КРИСТАЛЛОГРАФИЯ, 2024, том 69, № 6, с. 927–937

РЕАЛЬНАЯ СТРУКТУРА КРИСТАЛЛОВ

УДК 548.4

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ДЕФЕКТОВ, ИНИЦИИРУЮЩИХ УСТАЛОСТНЫЕ РАЗРУШЕНИЯ В ГРАНУЛИРОВАННОМ СПЛАВЕ ЭП741НП

© 2024 г.
И. С. Павлов[1], М. А. Артамонов[2], В. В. Артемов[1], А. С. Кумсков[1], Е. Ю. Марчуков[2], А. Л. Васильев[1,3,*]

[1]*Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники НИЦ "Курчатовский институт", Москва, Россия*

[2]*Опытно-конструкторское бюро им. А. Люльки, Филиал ПАО "ОДК-УМПО", Москва, Россия*

[3]*Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет), Долгопрудный, Россия*

**E-mail: a.vasiliev56@gmail.com*

Поступила в редакцию 18.09.2024 г.
После доработки 18.09.2024 г.
Принята к публикации 23.09.2024 г.

Методами просвечивающей электронной микроскопии, энергодисперсионного рентгеновского микроанализа и электронной дифракции исследованы разрушенные в процессе усталостных испытаний образцы, изготовленные из сплава ЭП741НП. Подробно исследован композиционный и фазовый состав дефектов, обнаруженных на границах усталостных трещин. Показано, что такие дефекты имеют морфологию преимущественно вытянутых плоских "ковров", содержащих NiO, CTi_xNb_{1-x}, аморфный AlO_x, HfO_2, α-Al_2O_3, β-Al_2O_3, Al_2MgO_4, Co_7Mo_6, Co_3O_4, S_4Ti_3, NbO_2, TiO_2, а также аморфные области, содержащие C, O, Ca, S, Na и Cl. Сделаны предположения об источнике и моменте формирования исследованных дефектов.

DOI: 10.31857/S0023476124060027, **EDN:** YILVYE

ВВЕДЕНИЕ

Эксплуатация газотурбинных двигателей и установок в авиации и энергетике происходит в экстремальных условиях – при высоких температурах, механических напряжениях, воздействии агрессивных продуктов сгорания топлива, в окисляющей рабочей среде. Перечисленные факторы выставляют высокие требования к используемым в их конструкции материалам [1–4]. В частности, для изготовления дисков компрессора высокого давления и турбин авиационных двигателей используют жаропрочные никелевые сплавы, в том числе полученные из порошков (гранул), способные выдерживать рабочие температуры до 750°C [5].

Одним из основных методов получения гранул суперсплавов в России, применяемых для заготовок дисков, является метод плазменной плавки и центробежного распыления быстровращающейся литой заготовки (метод **PREP**, plazma rotate electrode process) [6]. На первом этапе металл вакуумной индукционной выплавки разливают в кокили (стальные трубы). Полученную заготовку подвергают резке, обточке, шлифованию и используют для последующего распыления на гранулы, которое происходит в атмосфере смеси инертных газов (гелий, аргон). Следующий этап – рассеивание гранул через тканые металлические сита с размером ячейки 140 мкм (или менее) с использованием виброгрохотов. При этом удаляются не только крупные частицы, но и частицы, имеющие нефункциональную форму (игольчатые, слипшиеся и т.д.). Основную часть неметаллических (керамических) включений удаляют методом электростатической сепарации. На последнем этапе полученные порошки компактируют в стальных капсулах и подвергают термообработке [7].

В результате в материале, представляющем собой неупорядоченную γ-Ni-матрицу, формируются геометрически плотно упакованные включения γ' (Ni_3Al), упрочняющие сплав, причем включения γ' когерентны с матрицей, благодаря чему сплав сохраняет пластичность [8, 9]. К фазам, ухудшающим механические свойства, относят топологически плотноупакованные включения (σ, μ, Laves). Легирование и режимы термической обработки подбирают так, чтобы снизить вероятность их выделения [10].

В [7, 11] было показано, что на практике на разных этапах формирования материала в него могут попадать различные экзогенные загрязнения – керамические (продукты разрушения тигля и окисления шихтовых материалов) или органические (уплотняющая резина и волокна тканей, используемых для очистки камеры). Такие загрязнения или продукты их взаимодействия с основным материалом формируют преципитаты, сопоставимые по размеру с аустенитным зерном матрицы сплава, что ухудшает конечные механические свойства.

Для сдерживания формирования карбидов хрома на границах зерен в сплав добавляют до 0.4% гафния, который должен связывать углерод, освобождающийся при распаде карбидов, и формировать мелкодисперсные беспорядочно расположенные частицы HfC [12]. Помимо этого, в процессе выплавки гафний активно связывает кислород, всплывая на поверхность расплавленного металла в составе шлаков. Кристаллизуясь, оксид гафния образует моноклинный HfO_2, который наблюдался ранее в сплаве ЭП741НП [11]. Эти оксиды могут формировать крупные кластеры (достигающие 100 мкм), среди которых также обнаруживаются аморфные углеродсодержащие соединения [11]. Предполагается, что данные кластеры негативно влияют на механические свойства материала и приводят к преждевременному формированию усталостных разрушений. Снижение концентрации дефектов в материале должно приводить к более позднему зарождению усталостных трещин и повышению усталостной долговечности, что позволит увеличить ресурс деталей, изготовленных из гранулируемого сплава. Определение структуры и природы таких дефектов позволит определить комплекс мер по снижению вероятности формирования подобных дефектов в материале, что увеличит ресурс, а значит, повысит эффективность и обеспечит рентабельность в эксплуатации газотурбинных двигателей и установок.

Для исследования структуры и состава обсуждаемых дефектов целесообразно использовать современные методы с высокой локальностью. Просвечивающая электронная микроскопия (**ПЭМ**), в том числе ПЭМ высокого разрешения (**ВР ПЭМ**) и микроанализ, в комбинации со сканирующей электронной микроскопией (**СЭМ**) и фокусированным ионным пучком (**ФИП**) широко используется для исследования морфологии, состава, структуры и дефектности широкого класса объектов размерами от десятков микрометров до единиц нанометров [13–15].

В настоящей работе методами СЭМ и ПЭМ в сочетании с энергодисперсионным рентгеновским микроанализом (**ЭРМ**) исследованы разрушенные в процессе усталостных испытаний образцы из сплава ЭП741НП. Основное внимание было направлено на гафнийсодержащие кластеры, расположенные в очагах разрушения.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследован гранулируемый жаропрочный никелевый сплав ЭП741НП, применяемый для производства заготовок дисков авиационных газотурбинных двигателей, разрушенных после испытаний на малоцикловую усталость. Гранулы сплава фракции 50–140 мкм получены методом PREP из литых шлифованных прутков, произведенных в процессе двойной переплавки (вакуумная индукционная с последующей вакуумной дуговой). Заготовка диска получена методом горячего изостатического прессования с последующей термической обработкой по серийной технологии. Химический состав сплава был определен ранее (табл. 1) и соответствовал стандарту [11, 16, 17].

Поиск гафнийсодержащих очагов осуществляли в растровом электронно-ионном микроскопе (**РЭИМ**) Scios (ThermoFisher Scientific, США). Подготовку образцов для микроструктурного и фазового анализа методами просвечивающей/растровой электронной микроскопии (**П/РЭМ**) проводили с помощью ФИП в том же РЭИМ стандартным методом “lift-out”. Исследования методами ПЭМ, П/РЭМ и ЭРМ были проведены в просвечивающем/растровом электронном микроскопе Osiris (Thermo Fisher Scientific, США),

Таблица 1. Содержание элементов сплава ЭП741НП (%)

Ni	Основа
C	0.02–0.06
Cr	8.0–10.0
Mo	3.5–4.2
W	4.8–5.9
Al	4.85–5.25
Ti	1.6–2.0
Co	15.0–16.5
Nb	2.4–2.8
Hf	0.1–0.4
B	⩽0.015
Ce	<0.01
Zr	<0.015
Mg	<0.05
Si	<0.5
Mn	<0.5
S	<0.009
P	<0.015
Fe	<0.5

оборудованном высокоугловым кольцевым темнопольным детектором (Fischione, США) и рентгеновским энергодисперсионным спектрометром Super X (ChemiSTEM, Bruker, США), при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Анализ проводили на основании результатов исследования 10 образцов, разрушенных в процессе усталостных испытаний. Образцы для ПЭМ/ПРЭМ/ЭРМ (ламели) были вырезаны перпендикулярно плоскости излома.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1а, 1б представлены светлопольные ПЭМ-изображения ламелей, вырезанных перпендикулярно плоскостям усталостных трещин, по которым образец был разрушен на две части во время испытаний на малоцикловую усталость. Граница этой трещины обозначена белыми стрелками. Для защиты образца в процессе подготовки ламелей на их поверхность напыляли слой платины, который также наблюдается на изображениях (рис. 1а, 1б). Сплав представляет собой неупорядоченный твердый раствор γ-Ni (пр. гр. $Fm\bar{3}m$), заполненный преципитатами, упорядоченными по типу $L1_2$ интерметаллидной γ′-фазы (Ni_3Al, пр. гр. $Pm\bar{3}m$), которые отмечены на рис. 1а пунктирными линиями. Электронограмма, показанная на рис. 1в, является комбинацией электронных дифракций γ- и γ′-фаз, наблюдаемых вдоль кристаллического направления [001]. Помимо γ′-преципитатов в матрице встречаются одиночные включения карбидов титана/ниобия (CTi_xNb_{1-x} – $Fm\bar{3}m$), один из которых отмечен серой стрелкой на рис. 1б. Электронограмма от такого карбида показана на рис. 1г. Кроме того, отмечено присутствие карбидов на основе вольфрама и гафния. Такие карбиды попадают в расплав на ранних этапах кристаллизации металла. Из-за высокой температуры плавления, которая варьируется в пределах от 3000 до 3500°C в зависимости от соотношения x [18], их кристаллическая структура и морфология не изменяются на протяжении всех этапов формирования сплава и его обработки.

Все образцы, исследованные в работе, выбирали вблизи очагов зарождения усталостных трещин, заполненных гафнийсодержащими дефектами. Сами дефекты имеют различное распределение в матрице сплава. На рис. 1а, к примеру, серыми стрелками обозначен дефект, формирующий кластер из кристаллических и аморфных фаз, образованных легирующими элементами и загрязнениями, внесенными в материал в процессе получения сплава. На рис. 1б, в свою очередь, такой дефект проходит вдоль границы между никелевым сплавом и технологическим (сформированном при подготовке образца) слоем платины, образуя “ковер” – плоское формирование из преципитатов и загрязнений. Анализ серии образцов показал, что распределение в виде “ковров” встречается значительно чаще, чем распределение в виде кластеров.

Карты распределения элементов, построенные методом ЭРМ вблизи дефекта, представлены на рис. 2. Карты позволяют выявить различия γ- и γ'-фаз: неупорядоченная фаза γ содержит меньше

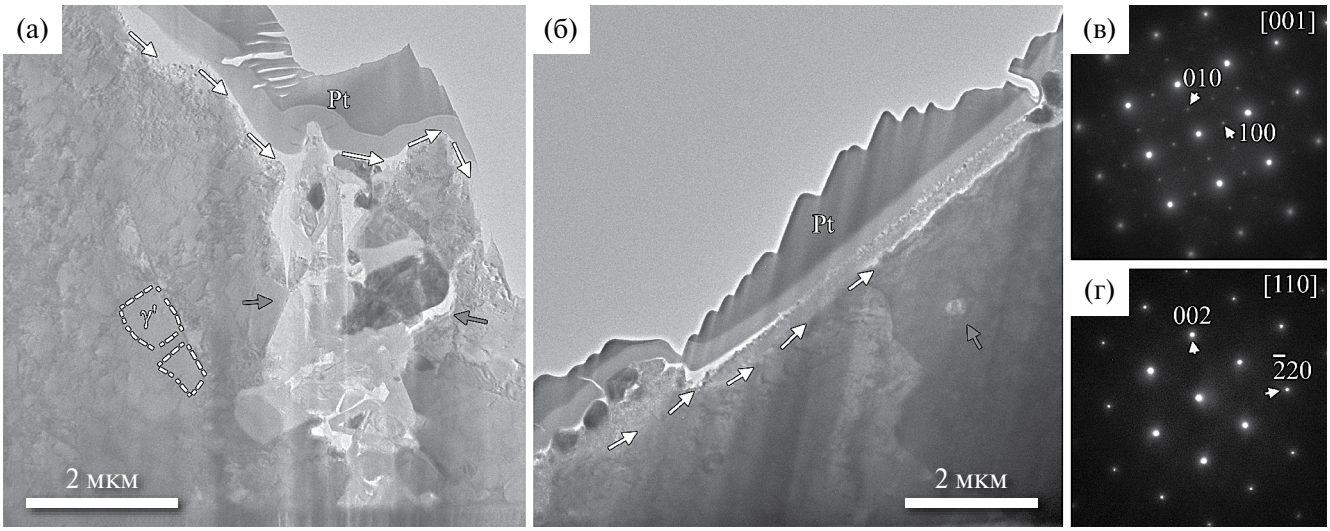

Рис. 1. Светлопольные ПЭМ-изображения никелевого сплава ЭП741НП и электронограммы от областей образца (а, б), границы излома обозначены белыми стрелками, а – пунктирными линиями обозначен пример γ′-фазы, серыми стрелками – кластер, состоящий из кристаллических и аморфных выделений, б – серой стрелкой указан преципитат CTi_xNb_{1-x}. Электронограмма, полученная от γ- и γ′-фаз (в), электронограмма, полученная от CTi_xNb_{1-x} (г).

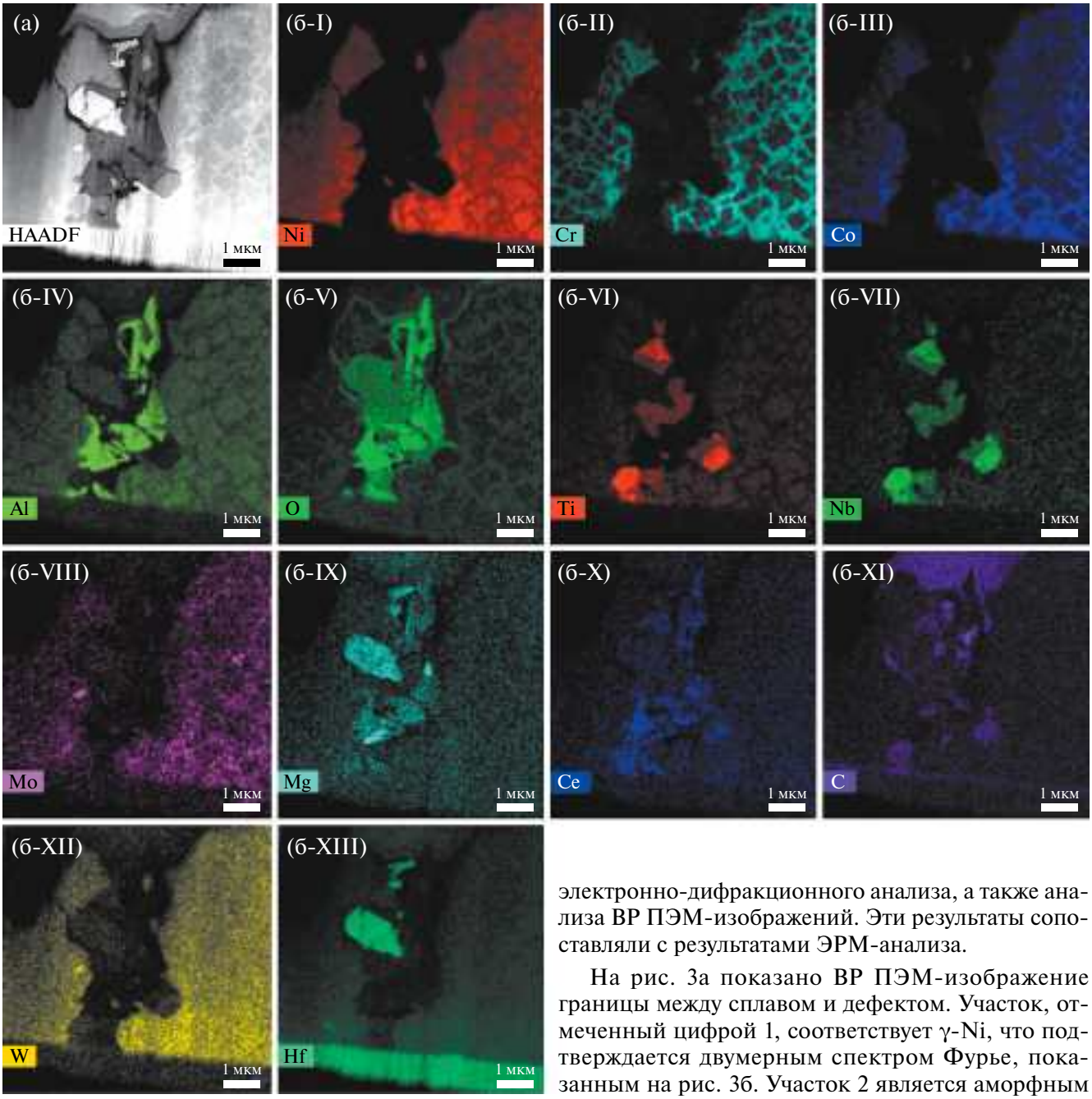

Рис. 2. Темнопольное ПРЭМ-изображение дефекта (а), карты распределения элементов, построенные методом ЭРМ (б-I–б-XIII).

алюминия, но больше растворенных тугоплавких элементов – Cr, Co и Mo. Элементное картирование выявило высокое содержание кислорода в частицах дефекта, содержащих Hf, Al, Mg, а также частицы с повышенным содержанием Nb, Ti, Mo и других элементов, входящих в состав сплава.

Идентификацию наблюдаемых в областях дефектов фаз осуществляли с помощью электронно-дифракционного анализа, а также анализа ВР ПЭМ-изображений. Эти результаты сопоставляли с результатами ЭРМ-анализа.

На рис. 3а показано ВР ПЭМ-изображение границы между сплавом и дефектом. Участок, отмеченный цифрой 1, соответствует γ-Ni, что подтверждается двумерным спектром Фурье, показанным на рис. 3б. Участок 2 является аморфным (спектр Фурье, рис. 3в) и согласно результатам количественного ЭРМ-анализа преимущественно состоит из кислорода и алюминия в соотношении, близком к 4/1 (O – 67.44 ат. %/Al – 17.29 ат. %). В [19] показано, что аморфный оксид алюминия обладает упорядочением ближнего порядка, а именно формирует тетраэдры AlO_4. Состав, измеренный с помощью ЭРМ, близок к стехиометрии таких тетраэдров.

Спектр Фурье от участка 3 согласуется с оксидом никеля (NiO, пр. гр. – $R\bar{3}m$) (рис. 3г). Анализ серии образцов показал, что кристаллический оксид никеля и аморфный – алюминия встречаются

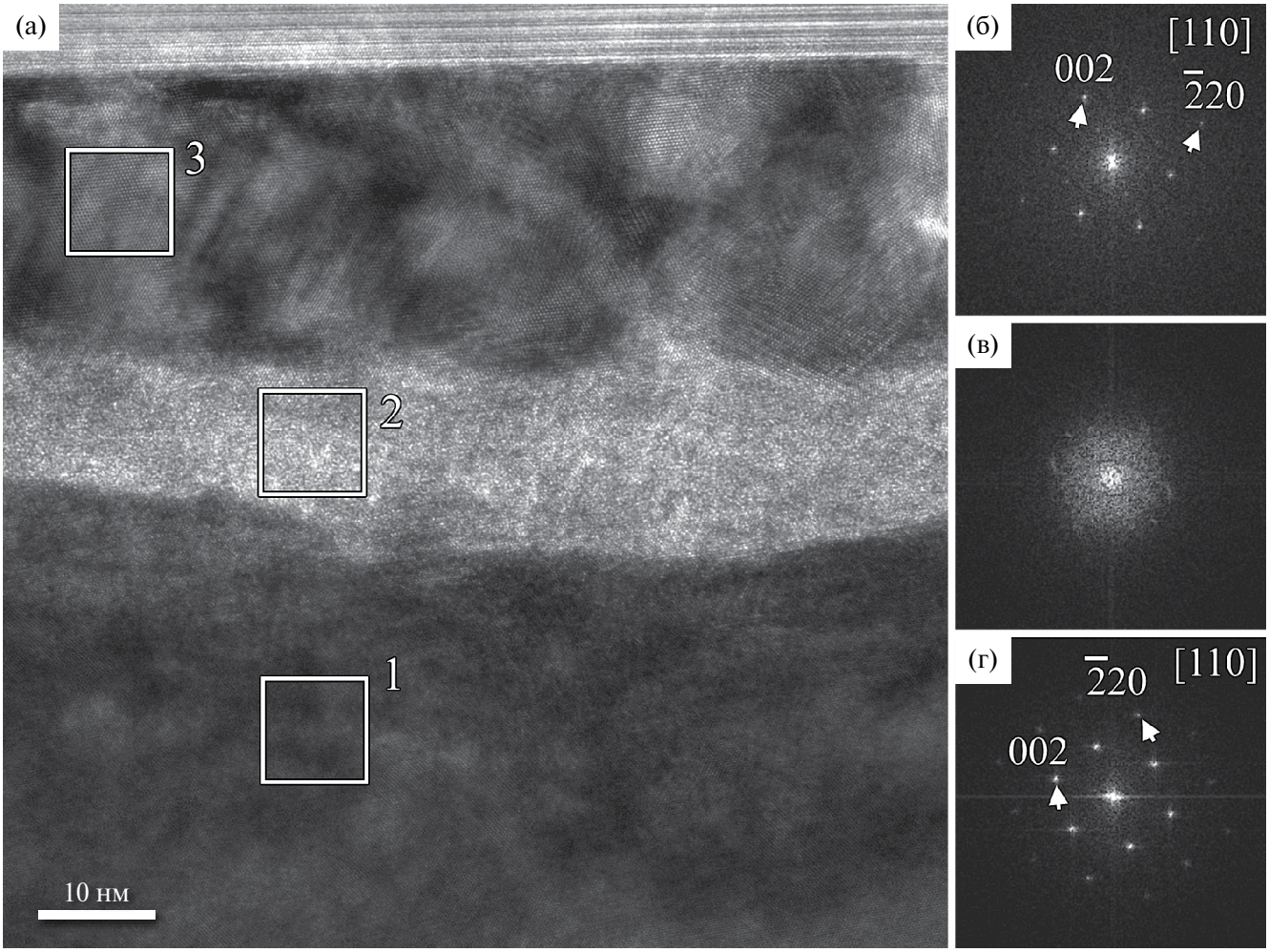

Рис. 3. ВР ПЭМ-изображение границы между кластером и никелевым сплавом (а). Двумерные спектры Фурье участков, отмеченных цифрами 1 (б), 2 (в), 3 (г).

преимущественно в форме пластин на границах с кластером.

Частица, содержащая главным образом кислород и гафний, представлена на темнопольном ПРЭМ-изображении (рис. 4а). Электронограммы, полученные от таких частиц, полностью отвечают моноклинной кристаллической структуре HfO_2 (пр. гр. $P12_1/c$). Электронограмма одной из таких частиц показана на рис. 4б вдоль кристаллического направления [100]. Частицы HfO_2 в основном характеризуются округлой (эллипсоидальной) морфологией, причем в объеме часто встречаются включения α-Al_2O_3 (пр. гр. $R\bar{3}c$) (отмечены стрелками на рис. 4а), что также подтверждается электронно-дифракционными исследованиями (рис. 4в).

Кроме α-Al_2O_3 в кластерах встречается β-Al_2O_3 (гексагональная сингония, пр. гр. $P6_3/mmc$, параметры элементарной ячейки $a = 0.56$, $c = 2.26$ нм). Одна из таких частиц представлена на рис. 5а (область 1), а соответствующий спектр Фурье на рис. 5б. β-Al_2O_3, как правило, содержит натрий ($Na_2O{\cdot}11Al_2O_3$) [20] или водород ($3H_2O{\cdot}11Al_2O_3$) [21]. Эти элементы могут входить в состав связующего для керамической оснастки при выплавке. В некоторых работах в β-Al_2O_3 был обнаружен Mg ($Na_2O{\cdot}MgO{\cdot}5Al_2O_3$ и $Na_2O{\cdot}4MgO{\cdot}15Al_2O_3$), однако параметр c элементарной ячейки значительно отличается от обнаруженного в настоящем исследовании (3.39 и 3.18 нм) [22, 23]. Количественный ЭРМ-анализ зарегистрированной β-Al_2O_3-фазы приведен в табл. 2. Отметим, что Na не был обнаружен, но присутствует в небольшой концентрации Ce, который, вероятно, и стабилизирует β-Al_2O_3. Все наблюдаемые включения β-Al_2O_3 обладают пластинчатой морфологией. Магний и церий используют на заключительных этапах выплавки сплава для раскисления и десульфурации, однако из-за высокого сродства к кислороду указанных металлов возможно их окисление, что и установлено в данной работе.

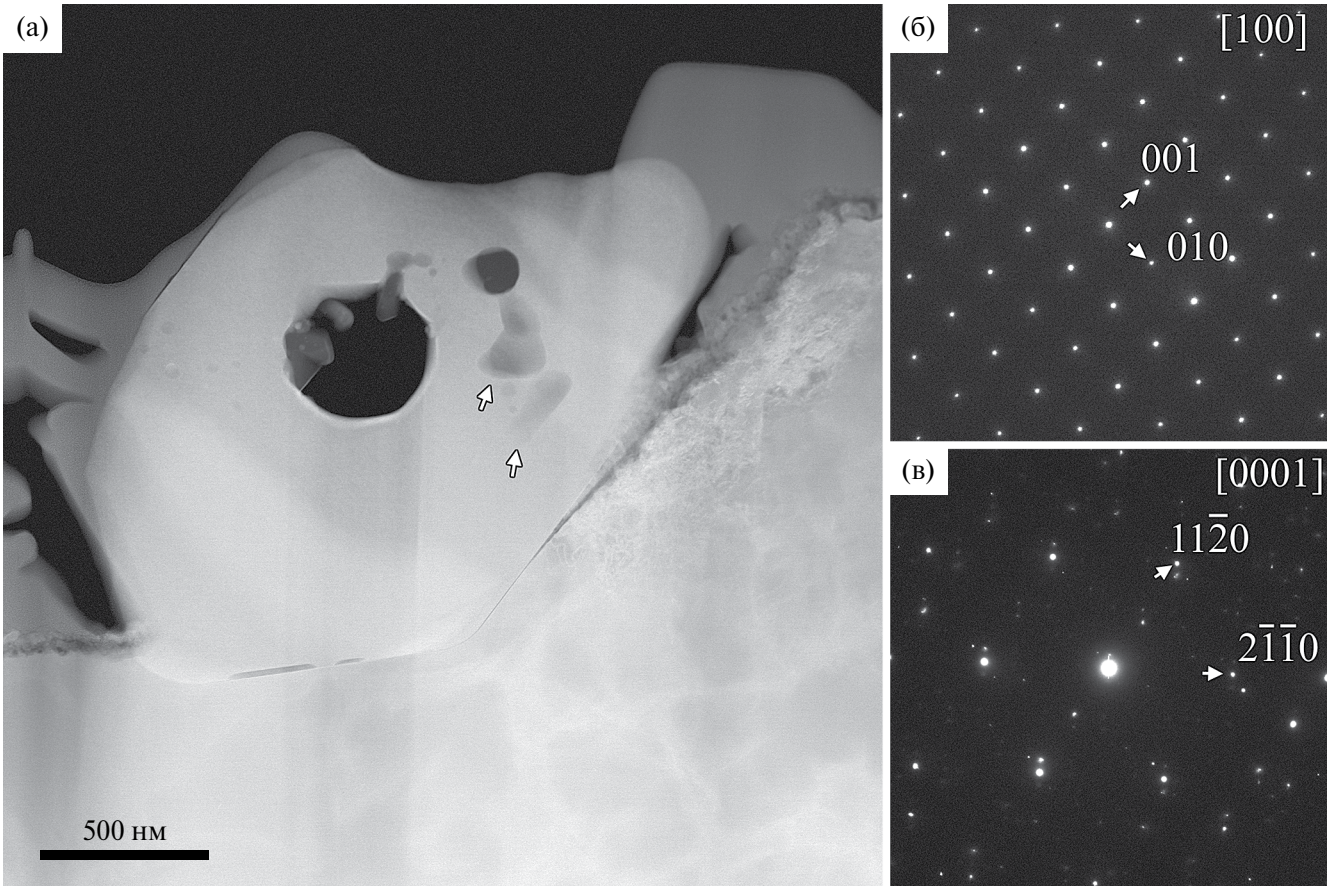

Рис. 4. Темнопольное ПРЭМ-изображение частицы HfO_2 с включениями Al_2O_3, показанными стрелками (а); соответствующие электронограммы: б – HfO_2, в – α-Al_2O_3.

Таблица 2. Количественный ЭРМ-анализ наблюдаемого β-Al_2O_3

Элемент	ат. %
O	62
Al	32
Ce	2–3
Mg	3

Помимо перечисленных алюминийсодержащих фаз Al встречается в составе шпинели – Al_2MgO_4 (пр. гр.– $F\bar{3}m$) (область 2 на рис. 5а, соответствующий спектр Фурье – рис. 5в). Шпинель, встречающийся в образце, представляет собой включения с кристаллической огранкой.

На рис. 6а представлено ВР ПЭМ-изображение интерметаллида Co_7Mo_6 ($R\bar{3}m$), электронограмма которого приведена на вставке. Такое включение может рассматриваться как зародыш топологически плотноупакованной σ-фазы. Подобные частицы встречаются в дефектах в форме ограненных кристаллов. ВР ПЭМ-изображение частицы Co_3O_4 ($Fd\bar{3}m$) и соответствующий спектр Фурье показаны на рис. 6б. Частицы оксида кобальта характеризуются эллипсоидальной морфологией.

Согласно ЭРМ-картам распределения элементов, представленным на рис. 7б-I–7б-V, в дефектах в составе оксидов или сульфидов встречается Ti. Как оксиды, так и сульфиды характеризуются пластинчатой морфологией. Электронограмма, полученная от сульфида титана, полностью отвечает дифракции от S_4Ti_3 (пр. гр. $P6_3/mmc$), наблюдаемой вдоль кристаллического направления [2$\bar{1}\bar{1}$0] (рис. 7в). Оксид ниобия и оксид титана представлены в виде нанокристаллических конгломератов NbO_2 ($I4_1/a$) и TiO_2 ($P4_2/mnm$) (рис. 7г, 7д), образующих частицы в форме эллипсоидов или вытянутых пластин, параллельных изломам усталостных трещин.

Отметим, что карбиды CTi_xNb_{1-x} встречаются не только в виде одиночных включений в матрице, они могут присутствовать и в кластерах в форме ограненных кристаллитов размером ~5 мкм.

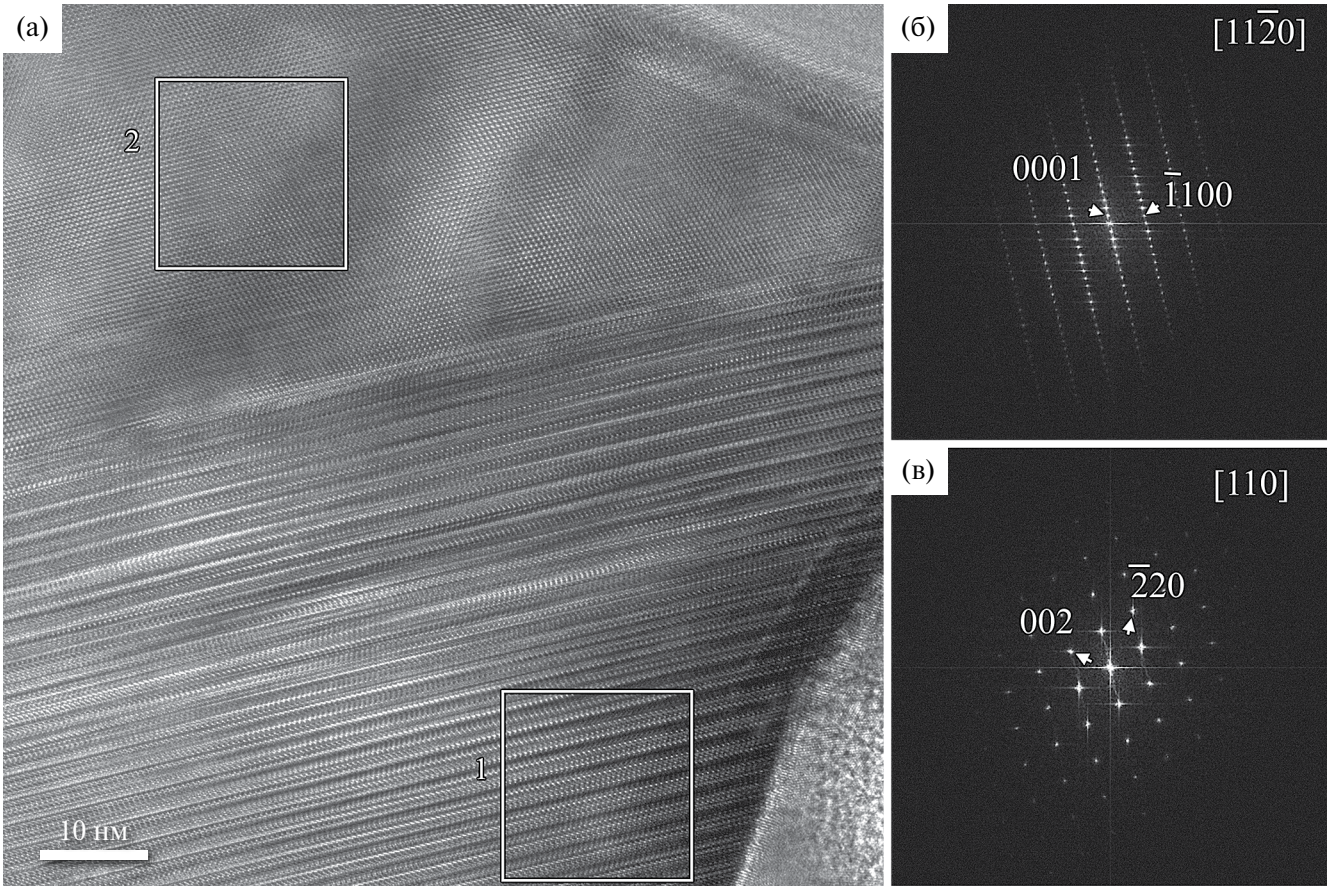

Рис. 5. ВР ПЭМ-изображения β-оксида алюминия (область 1) и шпинели (область 2) (а); соответствующие им спектры Фурье (б, в).

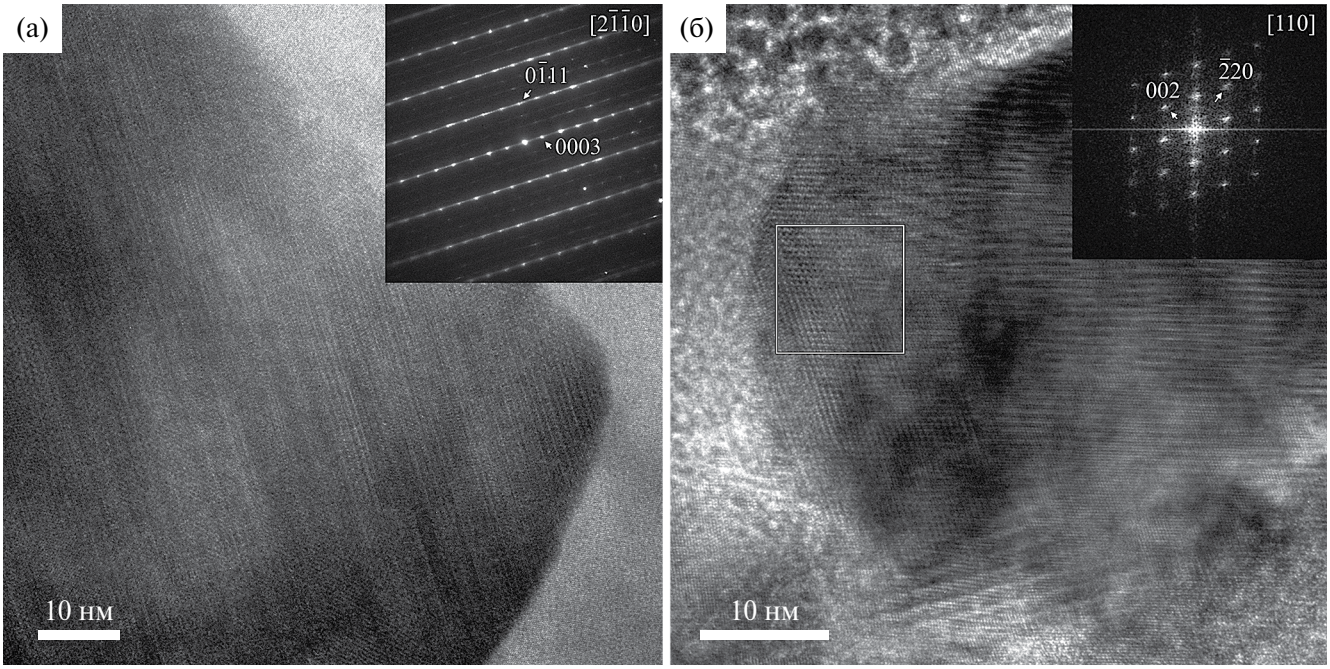

Рис. 6. ВР ПЭМ-изображения Co_7Mo_6 (а) и Co_3O_4 (б). На вставках – соответствующие электронограмма и спектр Фурье.

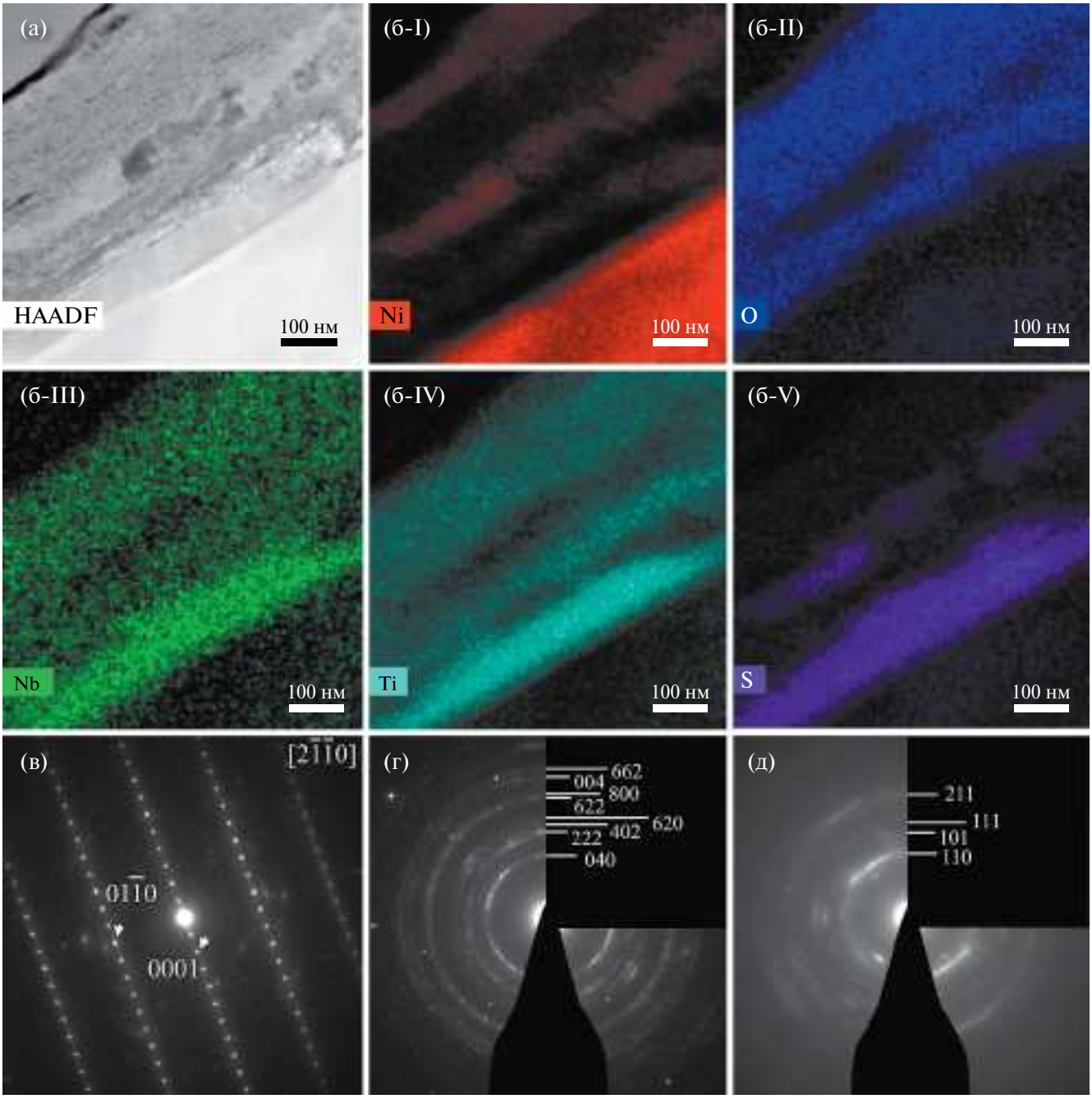

Рис. 7. Темнопольное ПРЭМ-изображение (а) и карты распределения элементов, построенные методом ЭРМ (б-I–б-V). Электронограммы, соответствующие S_4Ti_3 (в), NbO_2 (г) и TiO_2 (д).

Помимо кристаллических фаз в кластерах встречаются аморфные области, состоящие преимущественно из углерода и кислорода и включающие в свой состав серу, натрий и хлор (рис. 8).

Все обнаруженные фазы, их размеры, формы и температуры плавления приведены в табл. 3. Как видно из таблицы, все наблюдаемые кристаллические фазы являются оксидами. Ранее предполагалось, что источником кислорода могут быть органические загрязнения, вносимые в материал на различных технологических этапах [11], которые распадаются при высоких температурах, а высвободившийся кислород окисляет окружающую матрицу. Однако в таком случае морфология дефектов была бы близка к морфологии органических частиц. Так как дефекты формируют преимущественно плоские вытянутые покрытия – “ковры”, сложно представить, что такая морфология могла бы образоваться при распаде органических частиц. Единственным технологическим этапом,

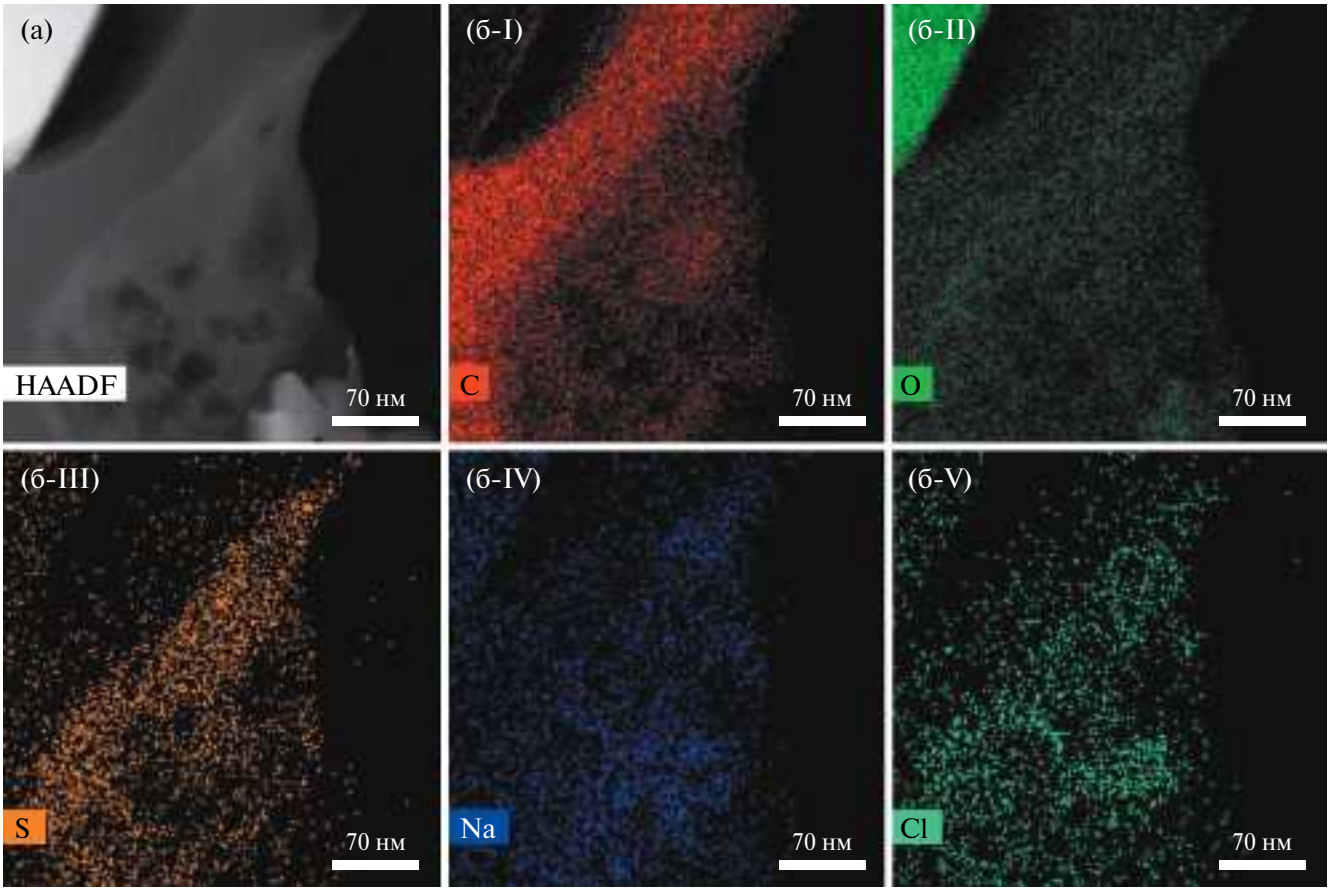

Рис. 8. Темнопольное ПРЭМ-изображение (а) и карты распределения элементов, построенные методом ЭРМ (б-I–б-V).

Таблица 3. Сводная таблица по фазам, обнаруженным в дефектах сплава ЭП741НП

Наблюдаемые фазы	Средний размер x, нм	Средний размер y, нм	Форма	$T_{пл}$, °C
NiO ($R\bar{3}m$)	1500	300	Пластины	2000 [24, 25]
CTi_xNb_{1-x} ($Fm\bar{3}m$)	750	700	Ограненные частицы	3000–3500 [18]
Аморфный AlO_x	1500	30	Пластины	
HfO_2 ($P12_1/c$)	1500	2000	Эллипс	2800 [26]
Al_2O_3 ($R\bar{3}c$)	250	250	Эллипс	2300 [27]
β-Al_2O_3 ($P6_3/mmc$)	1000	300	Пластины	
Al_2MgO_4 ($Fd\bar{3}m$)	1100	100	Ограненные частицы	2000 [28]
Co_7Mo_6 ($R\bar{3}m$)	600	550	Ограненные частицы	1500 [29]
Co_3O_4 ($Fd\bar{3}m$)	100	100	Эллипс	1560 [30]
S_4Ti_3 ($P6_3/mmc$)	1000	100	Пластины	1800 [31]
NbO_2 ($I4_1/a$)	900	1800	Эллипс или пластины	1830 [32]
TiO_2 ($P4_2/mnm$)	900	1800	Эллипс или пластины	1865 [33]
Аморфные загрязнения, состоящие из C, O, Ca, S, Na, Cl, Mg, Co, Se	700	400	Эллипс	

осуществляемым в атмосфере кислорода, является выплавка. Все остальные этапы осуществляются в атмосфере инертных газов (гелий, аргон). Кислород, находящийся в объеме разогретого до 1500°C расплава, взаимодействует с металлами, образуя оксиды, которые всплывают на поверхность в составе шлаков. Шлаки образуют покрытие на поверхности расплава с близкой к наблюдаемой в работе морфологией дефектов (ковры). Использование для распыления гранул недостаточно очищенного от шлаков расплава могло бы привести к формированию в гранулах, а в дальнейшем и в суперсплаве дефектов, близких к тем, что наблюдаем. Все наблюдаемые кристаллические фазы сохраняют стабильность минимум до 1500°C (табл. 3). Ни на одном из последующих этапов формирования и обработки сплавов такие высокие температуры не используются, а значит, дефекты, образованные на этапе выплавки, должны сохранить свое исходное состояние до финального этапа получения суперсплава.

ВЫВОДЫ

Дефекты в гранулируемом никелевом сплаве ЭП741НП – основной ограничивающий фактор при определении ресурса деталей, изготовленных из этого материала. Считается, что в основном дефектами являются керамические частицы (обломки оснастки для выплавки), попадающие в материал. Однако при исследовании дефектов часто наблюдаются скопления гафнийсодержащих частиц, от которых происходит зарождение усталостных трещин. Глубокое структурное исследование дефектов такого типа было проведено впервые. Методами ПЭМ, ПРЭМ, ЭРМ и электронной дифракции подробно исследован композиционный и фазовый состав дефектов, обнаруженных на границах усталостных трещин. Показано, что такие дефекты имеют морфологию преимущественно вытянутых плоских “ковров”, содержащих NiO (пр. гр. $R\bar{3}m$), CTi_xNb_{1-x} (пр. гр. $Fm\bar{3}m$), аморфный AlO_x, HfO_2 (пр. гр. $P12_1/c$), α-Al_2O_3 (пр. гр. $R\bar{3}c$), β-Al_2O_3 (пр. гр. $P6_3/mmc$), Al_2MgO_4 (пр. гр. $Fd\bar{3}m$), Co_7Mo_6 (пр. гр. $R\bar{3}m$), Co_3O_4 (пр. гр. $Fd\bar{3}m$), S_4Ti_3 (пр. гр. $P6_3/mmc$), NbO_2 (пр. гр. $I4_1/a$), TiO_2 (пр. гр. $P4_2/mnm$), а также аморфные области, содержащие C, O, Ca, S, Na и Cl.

По-видимому, оксидные загрязнения формируются на этапе выплавки материала вследствие недостаточной очистки от шлаков. Образующиеся дефекты с плоской и вытянутой морфологией являются как концентратором напряжения, так и барьером для скопления дислокаций и ведут к инициированию усталостных трещин.

Полученные результаты могут быть использованы для устранения источников загрязнения, улучшения усталостных характеристик сплава и продления срока эксплуатации изготавливаемых из него деталей.

В части подготовки образцов и проведения их исследований методами электронной микроскопии работа проведена в рамках выполнения государственного задания НИЦ “Курчатовский институт”.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Williams J.C., Starke E.A.* // Acta Mater. 2003. V. 51. P. 5775. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2003.08.023
2. *Caron P., Khan T.* // Aerosp. Sci. Technol. 1999. V. 3. P. 513. https://doi.org/10.1016/S1270-9638(99)00108-X
3. *Sato A., Chiu Y.-L., Reed R.C.* // Acta Mater. 2011. V. 59. P. 225. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.09.027
4. *Xia W. et al.* // J. Mater. Sci. Technol. 2020. V. 44. P. 76. https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.01.026
5. *Gayda J., Gabb T.P., Kantzos P.T.* // Superalloys. 2004. P. 323.
6. *Волков А.М. et al.* // Технология металлов. 2019. № 1. С. 2. https://doi.org/10.31044/1684-2499-2019-1-0-2-8
7. *Гарибов Г.С., Кошелев В.Я., Шорошев Ю.Г. и др.* // Заготовительные производства в машиностроении. 2010. № 1. С. 45.
8. *Belan J.* // Mater. Today Proc. 2016. V. 3. P. 936. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2016.03.024
9. *Ida S. et al.* // Metals (Basel). 2022. V. 12. P. 1817. https://doi.org/10.3390/met12111817
10. *Zhao S. et al.* // Mater. Sci. Eng. A. 2003.V. 355. P. 96. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00051-0
11. *Трунькин И.Н. и др.* // Кристаллография. 2019. Т. 64. С. 539. https://doi.org/10.1134/S002347611904026X
12. *Симс Ч.Т., Норман С.С., Уильям С.Х.* Суперсплавы II. Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок. Т. 1. М.: Металлургия, 1995. 384 с.
13. *Pavlov I.S. et al.* // Scr. Mater. 2023. V. 222. P. 115023. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.115023
14. *Myasoedov A.V. et al.* // J. Appl. Phys. 2024. V. 135. https://doi.org/10.1063/5.0189133
15. *Ievlev V.M. et al.* // Inorg. Mater. 2023. V. 59. P. 1295. https://doi.org/10.1134/S002016852312004X
16. *Кишкин С.Т., Качанов Е.Б., Булыгин И.П.* Авиационные материалы. Т. 3. Жаропрочные стали и сплавы. Сплавы на основе тугоплавких металлов. М.: ВИАМ, 1989. 566 с.
17. ГОСТ Р 52802-2007 Сплавы никелевые жаропрочные гранулируемые. Марки.
18. *Peng Y. et al.* // Calphad. 2020. V. 70. P. 101769. https://doi.org/10.1016/j.calphad.2020.101769
19. *Gutiérrez G., Johansson B.* // Phys. Rev. B. 2002. V. 65 P. 104202. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.65.104202

20. *Beevers C.A., Ross M.A.S.* // Z. Kristallogr. Cryst. Mater. 1937. V. 97. P. 59. https://doi.org/10.1524/zkri.1937.97.1.59
21. *Kato K., Saalfeld H.* // Acta Cryst. B. 1977. V. 33. P. 1596. https://doi.org/10.1107/S0567740877006608
22. *Bettman M., Peters C.R.* // J. Phys. Chem. 1969. V. 73. P. 1774. https://doi.org/10.1021/j100726a024
23. *Bettman M., Terner L.L.* // Inorg. Chem. 1971. V. 10. P. 1442. https://doi.org/10.1021/ic50101a025
24. *Sasaki S., Fujino K., Takéuchi Y.* // Proc. Jpn Acad. Ser. B. 1979. V. 55. P. 43. https://doi.org/10.2183/pjab.55.43
25. *Prostakova V. et al.* // Calphad. 2012. V. 37. P. 1. https://doi.org/10.1016/j.calphad.2011.12.009
26. *Johnson B., Jones J.L.* Ferroelectricity in Doped Hafnium Oxide: Materials, Properties and Devices. Elsevier, 2019. 570 p. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102430-0.00002-4
27. *R Taylor J. et al.* // Calphad. 1992. V. 16. P. 173. https://doi.org/10.1016/0364-5916(92)90005-I
28. *Alper A.M. et al.* // J. Am.Ceram. Soc. 1962. V. 45. P. 263. https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1962.tb11141.x
29. *Davydov A., Kattner U.R.* // J. Phase Equilibria. 1999. V. 20. P. 5. https://doi.org/10.1361/105497199770335893
30. *Chen M., Hallstedt B., Gauckler L.J.* // J. Phase Equilibria. 2003. V. 24. P. 212. https://doi.org/10.1361/105497103770330514
31. *Murray J.L.* // Bull. Alloy Phase Diagrams. 1986. V. 7. P. 156. https://doi.org/10.1007/BF02881555
32. *Pérez R.J., Massih A.R.* // J. Nucl. Mater. 2007. V. 360. P. 242. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2006.10.008
33. *Okamoto H.* // J. Phase Equilibria Diffus. 2011. V. 32. P. 473. https://doi.org/10.1007/s11669-011-9935-5

PECULIARITIES OF FORMATION OF DEFECTS INITIATING FATIGUE FAULTS IN GRANULAR ALLOY EP741NP

I. S. Pavlov[a], M. A. Artamonov[b], V. V. Artemov[a], A. S. Kumskov[a], E. Yu. Marchukov[b], A. L. Vasiliev[a,c,*]

[a]*Shubnikov Institute of Crystallography of Kurchatov Complex of Crystallography and Photonics of NRC National Research Centre "Kurchatov Institute", Moscow, Russia*

[b]*Lyulka Design Bureau, Moscow, Russia*

[c]*Moscow Institute of Physics and Technology (National Research University) Moscow region, Dolgoprudny, Russia*

**e-mail: a.vasiliev56@gmail.com*

Abstract. The samples of EP741NP alloy destroyed during fatigue testing were investigated by means of transmission electron microscopy, energy-dispersive X-ray microanalysis and electron diffraction. The composition and crystal structure of defects detected at the boundaries of fatigue cracks were studied in details. It was shown that such defects mainly have the morphology of elongated flat "carpets" containing NiO, CTi_xNb_{1-x}, amorphous AlO_x, HfO_2, Al_2O_3, β-Al_2O_3, Al_2MgO_4, Co_7Mo_6, Co_3O_4, S_4Ti_3, NbO_2, TiO_2, as well as amorphous regions containing C, O, Ca, S, Na and Cl. Assumptions were made about the source and of time formation of the studied defects.