

УДК 669.017:536.421

ПРИРОДА АНОМАЛЬНЫХ ЧАСТИЦ (ГРАНУЛ) В БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ PREP ПОРОШКАХ – II. МНОГОУРОВНЕВОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ PREP-ПОРОШКОВ И ПМ ГИП КОМПАКТОВ СУПЕРСПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Ni И КОРРОЗИОННО-СТОЙКИХ СТАЛЕЙ

© 2020 г. А. В. Шульга*

^aНациональный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, Москва, 115409 Россия

*e-mail: avshulga@mephi.ru

Поступила в редакцию 25.06.2020 г.

После доработки 25.06.2020 г.

Принята к публикации 25.06.2020 г.

Формирование аномальных частиц (гранул), с существенно отличным содержанием микро-легирующих элементов внедрения углерода и бора, характеризует неоднородность состава быстрозакаленных частиц порошков жаропрочных суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей, изготовленных методом PREP. Детальное многоуровневое экспериментальное исследование микро-структуры PREP порошков и ПМ ГИП-компактов суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей проведено с целью выявления особенностей микро-структуры аномальных гранул в исходном и консолидированном состоянии. Использовались прямые ядерные методы активационной автордиографии по углероду, трековая автордиография по бору, металлография, SEM, EDX и OIM. Выявлено существенное влияние углерода и бора на дендритную сегрегацию карбидо- и боридо-образующих легирующих элементов в аномальных гранулах. Установлены особенности поведения углерода и бора, определяющие формирование микро-структуры аномальных гранул и их сохранение в ПМ ГИП компактах.

Ключевые слова: суперсплавы на основе Ni, коррозионно-стойкие стали, быстрозакаленные порошки, PREP-, ПМ ГИП методы, автордиография, углерод, бор, микро-структура

DOI: 10.1134/S2079562919050221

1. ВВЕДЕНИЕ

PREP (Plasma Rotating Electrode Process) метод широко используется для получения быстрозакаленных порошков сферической формы для ПМ ГИП и АТ технологий изготовления изделий из суперсплавов на основе Ni, коррозионно-стойких сталей, сплавов на основе титана и других сплавов сложного состава [1–7]. Качество быстрозакаленных порошков, в частности однородность состава частиц порошков (гранул), получаемых PREP методом, является важнейшим фактором, определяющим высокое качество продукции.

Наиболее существенным фактором улучшения структуры и механических свойств полуфабрикатов и изделий из жаропрочных сплавов на основе Ni, коррозионно-стойких сталей и других сложнолегированных сплавов, изготовленных с использованием ПМ ГИП и АТ технологий, являются структурно-фазовые эффекты технологической операции быстрой закалки расплава при высокоскоростном охлаждении расплава в результате его распыления [1, 4].

Согласно терминологии технологии традиционной термической обработки сплавов, критическая скорость охлаждения определяется T–T диаграммой, т.е., кинетикой протекания нормального диффузионного фазового превращения, в данном случае – кристаллизации при получении быстрозакаленного порошка в результате затвердевания дисперсных капель расплава. Последующая консолидация быстрозакаленных сферических PREP порошков горячим изостатическим прессованием (ПМ ГИП технология – отечественная промышленная технология – гранульная металлургия [1, 4].) или селективным сплавлением (АТ технологии [2, 3, 7]) позволяет избежать ограничений традиционной технологии изготовления суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей и других сложнолегированных сплавов, обусловленных формированием неустраняемой неоднородности состава – значительной ликвации уже на стадии выплавки крупных слитков [1, 4].

Образование аномальных частиц быстрозакаленного порошка (гранул) со значительно разли-

Таблица 1. Химический состав исследованных суперсплавов на основе Ni типа EP962 и EP741 (мас. %)

Материал	Ni	Al	Ti	Cr	Co	W	Mo	Nb	Hf	V	C	B
EP962	Bal.	4.1	2.5	12.7	9.9	3.4	4.5	3.8	0.4	0.3	0.07	0.015
EP741	Bal.	5.1	1.8	8.6	15.6	5.7	3.9	2.7	0.29	–	0.06	0.015

Таблица 2. Химический состав исследованных аустенитных коррозионно-стойких сталей (мас. %)

Материал	Fe	Cr	Ni	Mo	Nb	C	B
EP 172 тип AISI 316	Bal.	15.9	15.1	2.8	0.8	0.08	0.008
EP 168	Bal.	18.1	15.2	–	–	0.15	0.23

чающейся концентрацией легирующих элементов, в первую очередь микролегирующих элементов углерода и бора, оказывающих доминирующее влияние на формирование структуры и свойства, характеризует неоднородность состава частиц PREP порошков суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей [8–10].

Наличие аномальных частиц быстрозакаленного PREP-порошка (гранул) в ПМ ГИП компактах и изделиях суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей является основным фактором нежелательной неоднородности суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей, негативно влияющим на служебные и технологические свойства.

Многоуровневое исследование PREP порошков и ПМ ГИП компактов из суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей обеспечивает возможность и является важным для выявления природы аномальных частиц (гранул) в быстрозакаленных PREP порошках, для развития материаловедческих основ ПМ ГИП технологии жаропрочных суперсплавов и коррозионно-стойких сталей, а также для оптимизации PREP метода получения быстрозакаленных порошков и ПМ ГИП технологии жаропрочных суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей [8].

Целью работы является многоуровневое исследование особенностей структуры, поведения углерода и бора в быстрозакаленных PREP порошках и ПМ ГИП компактах суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей, содержащих аномальные гранулы.

2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Состав исследованных суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей приведен в табл. 1, 2.

Быстрозакаленные сферические порошки исследованных суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей получены PREP методом центробежного распыления быстровращающегося

электрода, оплаваемого плазмой (Plasma Rotating Electrode Process).

Консолидация порошков проводилась методом горячего изостатического прессования со следующими параметрами для суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей: 1200°C, 150 МПа; и 4 ч и 1200°C, 120 МПа и 1 ч, соответственно. Методы активационной автордиографии по углероду, трековой автордиографии по бору, металлографии (LM), SEM, EDX, OIM, использовались для изучения особенностей макро- и микроструктуры, распределения легирующих элементов.

Активационная автордиография по углероду проводилась с использованием ядерной реакции $^{12}\text{C}(d, n)^{13}\text{N}$ с 2 МэВ дейтронами. Для оценки времени экспозиции проводилось измерение интенсивности индуцированного β -излучения с использованием высокочувствительного β -радиометр, что позволяло точно измерять интегральную интенсивность β -излучения, пропорциональную концентрации углерода в твердом растворе и в виде дисперсных выделений углерод содержащих фаз.

Этот прямой ядерно-физический метод позволяет с высокой чувствительностью реализовать многоуровневое исследование пространственного распределения углерода с высоким разрешением с возможностью осуществления перехода от макроуровня при анализе макроструктуры, до мезо- и микроуровней.

Трековая автордиография по бору основана на использовании ядерной реакции $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$ на тепловых нейтронах и имеет высокую чувствительность (минимальная концентрация бора составляет ~1 ppm), также позволяет осуществлять многоуровневое исследование пространственно-го распределения бора с высоким разрешением.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты активационной автордиографии по углероду и трековой автордиографии по бору быстрозакаленных порошков суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей выяви-

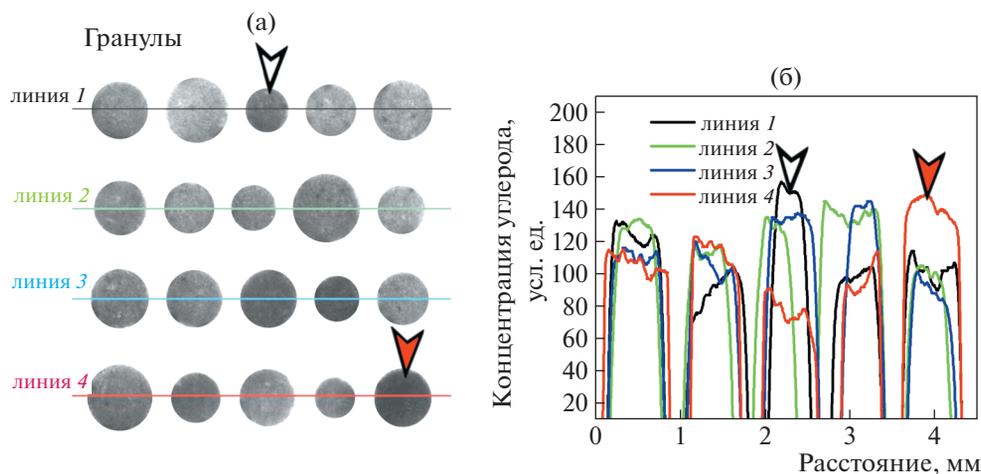


Рис. 1. Активационные автордиограммы по углероду (а) и соответствующие профили концентрации углерода (б) вдоль поперечного сечения, отмеченного линиями 1–4 в сферических частицах быстрозакаленного порошка (гранулах) аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168. Стрелки показывают аномальные частицы (гранулы), красная стрелка указывает на аномальную гранулу, детально исследованную в дальнейшем (ROI).

ли присутствие аномальных частиц (гранул) с высокой концентрацией углерода и бора в быстро закаленных порошках, полученных PREP методом.

На рис. 1 приведены активационные автордиограммы по углероду и соответствующие профили концентрации углерода в быстрозакаленных сферических частицах порошка (гранулах) аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, полученных PREP методом.

В результате исследований, проведенных методами LM, SEM, OIM, установлены особенности дендритной и ячеистой структуры аномальных гранул (рис. 2). На периферии гранулы размер зерна дендритной структуры меньше, и, соответственно, длина осей дендритов существенно ниже, а также наблюдается образование ячеистой структуры. Формирование дендритной структуры происходит в условиях весьма высоких термических напряжений при значительных термических градиентах, что характеризуется, например, углами разориентации вдоль первичных осей $\sim 10^\circ$.

Выявлено, что вырожденная метастабильная эвтектика [11–13] декорирует дендритную структуру и образует массивные области размером в десятки микрометров (рис. 3). В отличие от равновесной эвтектики, в указанной области вырожденной метастабильной эвтектики обнаружена

только одна борокарбидная фаза, значительно обогащенная бором и углеродом.

Установлена значительная неоднородность состава вырожденной эвтектики. В табл. 3 приведено соотношение легирующих элементов в двух точках 1 и 2 (рис. 3) вырожденной эвтектики. Точка 1, соответствует возвышению, а точка 2 понижению рельефа, обусловленного менее интенсивным травлением в точке 1, что коррелирует с повышенным содержанием Cr в этой точке. Следует отметить, что в аномальных гранулах обнаружено значительное увеличение толщины прослойки борокарбидной фазы вырожденной метастабильной эвтектики, что коррелирует со значительно более высокой концентрацией бора и углерода в аномальных гранулах, установленной методами автордиографии (рис. 1).

Декорирование дендритной структуры в быстрозакаленном PREP порошке коррозионно-стойкой стали EP172 со значительно более низким содержанием углерода и бора, чем в стали EP168, обусловлено, главным образом, дендритной сегрегацией углерода и бора без образования вырожденной эвтектики. Декорирование дендритной структуры проявляется также вследствие образования цепочек мелких выделений карбидной фазы (рис. 4).

Аустенитная коррозионно-стойкая сталь EP172 характеризуется более низкой степенью

Таблица 3. Соотношение (ат. %) легирующих элементов в двух точках 1 и 2 (рис. 3) вырожденной эвтектики (борокарбидная фаза) в аномальной грануле аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168

Partition ratio	FeK	CrK	NiK	CK	BK
Two points	1.04	1.42	0.77	0.82	1.07

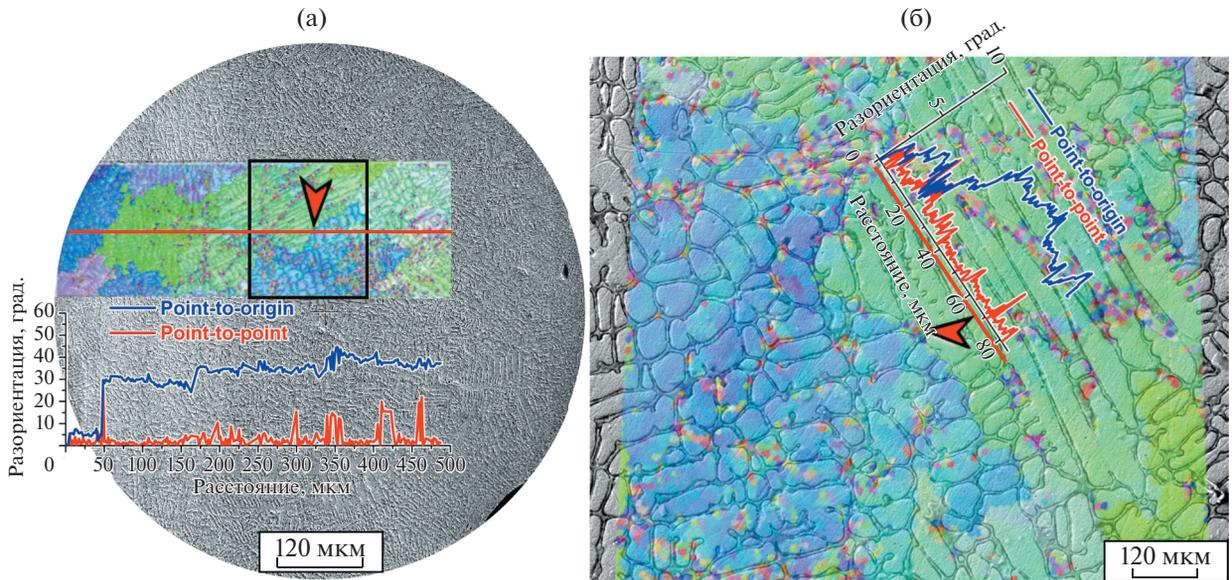


Рис. 2. Микроструктура SEM и OIM аномальной гранулы аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, помеченной красной стрелкой (см. рис. 1): (а) суперпозиция микроснимков SEM + IPF + разориентация; (б) те же результаты для области, выделенной прямоугольником на рис. 2а.

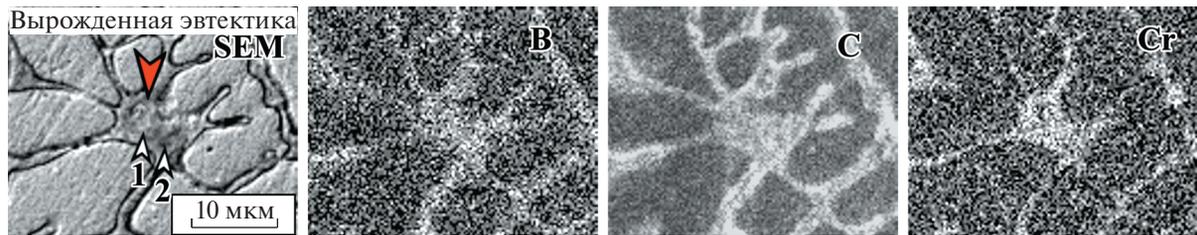


Рис. 3. Микроструктура SEM и EDX карты распределения легирующих элементов (В, С, Cr) в междендритной области (область вырожденной эвтектики) аномальной гранулы аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, отмеченной красной стрелкой (см. рис. 1 и 2). Белые стрелки 1 и 2 указывают точки 1 и 2 EDX анализа.

неоднородности быстрозакаленного PREP порошка, т.е., менее склонна к образованию аномальных гранул. Интенсивность индуцированного бета-излучения, измеренная с помощью высокочувствительного β -радиометра при активации автордиографии по углероду для стали EP172, составила 5600 cps против 12100 cps для стали

EP168 из-за значительно более низкого содержания углерода в стали EP172.

Таким образом, повышение содержания углерода и бора при сопоставимом содержании карбидо- и боридобразующих легирующих элементов в исследованных аустенитных коррозионно-стойких сталях, приводит к повышению макронеодно-

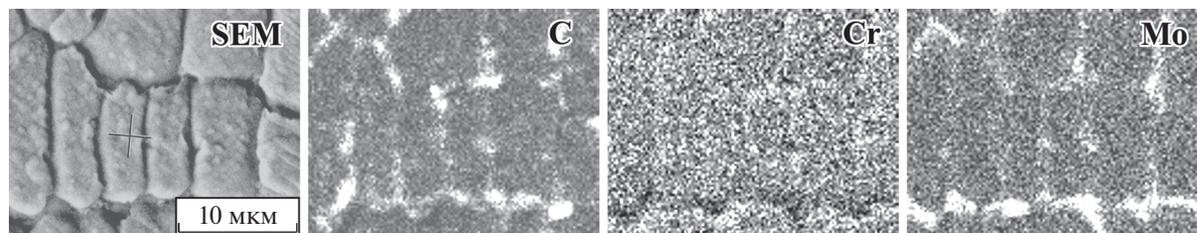


Рис. 4. Микроструктура SEM и EDX карты распределения легирующих элементов (Cr, С, Mo) декорирующей дендритную структуру в частице быстрозакаленного PREP порошка (грануле) аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172.

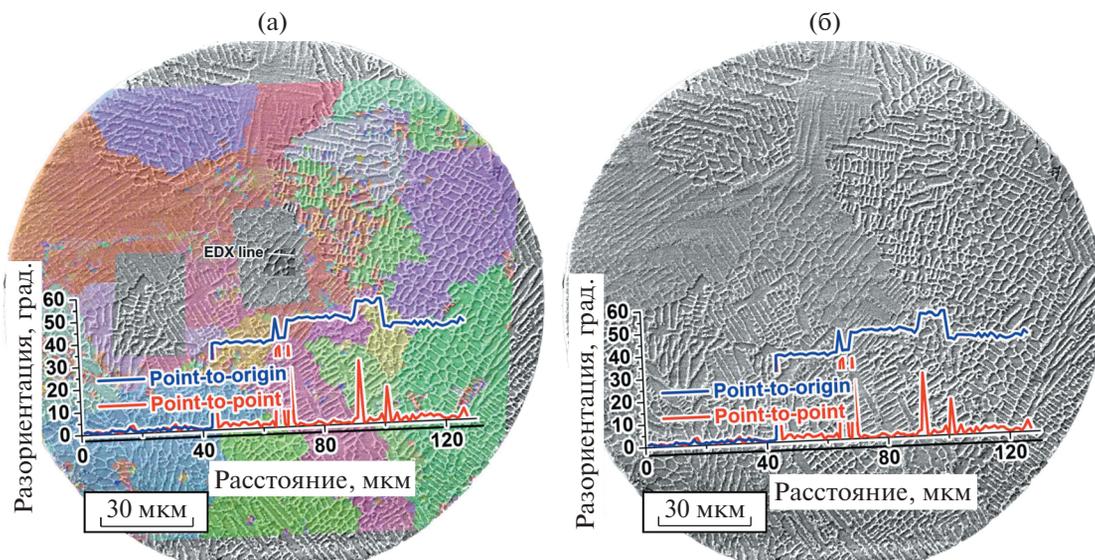


Рис. 5. Микроструктура SEM и OIM сферической частицы быстроокаленного PREP порошка (гранулы) суперсплава на основе Ni EP962: (а) суперпозиция SEM + IPF + разориентации, (б) суперпозиция SEM и разориентации.

родности распределения углерода и бора, возрастанию интенсивности образования аномальных гранул. Полученный результат свидетельствует о доминирующем влиянии содержания указанных микролегирующих элементов характеризующихся минимальными значениями коэффициентов распределения на формирование аномальных гранул.

Следует отметить, что переход от PREP метода к его модификации с использованием предварительного плавления расходимого электрода и последующего распыления расплава на вращающейся тарели существенно снижает склонность к образованию аномальных гранул аустенитной коррозионно-стойкой стали ЭП168. Полученный результат свидетельствует о доминирующей причине формирования аномальных гранул в быстроокаленных PREP порошках в условиях предельно малого объема зоны оплавления кратера быстроокаленного электрода и, следовательно, недостаточной гомогенизации расплава при использовании PREP метода.

На рис. 5, 6 показаны результаты исследования методами SEM, EDX и OIM быстроокаленной сферической частицы (гранулы) суперсплава на основе Ni EP962 и EP741. Более отчетливо наблюдаемое декорирование дендритной и ячеистой структуры обусловлено сегрегацией углерода, бора, карбидо- и боридообразующих легирующих элементов в междендритных зонах [14–16] установлено в суперсплаве на основе Ni EP962 (рис. 5).

Сферические частицы (гранулы) исследованных суперсплавов на основе Ni типа EP962 и EP741 характеризуются дисперсной дендритной

структурой со средним размером дендритного зерна $\sim 30\text{--}50$ мкм. В микроструктуре сферических быстроокаленных частиц суперсплава на основе Ni типа EP962 обнаружено четко наблюдаемое образование вторичных дендритных ветвей с расстоянием между дендритными ветвями (DAS): ~ 3 мкм для размера частиц ~ 175 мкм, и с высоким значением сегрегационного отношения легирующих элементов (CO). Отношение сегрегационное ($CO = C_{\text{interaxis}}/C_{\text{axis}}$) для основных легирующих карбидо и боридообразующих элементов, углерода и бора в грануле суперсплава на основе Ni EP962, которое обратно пропорционально коэффициенту распределения (k_0) легирующих элементов, имеет следующие значения: для Nb (1.84), Mo (1.51), Hf (1.55), Ti (1.32), C (1.87), B (1.39) и демонстрирует корреляцию с значением k_0 для этих элементов в никеле [6, 17, 18].

Сферические быстроокаленные частицы (гранулы) исследованного суперсплава на основе Ni EP741 характеризуются менее интенсивным ростом вторичных ветвей по сравнению со сферическими частицами исследованного суперсплава на основе Ni типа EP962. Поэтому для сферических частиц суперсплава на основе Ni типа EP741 вышеупомянутые закономерности для DAS и коэффициент сегрегации, трудно выявить из-за слаборазрешимых вторичных дендритных ветвей в этом сплаве.

Для ПМ ГИП компактов аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168 на рис. 7 представлена автордиограмма по углероду и соответствующие профили концентрации углерода вдоль поперечного сечения, отмеченные тремя линиями (1–3). Аномальные гранулы, обозна-

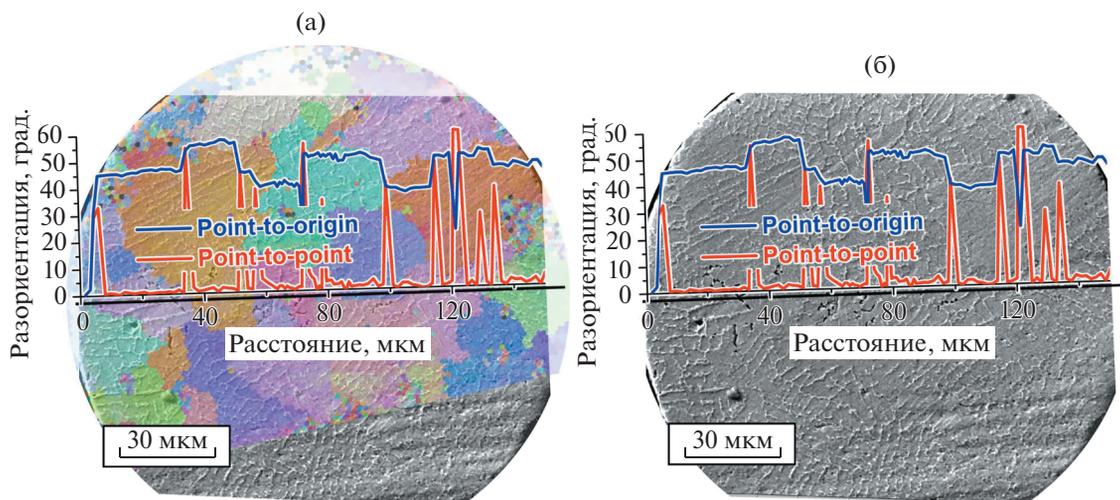


Рис. 6. Микроструктура SEM и OIM сферической частицы быстрозакаленного PREP порошка (гранулы) суперсплава на основе Ni EP741: (а) суперпозиция SEM + IPF + разориентации, (б) суперпозиция SEM и разориентации.

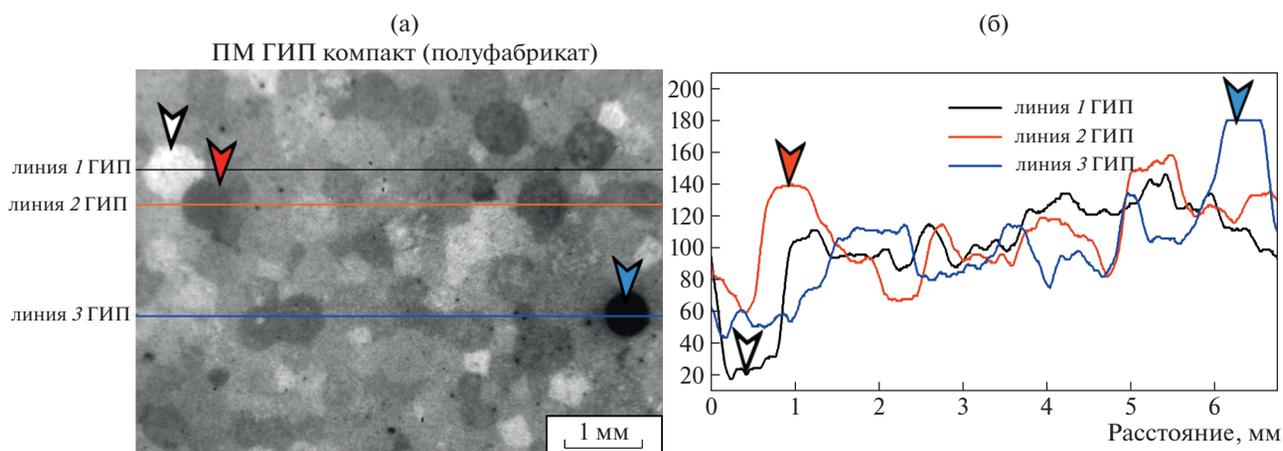


Рис. 7. Авторадиограмма по углероду (а) и соответствующие профили концентрации углерода (б) в поперечном сечении, вдоль трех отмеченных линий (1–3) в ПМ ГИП компакте аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168. Стрелками обозначены anomальные гранулы.

ченные стрелками, характеризуются значительно отличающейся концентрацией углерода с разницей приблизительно до 80% по сравнению со средней концентрацией углерода в гранулах в ПМ ГИП компакте. Красная и синяя стрелки указывают на anomальные гранулы, значительно обогащенные углеродом, а белая стрелка указывает на частицу со значительно более низкой концентрацией углерода.

Многоуровневое исследование с применением суперпозиции активационных авторадиограмм по углероду, трековых авторадиограмм по бору с микроструктурой LM и SEM (рис. 7–9) позволяет выявить обогащение anomальных гранул углеродом и бором, а также детали их распре-

деления. На рис. 8 показана микроструктура SEM и трековая авторадиограмма по бору в областях anomальных гранул (показаны белой и красной стрелкой на рис. 7–9) ПМ ГИП компакта аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168.

Многоуровневый поэтапный переход от изучения макроструктуры (рис. 7) к изучению микро (рис. 8, 9) и наноструктуры ROI (Region of Interest) применялся для изучения природы упомянутой выше anomально высокой концентрации углерода и бора в anomальных гранулах.

В ходе экспериментов установлено высокое пространственное разрешение трековых авторадиограмм по бору, которое согласно вставкам на рис. 8 на уровне микрометра [6, 19]. В частности,

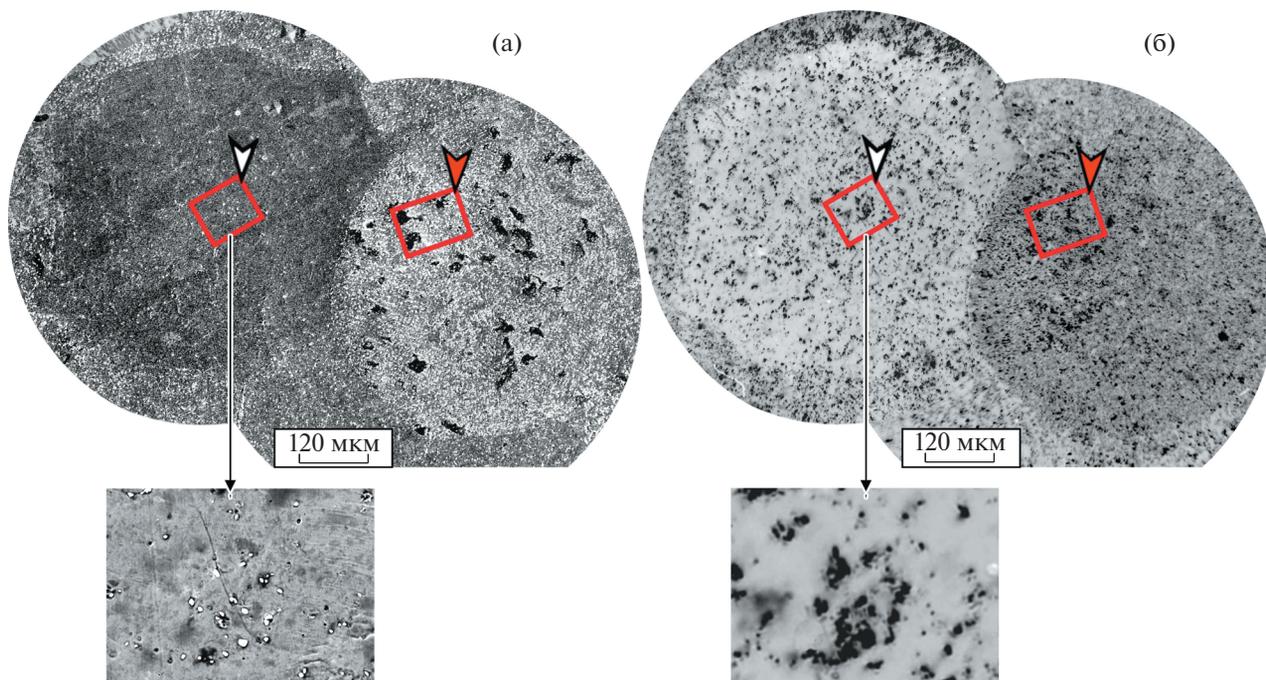


Рис. 8. SEM (а) и трековая авторадиграмма по бору (б) в области аномальных гранул (обозначенных белой и красной стрелками на рис. 7) ПМ ГИП компакта аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168. Стрелки показывают ROI в аномальных частицах (гранулах). Внизу приведены увеличенные фрагменты (ROI) для SEM и ТА.

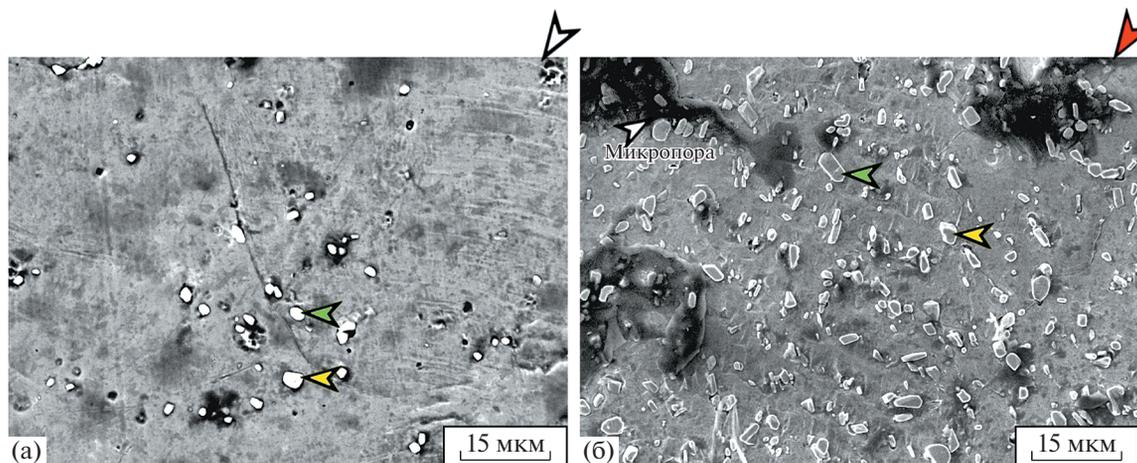


Рис. 9. Микроструктура SEM областей ROI аномальных гранул (обозначенных белой и красной стрелками на рис. 8) ПМ ГИП компакта аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, полученной с использованием быстрозакаленного PREP порошка.

в указанных областях ROI (рис. 9) с использованием трековой авторадиграммы выявлены отдельные частицы 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 многочисленных выделений.

В аномальных гранулах обнаружены два типа выделений, обогащенных углеродом и бором (рис. 9). Типичное соотношение содержания легирующих элементов в карборидах по сравнению с борокарбидами (С–В/В–С) представлено в табл. 4. Выделения типа В–С имеют округлую овальную форму, тогда как выделения типа С–В характеризуются предпочтительно ограниченной формой. Это различие в морфологии вышепо-

Таблица 4. Соотношение (ат. %) концентрации легирующих элементов в карбоборидных и борокарбидных выделениях в аномальных гранулах коррозионно-стойкой стали EP168

Partition ratio	FeK	CrK	NiK	CK	BK
C–B/B–C	0.94	0.94	0.32	3.79	0.74

Таблица 5. Химический состав (мас. %) областей A1, A2 на рис. 10 образца ПМ ГИП компакта суперсплава на основе Ni

Области	Ni	Al	Ti	Cr	Co	W	Mo	Nb	V	C	B
A1	59.4	3.35	2.47	10.2	9.43	3.36	4.33	4.24	0.28		
A2	62.5	3.68	2.15	10.3	9.53	4	4.05	3.42	0.15		
A1/A2	0.95	0.91	1.15	0.99	0.99	0.84	1.07	1.24	1.86	1.35	1.17

мянутых выделений соответствует такому различию в морфологии между карбидами и боридами в суперсплавах на основе Ni.

Важно отметить, что в аномальной грануле, указанной красной стрелкой на рис. 8, обнаружено образование микропористости (рис. 9), очевидно, вследствие протекания при проведении технологической операции ПМ ГИП интенсивной диффузии легирующих элементов между аномальной гранулой и окружающим материалом [20].

Активационная автораддиограмма по углероду и микроструктура ПМ ГИП компакта суперсплава на основе Ni EP962 представлены на рис. 10. Аномальные гранулы, обозначенные стрелками и пронумерованные 1–6, характеризуются существенно более высокой концентрацией углерода. Красная и белая (большие) стрелки показывают области A1 и A2 со значительно более высокой и более низкой концентрацией углерода, соответственно.

Результаты EDX-анализа областей A1 и A2 на рис. 10 суперсплава на основе Ni EP962 показаны в табл. 5.

Более высокая концентрация углерода и бора в области (A1) аномальной гранулы подтверждается результатами EDX анализа многочисленных выделений. Установлено наличие большого количества карбоборидных и борокарбидных выделений, содержащих Nb, Hf, Ti, Cr, Mo, W, Co, Ni, V. Типичные соотношения распределения легирующих элементов в карбоборидах по сравнению с борокарбидами (C–B/B–C) представлены в табл. 6.

Обнаружено, что для выделений типа C–B предпочтительнее граненая форма и округлая овальная форма для выделений типа B–C.

Экспериментально установлено, что пространственное разрешение активационной автораддиографии по углероду в исследованных коррозионно-стойких сталях и сплавах на основе Ni, позволяет обнаруживать обогащение углеродом

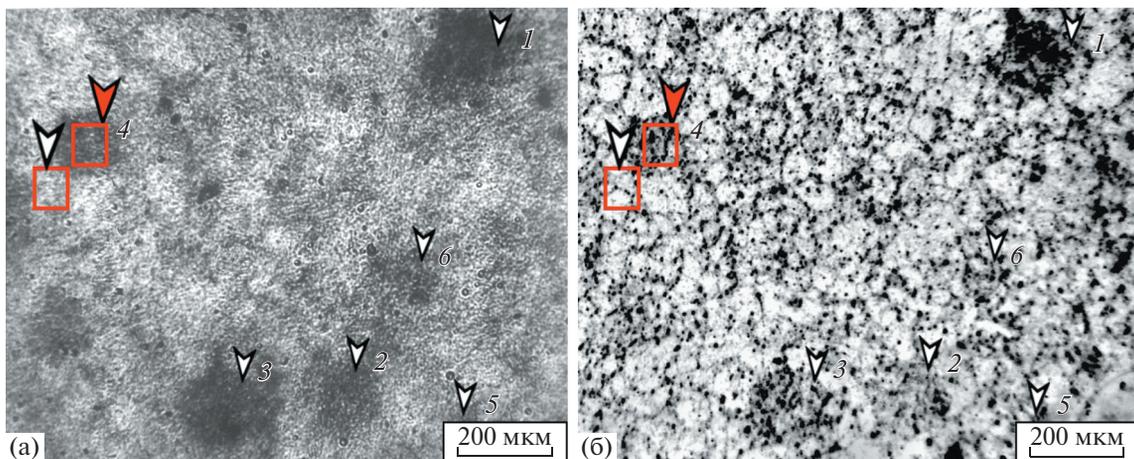


Рис. 10. Активационная автораддиограмма по углероду (а) и ЛМ микроструктура, соответствующей области образца (б) ПМ ГИП компакта суперсплава на основе Ni EP962. Стрелки указывают на аномальные частицы (гранулы): большая красная стрелка – область A1, большая белая стрелка – A2.

Таблица 6. Соотношение (ат. %) концентрации легирующих элементов в карбоборидных и борокарбидных выделениях в аномальных гранулах суперсплава на основе Ni EP962

Partition ratio	Ni	Al	Ti	Cr	Co	W	Mo	Nb	V	C	B
C–B/B–C	0.86	0.47	0.98	1.07	0.46	0.64	0.78	1.07	1.04	2.27	0.71

Таблица 7. Соотношение содержания легирующих карбидообразующих элементов (ат. %) в исследованных суперсплавах на основе Ni EP962 и EP741

Ratio	Ti	Cr	W	Mo	Nb	Hf	C
962/741	1.39	1.47	0.59	1.15	1.40	1.44	1.17

не только аномальных гранул, но также границ зерен (рис. 10).

Следует отметить, что при автордиографическом исследовании ПМ ГИП компактов суперсплавов на основе Ni установлено влияние легирования на формирование аномальных гранул. В ПМ ГИП компакте суперсплава EP741 интенсивность образования аномальных гранул заметно ниже. Активационная автордиограмма по углероду ПМ ГИП компактов суперсплавов на основе Ni EP962 и EP741 на макроуровне представлены на рис. 11.

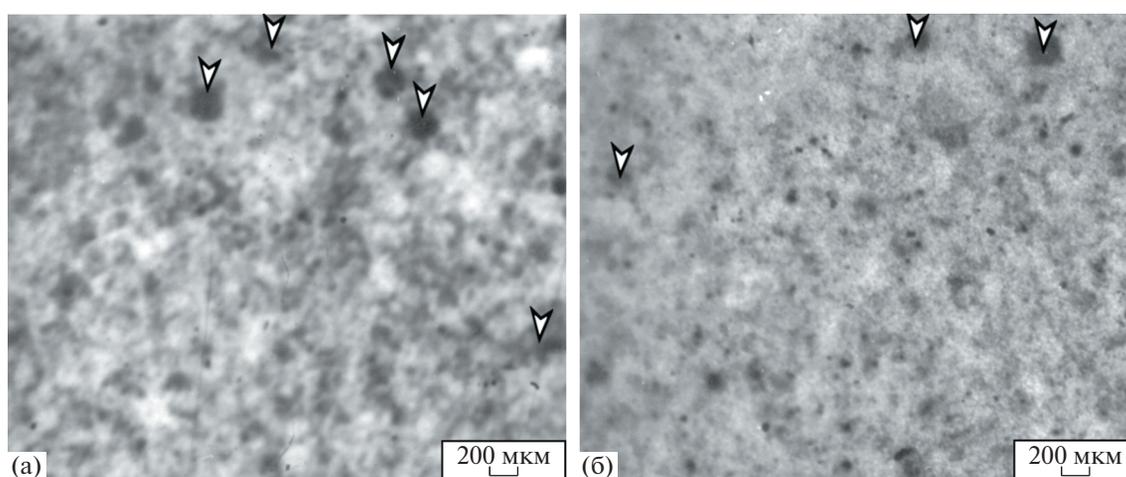
При анализе результатов активационной автордиографии по углероду на макроуровне исследованных суперсплавов установлена также более выраженная неоднородность распределения углерода с размерами существенно превышающими размеры аномальных гранул, характеризующихся как пониженным, так и повышенным содержанием углерода (рис. 11).

В табл. 7 приведено соотношение содержания легирующих карбидообразующих элементов и углерода в суперсплавах на основе Ni EP962 и EP741.

Повышенное содержание карбидообразующих элементов, наряду с повышенным содержанием углерода в суперсплаве на основе Ni EP962 по сравнению с суперсплавом EP741, приводит к повышению макронеоднородности распределения углерода и возрастанию интенсивности образования аномальных гранул (рис. 11). Следует отметить, что более высокое содержание вольфрама в суперсплаве EP741 не оказывает существенного влияния на интенсивность формирования аномальных гранул в связи с тем, что этот легирующий элемент, согласно результатам EDX анализа (табл. 6), входит преимущественно в состав частиц боридной фазы. Полученный результат коррелирует с данными по составу карбидных и боридных фаз в суперсплавах на основе никеля типа EP962 [6].

4. ВЫВОДЫ

В данной работе представлены экспериментальные результаты многоуровневого исследования структуры, активационной автордиографии по углероду, трековой автордиографии по бору

**Рис. 11.** Активационные автордиограммы по углероду (на макроуровне) ПМ ГИП компактов суперсплавов на основе Ni EP962 (а) и EP741 (б). Стрелки указывают на аномальные частицы (гранулы).

образцов быстрозакаленных PREP порошков (гранул), а также ПМ ГИП компактов жаропрочных суперсплавов на основе Ni и аустенитных коррозионно-стойких сталей.

Основные результаты определены следующим образом:

1. Прямые ядерно-физические методы активационной автордиографии по углероду и трековой автордиографии по бору быстрозакаленных порошков (гранул) суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей, полученных методом PREP, выявили присутствие аномальных частиц (гранул) с высокой концентрацией углерода и бора.

2. Установлено наличие и выявлены структурные особенности неравновесной вырожденной эвтектики, которая декорирует дендритную структуру, и частично ячеистую структуру в аномальных гранулах быстрозакаленного PREP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168. Установлена значительная неоднородность состава неравновесной вырожденной эвтектики, представляющую собой, в отличие от равновесных эвтектик, одну борокарбидную фазу.

3. Аустенитная коррозионно-стойкая сталь EP172, содержащая значительно меньше бора и углерода по сравнению со сталью EP168, характеризуется гораздо более низкой степенью неоднородности по содержанию бора и углерода быстрозакаленного порошка (гранул), полученного PREP методом, т.е., менее подвержена образованию аномальных гранул при использовании PREP метода.

4. Дендритная структура быстрозакаленных PREP порошка аустенитной коррозионно-стойкой стали EP172 и суперсплавов на основе Ni со значительно более низким содержанием углерода и бора, чем в аустенитной коррозионно-стойкой стали EP168, декорирована вследствие образования сегрегаций легирующих элементов и цепочек карбо-, боридных выделений,

5. Установлено, что углерод и бор, вследствие минимальных значений коэффициентов распределения, определяют степень развития дендритной сегрегации в аустенитных коррозионно-стойких сталях и суперсплавах на основе Ni и, следовательно, интенсивность образования аномальных гранул.

6. ПМ ГИП компакты исследованных сталей и суперсплавов на основе Ni характеризуются наличием аномальных гранул, обогащенных углеродом и бором, что установлено методом суперпозиции активационных автордиограмм по уг-

лероду, трековых автордиограмм по бору и LM, SEM микроструктуры.

7. Более высокая концентрация углерода и бора в аномальных гранулах в ПМ ГИП компактах аустенитных коррозионно-стойких сталей и суперсплавов на основе Ni, полученных с использованием быстрозакаленных PREP порошков, подтверждена результатами EDX анализа. Обнаружены два типа выделений, обогащенных углеродом и бором, с различными соотношением, а также с разной морфологией — огранные (карбобориды) и овальные (борокарбиды).

8. Повышенное содержание карбидообразующих элементов, наряду с повышенным содержанием углерода в суперсплаве на основе Ni EP962 по сравнению с суперсплавом EP741, приводит к повышению макронеоднородности распределения углерода и возрастанию интенсивности образования аномальных гранул.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. *Ijlin A.A., Stroganov G.B., Fatkullin O.Kh., Shulga A.V., Martinov V.N.* Структура i svoystva bystro zakalennykh splavov [Structure and Properties of Rapidly Quenched Alloys]. 2008. Moscow: Altex [in Russian].
2. *Kablov E.N.* // Aviat. Mater. Tekhnol. 2015. No. 1. P. 3.
<https://doi.org/10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33>
3. *Amato K.N., Gaytan S.M., Murr L.E., Martinez E., Shindo P.W., Hernandez J., Collins S., Medina F.* // Acta Mater. 2012. V. 60. P. 22.
4. *Shulga A.V.* // J. Nucl. Mater. 2013. V. 434. P. 133.
5. *Vostrikov A.V., Sukhov D.I.* // Tr. VIAM. 2016. V. 44(8). P. 17.
<https://doi.org/10.18577/2307-6046-2016-0-8-3-3>
6. *Shulga A.V.* // J. Alloys Compd. 2007. V. 436(1–2). P. 155.
7. *Chen G., Zhao S.Y., Tan P., Wang J., Xiang C.S., Tang H.P.* // Powder Technol. 2018. V. 333. P. 38.
8. *Shulga A.V.* // Phys. At. Nucl. 2019. V. 82 (9). P. 1263. [*Shulga A.V.* // Yad. Fiz. Inzhin. 2018. V. 9. P. 347].
9. *Zhao Y.S., Zhang J., Luo Y.S., Li J., Tang D.Z.* // Mater. Sci. Eng. A. 2016. V. 672. P. 143.
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.* // Acta Mater. 2016. V. 103. P. 688.
11. *Divya M., Albert S.K., Thomas Paul V.* // Welding in the World. 2019. V. 63. P. 1681.
12. *Choi G.S., Kim Young Ho, Kang S.S., Rye S.H.* // Mater. Sci. Forum. 2007. V. 544–545. P. 331.
13. *Ma S., Xing J., Fu H., Gao Y., Zhang J.* // Acta Mater. 2012. V. 60(3). P. 831.
14. *Zhou P.J., Yu J.J., Sun X.F., Guan H.R., Hu Z.Q.* // Mater. Sci. Eng. A. 2008. V. 491. P. 159.

15. Zhao G., Yu L., Yang G., Zhang W., Sun W. // *J. Alloys Compd.* 2016. V. 686. P. 194.
16. Chen Y., Zhang J., Wang B., Yao C. // *Vacuum.* 2018. V. 156. P. 302.
17. Ju T., Ding X., Zhang Y., Chen X., Chen W., Wang B., Yan X. // *High Temp. Mater. Proc.* 2019. V. 38. P. 498.
18. Kablov E.N., Petrushin N.V., Bronfin M.B., Alekseev A.A. // *Russ. Metall. (Metally).* 2006. V. 2006(5). P. 406.
19. Shulga A.V. // *Phys. At. Nucl.* 2016. V. 79. P. 1536 [Shulga A.V. // *Yad. Fiz. Inzhin.* 2016. V. 7. P. 138].
20. H. Mehrer. *Diffusion in Solids: Fundamentals, Methods, Materials, Diffusion-Controlled Processes.* Springer Ser. Solid-State Sciences. 2007. V. 155.

The Nature of Anomalous Particles (Granules) in Rapidly Quenched PREP Powders—II. A Multiscale Study of PREP Powders and PM HIP Compacts of Ni-Based Superalloys and Stainless Steels

A. V. Shulga*

¹*National Research Nuclear University MEPHI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, 115409 Russia*

**e-mail: avshulga@mephi.ru*

Received June 25, 2020; revised June 25, 2020; accepted June 25, 2020

Abstract—The formation of anomalous particles (granules) with a significantly different content of microalloying interstitial elements of carbon and boron characterizes the heterogeneity of the composition of rapidly quenched particles of high temperature Ni-based superalloys and stainless steels powders manufactured by the plasma rotating electrode process (PREP) technique. A detailed multiscale experimental study of the microstructure of PREP powders and PM HIP compacts of Ni-based superalloys and stainless steels is carried out in order to reveal the features of the microstructure of anomalous granules in the as-received state and consolidated state. Direct nuclear methods of activation autoradiography on carbon, track autoradiography on boron, metallography, SEM, EDX, and OIM are used. A significant effect of carbon and boron on the dendritic segregation of carbide-forming and boride-forming alloying elements in anomalous granules is revealed. The features of the behavior of carbon and boron, which determine the formation of the microstructure of anomalous granules and their retention in PM HIP compacts, are established.

Keywords: Ni-based superalloys, stainless steels, rapidly quenched powders, PREP technique, PM HIP methods, autoradiography, carbon, boron, microstructure