rd Ed.). 2017. Cambridge: Cambridge Univ.
39. Kontis P., Yusof H.A.M., Pedrazzini S., Danaie M., Moore K.L., Bagot P.A.J., Moody M.P., Grovenor C.R.M., Reed R.C. On the effect of boron on grain boundary character in a new polycrystalline superalloy // *Acta Mater.* 2016. V. 103. P. 688–699.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.10.006>
40. Mehrer H. *Diffusion in Solids. Fundamentals, Methods, Materials, Diffusion-Controlled Processes*, Springer Series in Solid-State Sciences. 2007. V. 155. Berlin: Springer.  
<https://doi.org/10.1007/978-3-540-71488-0>
41. Bhadeshia H.K.D.H. *Theory of Transformations in Steels*. 2021. Boca Raton: CRC Press.
42. Shulga A.V. The Nature of Anomalous Particles (Granules) in Rapidly Quenched PREP Powders: III. Multi-scale Study of Behavior of Boron and Carbon in PM HIP Compacts of High Temperature Ni-Based Superalloys under Hot Deformation and Heat Treatment, Proc. Euro PM 2021 Congress & Exhibition. 18–22 October. 2021. High Temperature Applications. P. 1–6.
43. Hu X.B., Niu H.Y., Ma X.L., Oganov A.R., Fisher C.A.J., Sheng N.C., Liu J.D., Jin T., Sun X.F., Liu J.F., Ikumura Y. Atomic-scale observation and analysis of chemical ordering in  $M_3B_2$  and  $M_5B_3$  borides // *Acta Mater.* 2018. V. 149. P. 274–284.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.02.055>
44. Sabol G.P., Stickler R. Microstructure of Nickel-Based Superalloys // *Phys. Status Sol.* 1969. V. 35 (11). P. 11–52.  
<https://doi.org/10.1002/pssb.19690350102>
45. Karlsson L., Nordén H. Non-equilibrium grain boundary segregation of boron in austenitic stainless steel – IV. Precipitation behaviour and distribution of elements at grain boundaries // *Acta Metall.* 1988. V. 36 (1). P. 35–48.  
[https://doi.org/10.1016/0001-6160\(88\)90026-0](https://doi.org/10.1016/0001-6160(88)90026-0)
46. Harte A., Atkinson M., Smith A., Drouven C., Zaefferer S., Quinta da Fonseca J., Preuss M. The effect of solid solution and gamma prime on the deformation modes in Ni-based superalloys // *Acta Mater.* 2020. V. 194. P. 257–275.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.04.004>
47. León-Cázares F.D., Schlütter R., Jackson T., Galindo-Nava E.I., Rae C.M.F. A multiscale study on the morphology and evolution of slip bands in a nickel-based superalloy during low cycle fatigue // *Acta Mater.* 2020. V. 182. P. 47–59.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.10.033>
48. Shulga A.V. Analysis of Boron Behavior in The High-Temperature Ni-Based PM HIP Superalloys by the Use of a Firstly Proposed TTT Diagram. Euro PM Congress and Exhibition 2023. October 1–4, 2023. Lisbon, Portugal. 2023. High Temperature Materials – Ni and Co based Superalloys. P. 1–7.
49. Park K., Withey P. Compositions of gamma and gamma prime phases in an as-cast nickel-based single crystal superalloy turbine blade // *Crystals*. 2022. V. 12 (2). P. 299.  
<https://doi.org/10.3390/cryst12020299>
50. Reed R., Tao T., Warnken N. *Alloys-By-Design: Application to nickel-based single crystal superalloys* // *Acta*

- Mater. 2009. V. 57. P. 5898–5913.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.08.018>
51. Sun C.T., Jin Z.-H. Fracture Mechanics. 2012. Waltham: Academic Press.  
<https://doi.org/10.1016/C2009-0-63512-1>
  52. Gross D., Seelig T. Fracture Mechanics. Mechanical Engineering Series. 2018. Cham: Springer.  
<https://doi.org/10.1007/978-3-319-71090-7>
  53. Stepanova L., Roslyakov P., Lomakov P. A Photoelastic Study for Multiparametric Analysis of the Near Crack Tip Stress Field Under Mixed Mode Loading. 21st Eur. Conf. Fracture, ECF21. June 20–24. 2016. Catania, Italy. Structural Integrity Procedia. 2016. V. 2. P. 1797–1804.
  54. Pisarev V.S., Matvienko Y.G., Eleonsky S.I., Odintsev I.N. Combining the crack compliance податливость method and speckle interferometry data for determination of stress intensity factors and T-stresses // Eng. Fract. Mech. 2017. V. 179. P. 348–374.  
<https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2017.04.029>
  55. Janssen M., Zuidema J., Wanhill R.J.H. Fracture Mechanics (2nd Ed.). 2006. Abingdon: Spon Press.
  56. Pippan R., Zelger C., Gach E., Bichler C., Weinhandl H. On the mechanism of fatigue crack propagation in ductile metallic materials // Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 2010. V. 34. P. 1–16.  
<https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.2010.01484.x>
  57. Li X., Li W., Irving D.L., Varga L.K., Vitos L., Schonecker S. Ductile and brittle crack-tip response in equimolar refractory highentropy Alloys // Acta Mater. 2020. V. 189. P. 174–187.  
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.03.004>
  58. Dunand D.C., Mortensen A. Relaxed configuration of a row of punched prismatic dislocation loops // Scr. Metall. Mater. 1991. V. 25. P. 607–612.  
[https://doi.org/10.1016/0956-716X\(91\)90100-F](https://doi.org/10.1016/0956-716X(91)90100-F)
  59. Dunand D.C., Mortensen A. On plastic relaxation of thermal stresses in reinforced metals // Acta Metall. Mater. 1991. V. 39 (2). P. 127–139.  
[https://doi.org/10.1016/0956-7151\(91\)90261-X](https://doi.org/10.1016/0956-7151(91)90261-X)
  60. Ohr S.M. An Electron Microscope Study of Crack Tip Deformation and its Impact on the Dislocation Theory of Fracture // Mater. Sci. Eng. 1985. V. 72. P. 1–35.  
[https://doi.org/10.1016/0025-5416\(85\)90064-3](https://doi.org/10.1016/0025-5416(85)90064-3)

## Features of Boron Behavior During Dynamic Strain Aging in a High Temperature Ni-based Superalloy Produced BY PM HIP Technology – I. High Temperature Tensile Testing

A. V. Shulga\*

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

\*e-mail: [avshulga@mephi.ru](mailto:avshulga@mephi.ru)

Received July 20, 2025; revised July 20, 2025; accepted July 28, 2025

**Abstract**—The results of a comprehensive multiscale study of the structure and distribution of boron in the fracture zone of high temperature Ni-based superalloy EP741NP, produced by PM HIP technology using rapidly quenched PREP powder, after high-temperature tensile test are presented. A detailed study of the macro-, meso-, microstructures and distribution of boron in the fracture zone was carried out using the direct nuclear-physical method of track autoradiography on boron in cooperation with metallographic (LM), (SEM), (EDX) and OIM methods. The effect of dynamic strain aging (DSA) with the engagement of boron at the fracture stage was revealed. It consists in intensive boron migration in the plastic deformation zone of the neck with an abnormally high effective diffusion coefficient and the formation of large allotriomorphic precipitates of the boride phase  $M_3B_2$  on the mesoscale shear loop and mesoscale shear bands of the Portevin-Le Chatelier (PLC) type in the loop crown, localized around the opening mesoscale crack in the area of localized deformation of the neck. The revealed effect of DSA with the engagement of boron is similar to the effect of DSA with the engagement of carbon and the formation of PLC bands decorated with dispersed carbides in nickel-based superalloys and austenitic stainless steels at the stage of work hardening.

**Keywords:** high temperature nickel superalloy, PM HIP technology, rapidly quenched PREP powder, fracture zone, microstructure, boron, track autoradiography, mesoscale type I crack, mesoscale shear loop and mesoscale PLC shear bands, DSA effect