

СТРУКТУРА,
ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.1'24:620.193

ИССЛЕДОВАНИЕ ГРАНУЛИРУЕМОГО
ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА МЕТОДОМ
АТОМНО-ЗОНДОВОЙ ТОМОГРАФИИ

© 2020 г. С. В. Рогожкин^{a, b, *, **}, Л. Б. Бер^c, А. А. Никитин^{a, b}, А. А. Хомич^a, О. А. Разницын^a,
А. А. Лукьянчук^a, А. С. Шутов^a, М. М. Карашаев^c, А. Г. Залужный^{a, b}

^aИнститут теоретической и экспериментальной физики имени А.И. Алиханова
Национального исследовательского центра “Курчатовский институт”,
ул. Большая Черемушкинская, 25, Москва, 117218 Россия

^bНациональный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, Каширское ш., 31, Москва, 115409 Россия

^cОАО “Всероссийский институт легких сплавов, ул. Горбунова, 2, Москва, 121596 Россия

*e-mail: Sergey.Rogozhkin@itep.ru

**e-mail: SVRogozhkin@mephi.ru

Поступила в редакцию 25.06.2019 г.

После доработки 25.06.2019 г.

Принята к публикации 26.07.2019 г.

Представлены результаты исследования трех различных заготовок дисков для газотурбинных двигателей из гранулируемого жаропрочного никелевого сплава. Заготовки различаются термической обработкой и комплексом механических характеристик. Растровая электронная микроскопия исследуемых материалов показывает, что размер зерен γ -матрицы составляет 30–50 мкм. Кроме этого, в исследованных объемах всех заготовок методами атомно-зондовой томографии обнаружены частицы γ - и γ' -фаз размером от 10 до 70 нм. Изучена морфология этих частиц. Внутри частиц γ' -фазы, обнаружены однородно распределенные равноосные скопления γ -стабилизирующих элементов размером 1–4 нм и уплощенные скопления того же размера и химического состава, выстроенные в строчки. В частицах обеих фаз и в переходных слоях между ними определены концентрации легирующих компонентов и примесей. В исследованных объемах трех различных заготовок дисков объемная доля γ' -фазы составляет 68 ± 1 , 61 ± 2 , $62 \pm 4\%$.

Ключевые слова: жаропрочный никелевый сплав, атомно-зондовая томография, наноструктура

DOI: 10.31857/S001532302001012X

ВВЕДЕНИЕ

Жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС), используемые для изготовления газотурбинных двигателей (ГТД) по назначению разделяют на сплавы для лопаток, сплавы для дисков и сплавы для других деталей горячего тракта ГТД. Лопатки и диски относятся к классу особо ответственных деталей. Они работают в экстремальных и принципиально различающихся условиях [1–4]. Основное требование к ЖНС для лопаток – высокое сопротивление ползучести при температурах 950–1100°C при напряжениях 150–250 МПа [2, 4]. Для обеспечения необходимого ресурса новые поколения ЖНС для дисков должны удовлетворять жестким и трудно совместимым требованиям: при температурах от комнатной до ~ 550°C они должны иметь предел прочности $\sigma_B \geq 1500$ МПа, условный предел текучести $\sigma_{0.2} \geq 1150$ МПа, относительное удлинение $\delta \geq 12\%$ и KCU (ударная вязкость образца с U-образным надрезом) ≥ 24 Дж/см². При

температуре 650°C и напряжении $\sigma = 1078$ МПа при испытании на длительную прочность на гладких образцах и на образцах с надрезом долговечность должна составлять ≥ 100 ч [3]. Число циклов при испытании на малоцикловую усталость (МЦУ) ($T = 650^\circ\text{C}$, $\sigma = 1098$ МПа) должно быть ≥ 20000 .

Для понимания закономерностей влияния легирования и термической обработки на механические характеристики и эксплуатационные свойства ЖНС важно знать структурно-фазовое состояние сплавов и химический состав фазовых составляющих [5]. К последним относится высоколегированный переходными металлами γ -твердый раствор и распределенные в его объеме частицы γ' -фазы с объемной долей $\geq 50\%$, а также частицы карбидов, боридов и карбоборидов. Эти данные помогают выбирать оптимальный химический состав сплава и температурно-временные условия этапов технологии изготовления изделий, от которых зависит комплекс свойств и ре-

Таблица 1. Химический состав сплава ВВ751П

	Co	Cr	V	C	W	Ni	Mo	Ti	Nb	Al	Hf	B
мас. %	15.3	11	0.6	0.055	3.0	55.49	4.5	2.8	3.3	3.9	0.05	0.002
ат. %	14.95	12.19	0.67	0.26	0.94	54.48	2.7	3.38	2.04	8.32	0.016	0.008

сурс деталей в условиях эксплуатации [6, 7]. Для выяснения деталей структурно-фазового состояния ЖНС в атомном масштабе в настоящее время стартовали исследования с применением атомно-зондовой томографии (АЗТ) [8, 9].

Целью настоящей работы является исследование методами АЗТ-структуры материала серийно изготовленных крупногабаритных заготовок дисков из нового гранулируемого высокопрочного ЖНС ВВ751П, разработанного в ОАО “ВИЛС”. Сплав ВВ751П является базовым дисковым материалом ГТД “ПД-14” для отечественного пассажирского лайнера МС-21 и военно-транспортного самолета ИЛ-276. Изучалась морфология и химический состав наноразмерных частиц γ - и γ' -фаз, межфазные границы между ними, особенности пространственного расположения частиц γ - и γ' -фаз.

МЕТОДИКА

Для исследования химического состава структурных составляющих материала применяли атомно-зондовый томограф с фемтосекундным лазерным испарением ПАЗЛ-3D, разработанный в НИЦ “Курчатовский институт” – ИТЭФ [10, 11]. В проведенном исследовании использовали детектор на линиях задержки DLD80 с эффективностью детектирования ~90%. 3D-реконструкцию расположения атомов в образце проводили специальным программным обеспечением “КВАНТМ-3D” [12].

Представленные данные были получены при постоянном напряжении на образце 2–9 кВ, длительности лазерного импульса – 300 фс, частоте лазерных импульсов – 25 кГц, мощности лазера ~11 мВт, гармонике – 515 нм, температуре образца – 50 К, вакууме в процессе исследования – на уровне $(5-7) \times 10^{-10}$ Торр. Средняя интенсивность испарения: 5 атомов на 1000 воздействий лазером. Оптимизация условий сбора данных выполнена аналогично [13].

Для АЗТ исследований брали образцы в виде иглы с радиусом закругления кончика несколько десятков нанометров. Для приготовления образцов использовали: электроэрозионную резку и последующее электрохимическое утонение заготовки до достижения требуемой формы вершины. Контроль формы образца проводили в просвечивающем электронном микроскопе JEOL 1200 EX.

Обработка экспериментальных АЗТ-данных включала расшифровку спектров, полученных на установке ПАЗЛ-3D методом времяпролетной масс-спектрометрии, и анализ 3D-распределений химических элементов в исследованных объемах. Для крупных выделений фаз строились сечения и проводился анализ линейных концентраций, а также вырезались объемы внутри этих объектов для получения значений концентраций элементов непосредственно в фазах. Для описания элементов структуры размерами менее 10 нм использовали метод максимального разделения [14]. В настоящей работе процедура поиска наиболее достоверных параметров этого метода была выполнена для каждого объекта отдельно.

Для анализа микроструктуры образцов в большем масштабе были проведены исследования методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе КУКУ-2800В.

МАТЕРИАЛЫ

Изучали материал серийных крупногабаритных заготовок дисков с условными номерами 1, 2 и 3 из сплава ВВ751П, выплавленных из слитков примерно одинакового химического состава, представленного в табл. 1. Уровень содержания примесей и добавок, таких как Се, La, Sc, был ниже чувствительности используемых в ОАО “ВИЛС” методик спектрального анализа.

Указанные заготовки были получены по следующей схеме: (1) вакуумно-индукционная плавка цилиндрической заготовки под последующее диспергирование на гранулы; (2) плазменная плавка и центробежное распыление быстровращающейся литой заготовки (Plasma Rotating Electrode Process, PREP) с получением гранул размером 50–100 мкм; (3) горячее изостатическое прессование (ГИП) гранул в стальной капсуле; (4) термическая обработка заготовок после ГИП, включающая обработку на твердый раствор в вакууме, закалочное охлаждение газообразным гелием под давлением более 2 атмосфер, двух- или трехступенчатое старение.

Заготовки № 1 и 2 закалывались в вакуумной печи МОДУЛЬТЕРМ с интервалом температур обработки на твердый раствор (ТОТР) 1200–1215°C, а заготовку № 3 – в вакуумной печи МОНОТЕРМ с ТОТР 1210°C. Выдержка при ТОТР для всех заготовок – 4–8 ч.

Таблица 2. Механические свойства образцов из заготовок дисков №№ 1–3 при 20°C и при 650°C

№ заготовок	Механические свойства при 20°C					Длительная прочность, ч ($T = 650^\circ\text{C}$, $\sigma = 1078 \text{ МПа}$)		МЦУ, число циклов ($T = 650^\circ\text{C}$, $\sigma = 1098 \text{ МПа}$)
	σ_B , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	δ , %	ψ , %	KCU, Дж/см ²	$\tau_{\text{гл}}$	$\tau_{\text{н}}$	
1	1570	1160	18.5	20.5	24	177	383	25930
	1560	1190	20.5	15.0	20	183	383	–
2	1570	1190	19.0	18.5	29	104	377	25720
	1570	1180	15.0	20.5	30	149	14	–
3	1550	1130	17.0	19.5	28	137	146	31090
	1540	1140	17.0	18.0	26	–	–	–

$\tau_{\text{гл}}$ – время до разрушения гладкого образца; $\tau_{\text{н}}$ – время до разрушения образца с надрезом.

Для заготовок № 1 и 3 использовалось трехступенчатое старение: Для заготовки № 2 – двухступенчатое старение. Принципы выбора температурно-временного маршрута закалочного охлаждения изложены в работе [15]. Используемые температурно-временные маршруты закалочного охлаждения и режимы старения являются KNOW-HOW ОАО “ВИЛС”.

Механические свойства образцов из заготовок дисков №№ 1–3 при комнатной температуре, характеристики длительной прочности и МЦУ при температуре 650°C представлены в табл. 2.

Видно, что σ_B и $\sigma_{0.2}$ образцов, вырезанных из заготовок №№ 1, 2, выше, чем σ_B и $\sigma_{0.2}$ образцов, вырезанных из заготовки № 3. Более высокие значения указанных характеристик соответствуют меньшему размеру частиц γ' -фазы, что обусловлено более высокой скоростью охлаждения заготовок №№ 1, 2 при закалке.

ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТОДОМ РЭМ

На рис. 1 представлены результаты исследования микроструктуры заготовок дисков №№ 1–3

методом РЭМ во вторичных электронах. Размер зерен γ -матрицы – 30–50 мкм. На фоне сравнительно светлой γ -фазы (матрицы с ГЦК-решеткой) в объеме зерен видны образовавшиеся в ходе распада пересыщенного γ -твердого раствора при закалочном охлаждении и последующем старении более темные кубоидные субмикроскопические частицы γ' -фазы с кристаллической решеткой, упорядоченной по типу $L1_2$. Эти частицы имеют размеры 0.15–0.25 мкм. Из-за близости периодов решетки $a_{\gamma'}$ и a_{γ} -частицы γ - и γ' -фаз когерентны. Выделяющиеся при распаде частицы γ' -фазы растут, их объемная доля увеличивается. Когда размер кубоида превышает ~0.5 мкм, из-за роста внутренних когерентных упругих напряжений, пропорциональных $(a_{\gamma} - a_{\gamma'})^2$, кубоидная форма частицы становится неустойчивой. Из-за малой величины межфазной поверхностной энергии энергетически выгодным становится разделение одной кубоидной частицы на октет из 8 частиц (рис. 1б и 1в). На границах зерен частицы γ' -фазы имеют пластинчатую форму и размер 0.3–0.8 мкм. Самые светлые частицы на рис. 1а и 1б – это карбиды и карбобориды типа M(B,C) размером 0.3–1.0 мкм, где M – Ti, Nb, Hf.

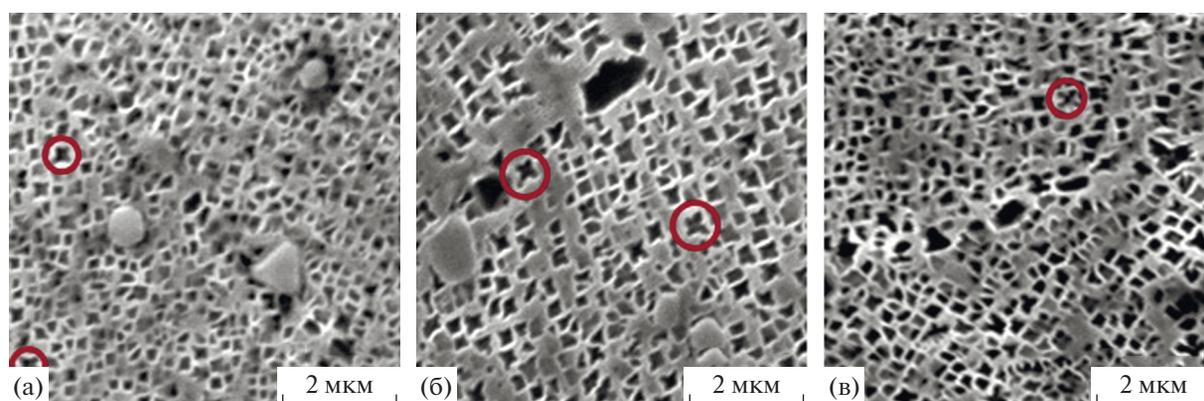


Рис. 1. РЭМ-изображения микроструктуры заготовок № 1 (а), 2 (б) и 3 (в). В кружках видны октеты.

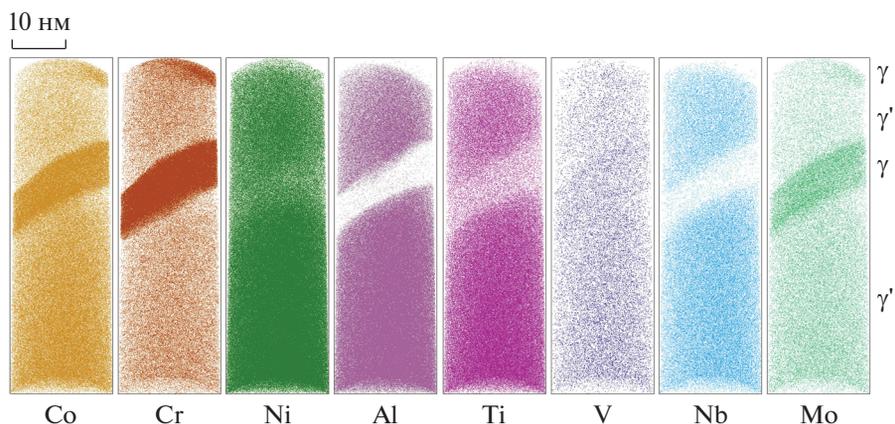


Рис. 2. Атомные карты распределения химических элементов в исследованном объеме заготовки № 1. Количество зарегистрированных атомов $\sim 4 \times 10^6$.

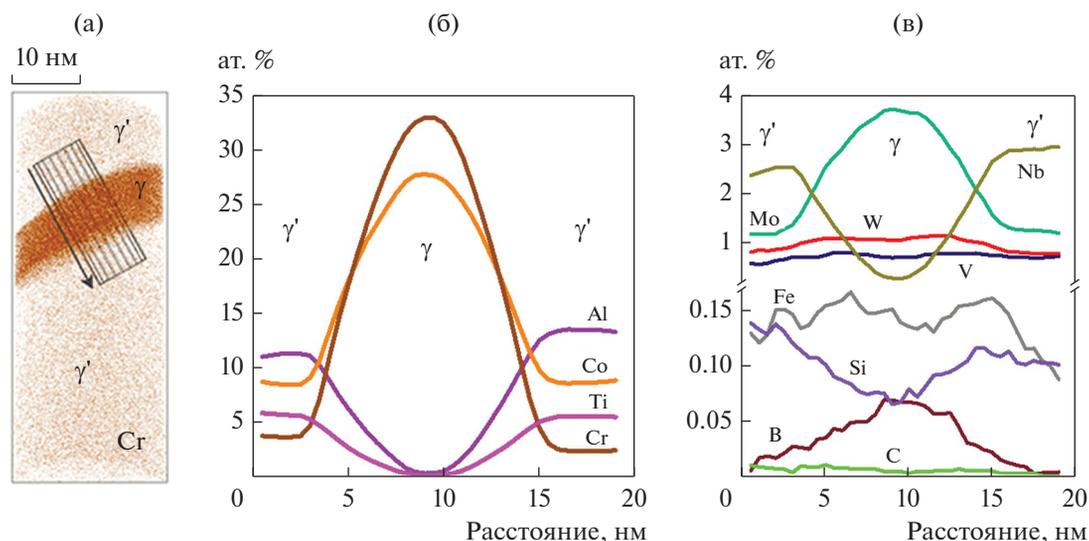


Рис. 3. а – процедура вырезания цилиндрической области для построения линейных концентрационных профилей. На рис. а показано распределение атомов Cr. б, в – Концентрационные профили вдоль линии, пересекающей частицу γ -фазы, показанную на рис. а. Заготовка № 1.

РЕЗУЛЬТАТЫ АЗТ-ИССЛЕДОВАНИЙ ОБРАЗЕЦ ИЗ ЗАГОТОВКИ № 1

Карты распределения атомов в исследованном объеме образца из заготовки № 1 представлены на рис. 2. Количественные данные о содержании элементов в частицах γ -фазы ($C_{i\gamma}$) и в частицах γ' -фазы ($C_{i\gamma'}$) собраны в табл. 3.

Обнаружено, что значения $C_{i\gamma'}$ для атомов Ni, Al, Ti, Nb значительно (в 2–30 раз) больше, чем соответствующие значения $C_{i\gamma}$, а для атомов Co, Cr, Mo, C значения $C_{i\gamma}$ существенно (в 3–8 раз) больше, чем соответствующие значения $C_{i\gamma'}$. Содержание W, Fe и Si в γ -фазе в 1.2–1.5 раза боль-

ше, чем в γ' -фазе, а атомов В в частицах γ' -фазы в 1.3 раза больше, чем в частицах γ -фазы.

Для анализа химического состава частиц γ - и γ' -фаз и величины переходного слоя между ними были построены концентрационные профили вдоль линии, пересекающей частицу γ -фазы. На рис. 3 показана процедура вырезания из исследованного объема цилиндрической области для построения концентрационных профилей, и сами концентрационные профили.

Значения концентраций $C_{i\gamma}$, $C_{i\gamma'}$ (из табл. 3) были использованы для оценки объемной доли γ' -фазы в исследованном объеме с помощью правила рычага: $f_{\gamma'} = (C_n - C_\gamma) / (C_\gamma - C_{\gamma'})$, где C_n среднее содержание i -го элемента в материале.

Таблица 3. Концентрации химических элементов (ат. %) в частицах γ -фазы (C_γ), γ' -фазы ($C_{\gamma'}$) и средние значения концентрации элементов (C_n) в исследованных объемах заготовок № 1-3 (АЗТ-анализ)

№ Фаза	Co	Cr	V	Fe	C	Si	W	Ni	Mo	Ti	Nb	Al	B
1 γ	27.9 ± 0.1	32.8 ± 0.1	0.71 ± 0.02	0.19 ± 0.01	0.003 ± 0.001	0.109 ± 0.008	1.05 ± 0.02	33.4 ± 0.1	3.07 ± 0.04	0.12 ± 0.01	0.26 ± 0.01	0.34 ± 0.01	0.012 ± 0.002
γ'	8.15 ± 0.05	4.23 ± 0.04	0.68 ± 0.01	0.15 ± 0.01	0.014 ± 0.003	0.079 ± 0.005	0.73 ± 0.02	65.13 ± 0.08	0.97 ± 0.02	5.75 ± 0.04	2.82 ± 0.03	11.29 ± 0.05	0.092 ± 0.007
2 γ	9.6 ± 0.1	1.8 ± 0.1	0.59 ± 0.03	0.06 ± 0.01	—	—	0.46 ± 0.03	66.1 ± 0.2	1.03 ± 0.04	5.83 ± 0.09	1.99 ± 0.06	12.5 ± 0.1	0.02 ± 0.01
* γ	10.3 ± 0.1	5.2 ± 0.1	1.01 ± 0.04	0.17 ± 0.02	—	0.09 ± 0.02	0.87 ± 0.04	62.4 ± 0.2	1.76 ± 0.07	3.32 ± 0.08	2.06 ± 0.06	12.7 ± 0.2	0.06 ± 0.01
γ	24.7 ± 0.1	30.6 ± 0.1	0.81 ± 0.02	0.19 ± 0.01	0.007 ± 0.006	0.04 ± 0.01	0.96 ± 0.03	37.8 ± 0.1	3.77 ± 0.05	0.09 ± 0.01	0.35 ± 0.01	0.5 ± 0.1	0.07 ± 0.01
* γ	19.3 ± 0.3	15.6 ± 0.3	0.42 ± 0.05	0.08 ± 0.02	—	0.04 ± 0.02	0.38 ± 0.04	49.9 ± 0.4	1.04 ± 0.07	4.4 ± 0.2	1.38 ± 0.08	7.5 ± 0.2	—
3 γ	12.85 ± 0.02	1.78 ± 0.01	1.17 ± 0.01	0.32 ± 0.01	0.094 ± 0.001	—	1.17 ± 0.01	63.6 ± 0.1	1.63 ± 0.01	4.89 ± 0.01	0.49 ± 0.01	11.97 ± 0.02	0.010 ± 0.001
* γ	22.46 ± 0.03	26.47 ± 0.04	0.88 ± 0.01	1.03 ± 0.01	0.042 ± 0.002	—	1.30 ± 0.01	41.4 ± 0.1	3.01 ± 0.01	1.04 ± 0.01	0.30 ± 0.01	2.02 ± 0.01	0.020 ± 0.001
γ	24.11 ± 0.02	29.33 ± 0.02	0.95 ± 0.01	0.58 ± 0.01	0.120 ± 0.002	0.088 ± 0.002	1.11 ± 0.01	38.5 ± 0.1	3.83 ± 0.01	0.17 ± 0.01	0.23 ± 0.01	0.93 ± 0.01	0.026 ± 0.001

* γ — предвыделение γ' -фазы, * γ — предвыделение γ -фазы.

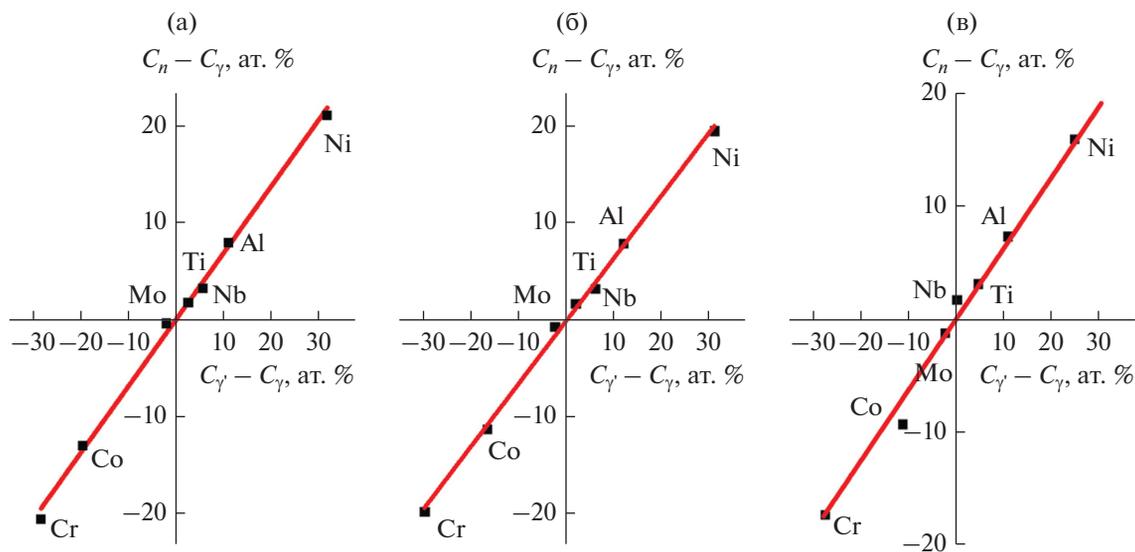


Рис. 4. Зависимости разности средней концентрации элемента и его концентрации в γ -фазе ($C_n - C_\gamma$) от разности атомных концентраций элементов в γ - и в γ' -фазе ($C_\gamma - C_{\gamma'}$) в образцах из заготовок № 1 (а), № 2 (б) и № 3 (в).

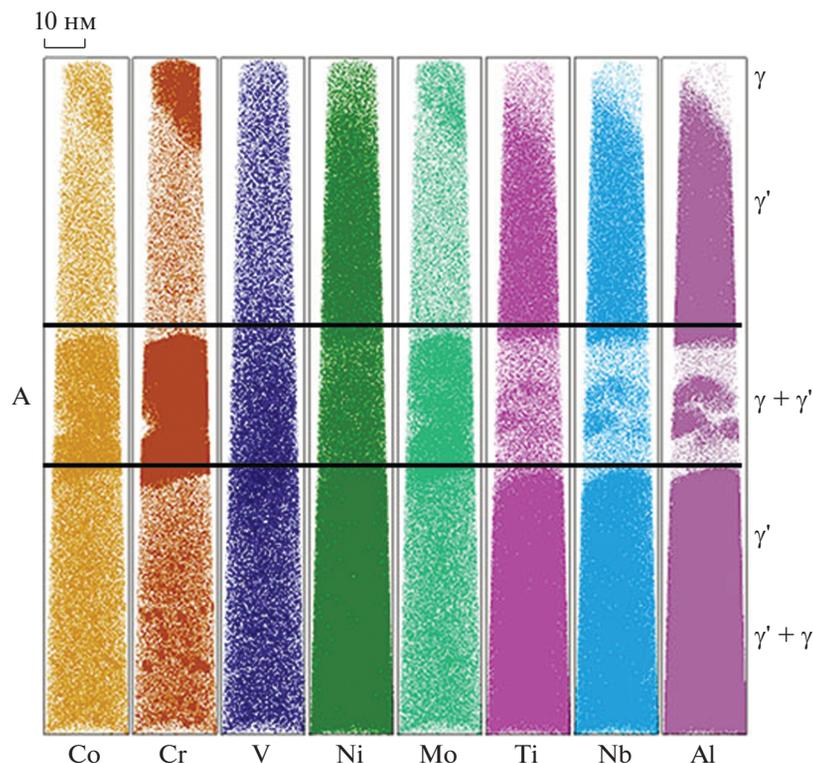


Рис. 5. Атомные карты распределения химических элементов в исследованном объеме заготовки № 2. Количество зарегистрированных атомов $\sim 2 \times 10^7$.

На рис. 4 а представлена зависимость разности ($C_n - C_\gamma$) от разности ($C_\gamma - C_{\gamma'}$). Значение f_γ объемной доли γ фазы в изученном объеме заготовки № 1, вычисленное по наклону прямой, построенной методом наименьших квадратов отклонений, составляет $68 \pm 1\%$.

ОБРАЗЕЦ ИЗ ЗАГОТОВКИ № 2

На рис. 5 представлены карты распределения атомов в исследованном объеме заготовки № 2. Данные о содержании различных элементов $C_{i\gamma}$, $C_{i\gamma'}$ для образца из заготовки 2 также собраны в табл. 3. В верхней части исследованного объема

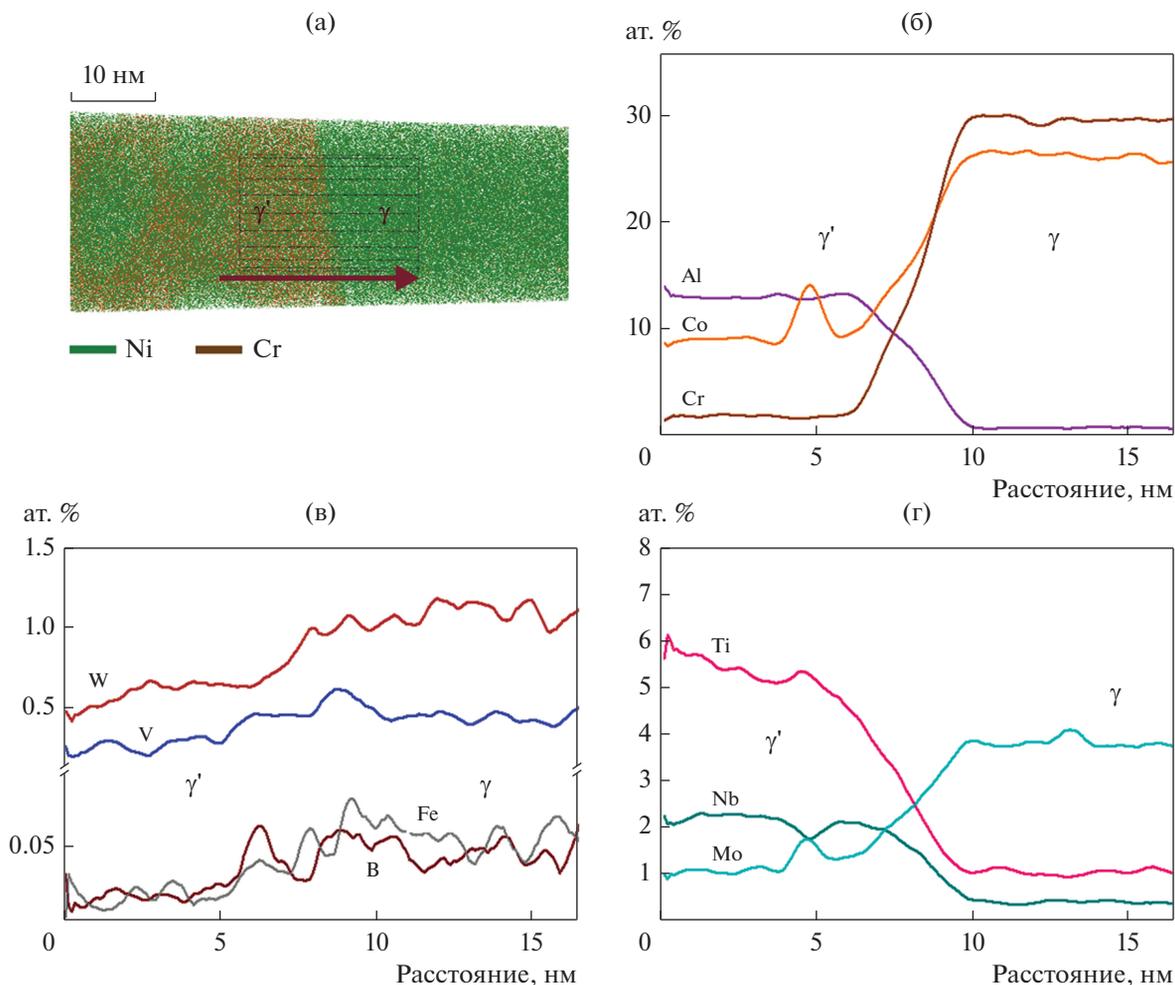


Рис. 6. Линейные концентрации вдоль линии, пересекающей одну из обнаруженных частиц γ -фазы в исследованном объеме заготовки № 2 (АЗТ анализ).

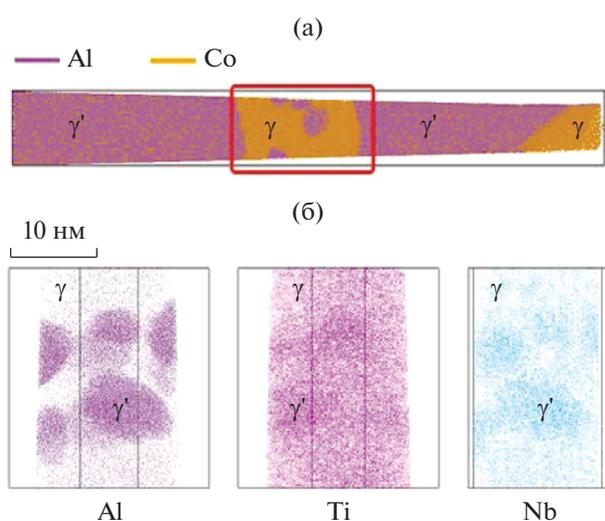


Рис. 7. Карты распределения атомов Al и Co в исследованном объеме заготовки № 2 – а; б – карты распределения атомов Al, Ti, Nb в красном прямоугольнике, выделенном на рис. а.

(рис. 5) находится небольшая частица γ -фазы, ниже – частица γ' -фазы, еще ниже – частица γ -фазы, внутри которой находятся 4–5 частиц γ' -фазы.

Для более детального анализа этого объема на рис. 5 горизонтальными прямыми выделен фрагмент А. Внутри фрагмента А видна частица γ -фазы с размером по вертикали ~ 35 нм, внутри которой находятся частицы γ' -фазы с размером 11 ± 4 нм (предвыделения γ' -фазы). Плотность данных частиц составляет $\sim 10^{23} \text{ м}^{-3}$. В нижней части исследованного объема находится крупная частица γ' -фазы с однородно распределенными равноосными скоплениями Cr и Co размером 1–4 нм (предвыделения γ -фазы).

На рис. 6 представлены концентрационные профили различных элементов внутри фрагмента, содержащего переходный слой между частицами γ' -фазы и γ -фазы. Направление нормали к указанной частице γ -фазы указано стрелкой.

На рис. 7а представлена атомная карта распределения Al и Co в объеме, приведенном на рис. 5,

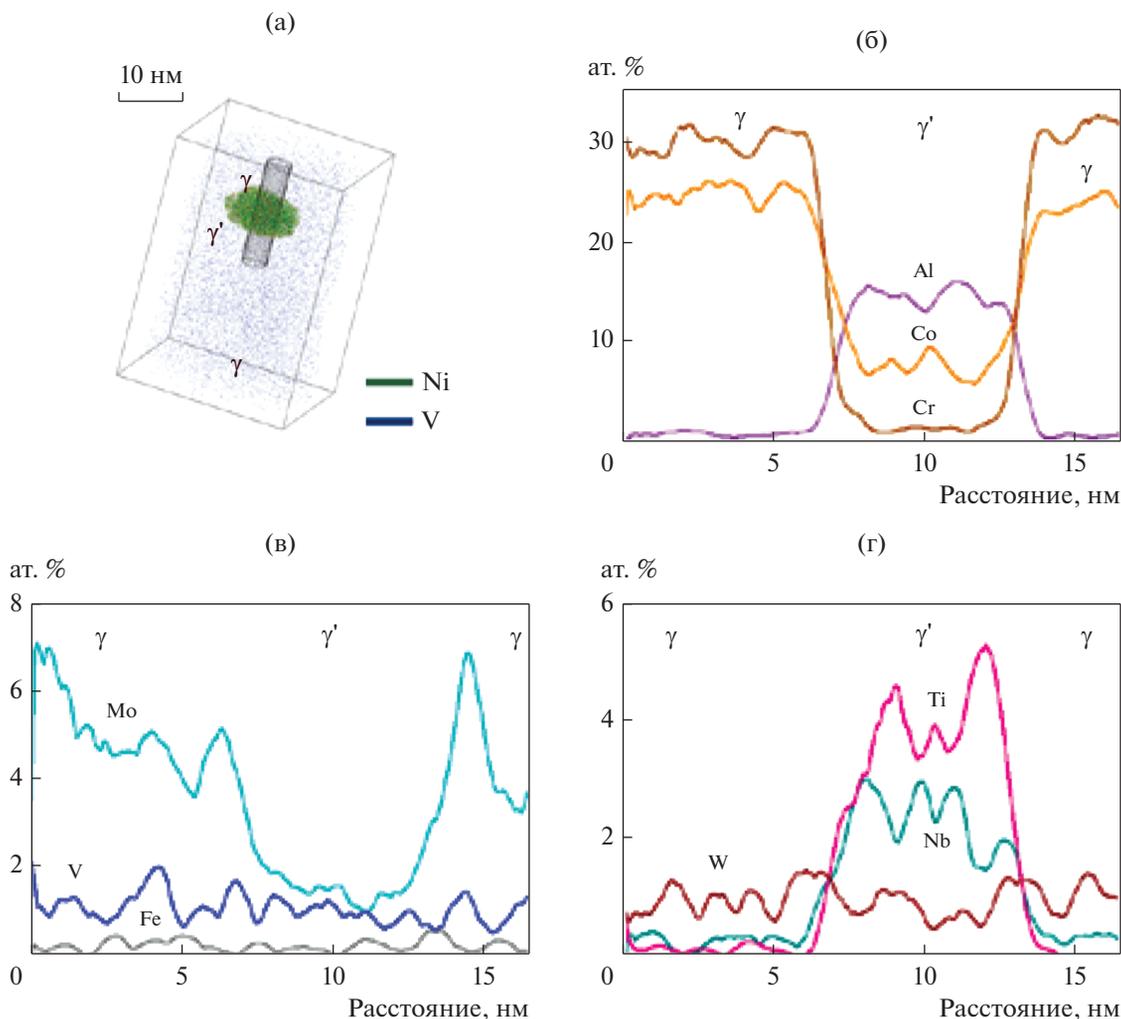


Рис. 8. Концентрационные профили элементов вдоль линии, пересекающей одну из частиц γ' -фазы в исследованном объеме заготовки № 2.

а на рис. 7б дано увеличенное изображение распределения атомов Al, Ti и Nb в выделенном фрагменте на рис 7а. Видно, что атомы указанных элементов есть как в частицах γ -фазы, так и в частицах γ' -фазы, но в частицах γ' -фазы их концентрация существенно выше.

На рис. 8а показана одна из частиц γ' -фазы размером $\sim 6 \times 10$ нм из фрагмента А. На рис. 5 построены концентрационные профили распределения атомов вдоль линии, пересекающей эту частицу. В анализируемой частице γ' -фазы концентрация Al, Ti и Nb значительно больше, а Mo, Co и Cr значительно меньше, чем в γ -фазе. Концентрация W, V и Fe в данной частице γ' -фазы и в окружающей ее γ -матрице примерно одинакова.

На картах распределения атомов Co и Cr внутри крупной (более 30 нм по вертикали) частицы γ' -фазы в нижней части рис. 5 можно видеть одно-

родно распределенные скопления атомов Co и Cr размером 1.5–2.0 нм.

В другом фрагменте заготовки № 2 (рис. 9) видны строчки ультрадисперсных уплощенных скоплений атомов Co, Cr и Mo, обедненных по Al и Ni. Средний размер этих скоплений $\sim 2 \pm 1$ нм. Построены концентрационные профили, перпендикулярные этим строчкам (рис. 10). Концентрация атомов Ti, которая в γ' -фазе обычно гораздо выше, чем в γ -фазе, в указанных скоплениях и в окружающей γ' -фазе близка. Содержание атомов V, Fe, Nb и W в этих скоплениях и в γ' -фазе тоже почти одинаково.

Для исследованного объема заготовки № 2 построена диаграмма зависимости $(C_n - C_\gamma)$ от $(C_\gamma - C_\gamma)$ на рис. 4б. Значение объемной доли γ' -фазы в данном объеме, полученное из наклона прямой, составляет $\sim 61 \pm 2\%$.

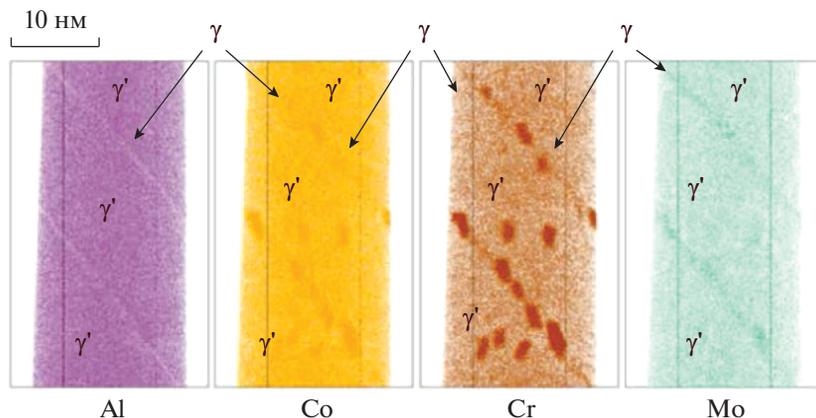


Рис. 9. Атомные карты распределения Al, Co, Cr, Mo отдельного фрагмента, исследованного образца заготовки 2.

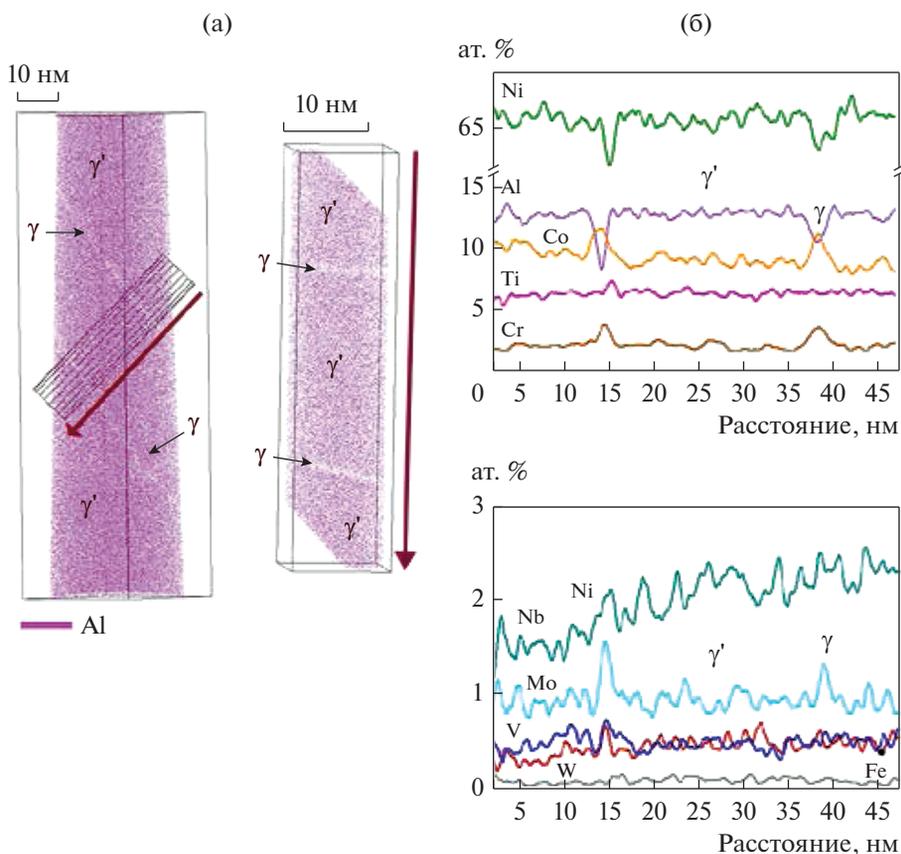


Рис. 10. Карты распределения атомов Al в исследованном объеме заготовки № 2 – а; б – профили линейных концентраций химических элементов вдоль линии, пересекающей строчки скоплений γ' -фазы (см. выделенный объем на рис. а).

ОБРАЗЕЦ ИЗ ЗАГОТОВКИ № 3

Карты распределения атомов различных элементов в исследованном объеме образца из заготовки № 3 представлены на рис. 11, а данные о содержании элементов – в табл. 3.

На участках 1 и 2 видна частица γ' -фазы с размером по вертикали более 130 нм. На участке 2

внутри этой частицы наблюдается уплощенная частица γ' -фазы размером $\sim 7 \times 13$ нм. На участке 3 справа и слева от частицы γ' -фазы размером > 70 нм находятся две области γ -фазы, а снизу еще одна область γ -фазы. Концентрационные профили, измеренные вдоль линии, пересекающей частицу γ' -фазы на участке 2, показаны на рис. 12.

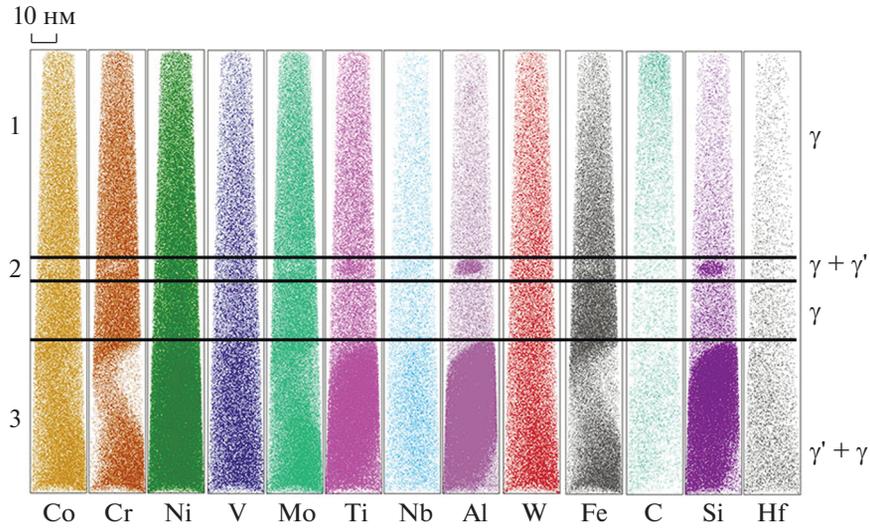


Рис. 11. Атомные карты распределения химических элементов в исследованном объеме заготовки № 3. Выделены участки: 1 (γ-фаза); 2 (частица γ'-фазы внутри γ-фазы) и 3 (частицы γ и γ'-фаз).

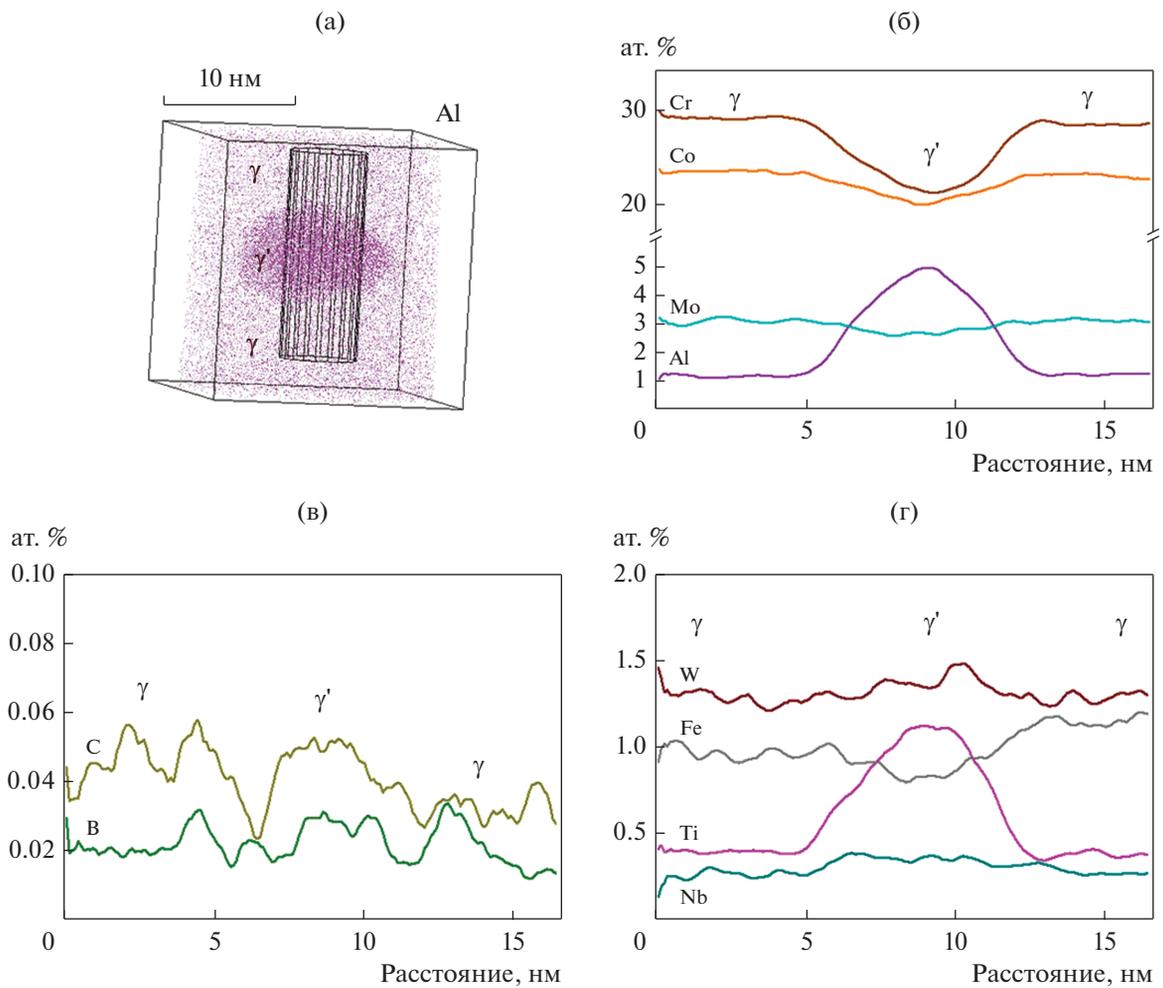


Рис. 12. Концентрационные профили химических элементов вдоль линии, пересекающей частицу γ'-фазы на участке 2 (рис. 11). Образец из заготовки № 3.

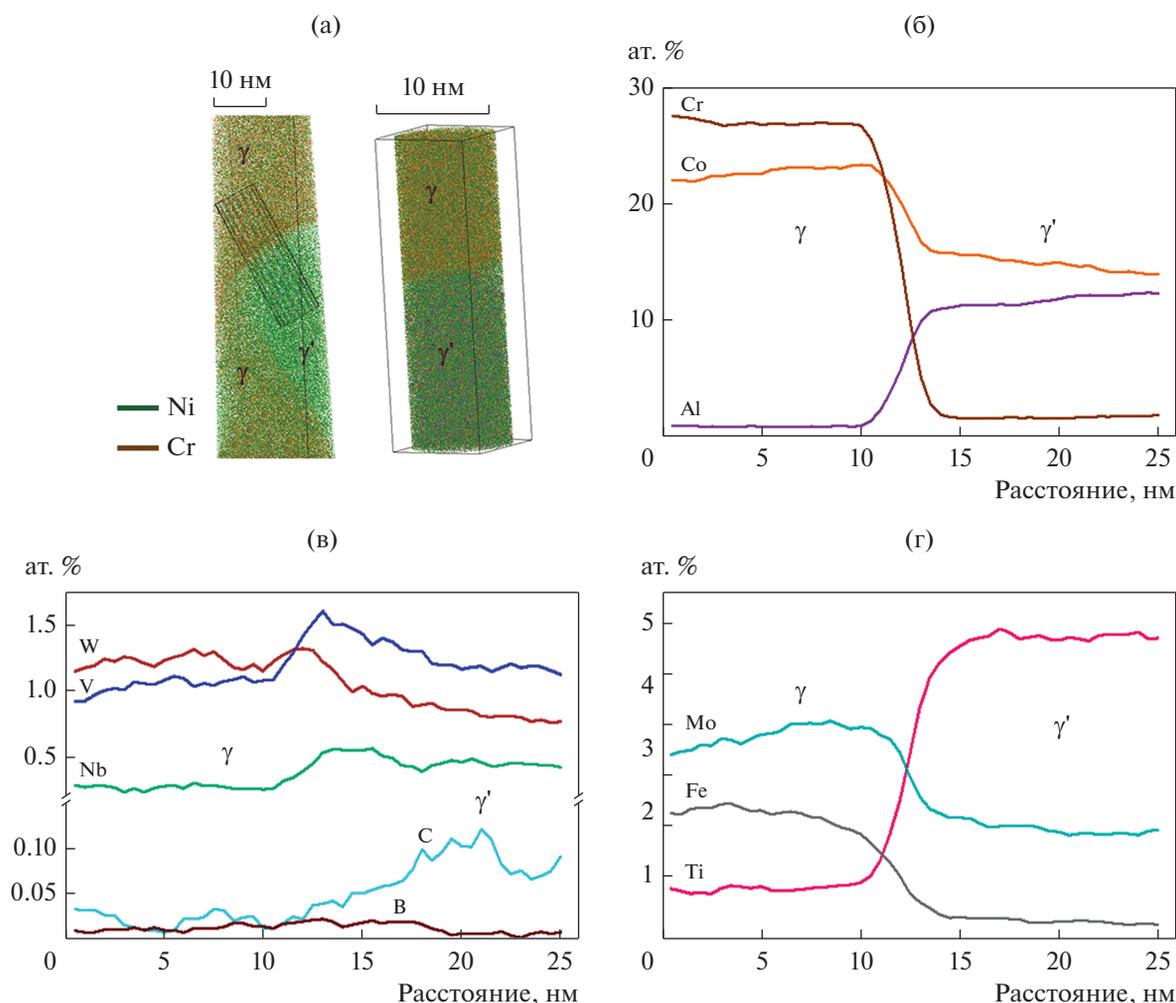


Рис. 13. Концентрационные профили элементов вдоль линии, перпендикулярной границе между частицей γ -фазы на участках 1 и 2 и частицей γ' -фазы на участке 3 (см. рис. 11). Образец из заготовки № 3.

На рис. 13 представлены концентрационные профили переходного слоя между частицей γ' -фазы и областью γ -фазы, расположенного на границе участков 2 и 3. Частица γ' -фазы обогащена Al, Ti, Nb, V. В γ -фазе выше содержание Co, Cr, Mo, Fe (см. табл. 3). Содержание W в обеих фазах примерно одинаково. Содержание B и C в γ - и γ' -фазах в образце из заготовки № 3 не имеет выраженной тенденции.

Анализ зависимости, представленной на рис. 4в, показывает, что значение объемной доли γ' -фазы в образце № 3 составляет $\sim 62 \pm 4\%$.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

РЭМ-исследование структурно-фазового состояния материала заготовок дисков из жаропрочного никелевого сплава ВВ751П с различной термической обработкой демонстрирует наличие зерен γ -матрицы размерами 30–50 мкм и кубоид-

ных субмикроскопических частиц γ' -фазы. Выполненное АЗТ-исследование этих материалов позволило проанализировать в атомном масштабе распределение химических элементов в наноразмерных частицах γ - и γ' -фаз и в межфазных слоях. В исследованных объемах образцов жаропрочного никелевого сплава обнаружены только частицы γ - и γ' -фаз. Показано, что области γ' -фазы обогащены Al, Ti, Ni, Nb (γ' -образующие элементы), а в γ -фазе повышено содержание Co, Cr, Mo (γ -образующие элементы).

Такие элементы, как V, W, Fe, Si, B и C, имеют сравнительно близкое содержание в γ - и γ' -фазах, причем характер обогащения фаз этими элементами зависит от их размера. Показано, что кроме обычно наблюдаемых частиц γ' -фазы в γ -матрице, внутри крупных частиц γ' -фазы, имеются ультрадисперсные области γ -фазы, а точнее – примерно равноосные однородно распределенные скопления γ -образующих элементов размером 1–3 нм.

Это подтверждает аналогичные результаты зарубежных АЗТ-исследований жаропрочных никелевых сплавов, высоколегированных γ -образующими элементами [8, 9]. Кроме указанных ультрадисперсных равноосных скоплений в настоящей работе впервые обнаружены строчки из ультрадисперсных уплощенных скоплений примерно того же химического состава. Для изученных образцов построены зависимости концентраций элементов в частицах γ - и γ' -фаз от среднего значения концентрации рассматриваемого элемента.

Оцененные по этим графикам величины объемной доли γ' -фазы в образцах из заготовок № 1, 2 и 3 составили 68 ± 1 , 61 ± 2 , $62 \pm 4\%$, соответственно. Продемонстрировано, что образцы из заготовки № 1 с наибольшей жаропрочностью содержат максимальную объемную долю γ' -фазы. Наибольший условный предел текучести имели образцы из заготовки № 2, в которых обнаружены ультрадисперсные выделения γ -фазы.

Обсуждение причин позиционирования элементов в γ - и γ' -фазах, возможные причины возникновения ультрадисперсных скоплений γ -образующих элементов и строчек из аналогичных скоплений, особенностей переходных слоев между фазами предполагается провести в отдельной работе. Полученные результаты важны как для дальнейшего углубления представлений о физической природе ЖНС, так и для решения практических вопросов оптимизации химического состава и температурно-временных условий различных этапов технологии изготовления дисков из ЖНС.

БЛАГОДАРНОСТИ

Томографические атомно-зондовые исследования выполнены в Центре коллективного пользования КАМИКС (<http://kamiks.itep.ru/>) НИЦ “Курчатовский институт” – ИТЭФ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Fecht H., Furrer D.* Processing of nickel-base superalloys for turbine engine disc applications // *Adv. Eng. Mater.* 2000. V. 2. P. 777–787.
2. *Каблов Е.Н.* Инновационные разработки ФГУП “ВИАМ” ГНЦ РФ по реализации Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 г. // *Авиационные материалы и технологии.* 2015. № 1(34). С. 3–33.
3. *Гарибов Г.С.* Перспективы развития отечественных дисковых гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов для новых образцов авиационной техники // *Технология легких сплавов.* 2017. № 1. С. 7–28.
4. *Логунов А.В.* Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин. Рыбинск. ООО Издательский дом “Газотурбинные технологии”, 2017. 854 с.
5. *Зайцев Д.В., Сбитнева С.В., Бер Л.Б., Заводов А.В.* Определение химического состава частиц основных фаз в изделиях из гранулируемого никелевого жаропрочного сплава ЭП741НП // *Труды ВИАМ.* 2016. № 9(45). С. 61–71.
6. *Murakumo T., Kobayashi T., Koizumi Y., Harada H.* Creep behavior of Ni-base single-crystal superalloys with various γ volume fraction // *Acta Mater.* 2004. V. 52. P. 3737–3744.
7. *Jena A.K., Chaturvedi M.C.* The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys // *J. Mater. Sci.* 1984. V. 19. P. 3121–3139.
8. *Tan X.P., Manginck D., Perrin-Pellegrino C., Rougier L., Gandin Ch.-A., Jacot A., Ponsen D., Jaquet V.* Atom probe tomography of secondary γ precipitation in a single crystal Ni-based superalloy after isothermal aging at 1100°C // *J. Alloys and Compounds.* 2014. V. 611. P. 389–394.
9. *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.
10. *Рогожкин С.В., Алеев А.А., Лукьянчук А.А., Шутов А.С., Разницын О.А., Кириллов С.Е.* Прототип атомного зонда с лазерным испарением // *Приборы и техника эксперимента.* 2017. № 3. С. 129–134.
11. *Разницын О.А., Лукьянчук А.А., Шутов А.С., Рогожкин С.В., Алеев А.А.* Оптимизация параметров лазера для исследований сплавов на атомно-зондовом томографе с лазерным испарением // *Ядерная физика и инжиниринг.* 2017. Т. 8. № 2. С. 138–140.
12. *Алеев А.А., Рогожкин С.В., Лукьянчук А.А., Шутов А.С., Разницын О.А., Никитин А.А., Искандаров Н.А., Корчуганова О.А., Кириллов С.Е.* Программный комплекс по восстановлению, обработке и анализу томографических атомно-зондовых данных “КВАНТМ-3D” V1.0.0. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2018661876, рег. 20.09.2018.
13. *Raznitsyn O.A., Lukyanchuk A.A., Shutov A.S., Rogozhkin S.V., Aleev A.A.* Optimization of material analysis conditions for laser-assisted atom probe tomography characterization // *Journal of Analytical Chemistry.* 2017. V. 72. № 14. P. 1404–1410.
14. *Miller M.K.* Atom Probe Tomography: Analysis at the Atomic Level. Kluwer Academic, New York, 2000. 239 p.
15. *Бер Л.Б.* Температурно-временные диаграммы распада γ -твердого раствора в гранулируемых жаропрочных никелевых сплавах ЭП741НП и ВВ751П, их построение и использование при закалке заготовок дисков // *Технология легких сплавов.* 2017. № 4. С. 5–19.