

# اثر میزان $TiO_2$ در سرباره فرآیند ذوب مجدد سرباره الکتریکی بر ترکیب شیمیایی، ریزساختار و خواص مکانیکی قراضه های بازیابی شده سوپرآلیاژ IN713LC

مرتضی زمانی<sup>۱</sup>، معصومه سیف الهی<sup>۲\*</sup>، سید مهدی عباسی<sup>۳</sup>

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد متالورژی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

۲- استادیار، پژوهشکده مواد فلزی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

۳- دانشیار، پژوهشکده مواد فلزی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

\*عهده دار مکاتبات: m\_seifollahi@alumni.iust.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۵/۰۹/۰۹، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۶/۰۱/۰۵)

**چکیده:** در این مقاله، امکان بازیابی قراضه های صنعتی سوپرآلیاژ IN713LC از طریق فرآیند ذوب مجدد به وسیله سرباره الکتریکی بررسی می گردد. هدف از این تحقیق دستیابی به ترکیب شیمیایی، ریزساختار، خواص کششی و طول عمر گسیختگی در محدوده استاندارد مطابق با استاندارد AMS5377E است. به منظور کنترل اتلاف عناصر Ti و Al، مقادیر مختلف  $TiO_2$  (۰، ۳ و ۶ wt%) به سرباره کوره با پایه  $70CaF_2-30Al_2O_3$  اضافه گردید. نتایج نشان داد که در سوپرآلیاژ IN713LC با افزودن  $TiO_2$  ۳wt%، اتلاف عنصر Ti جبران شده و میزان گاز اکسیژن و نیتروژن در آن، به ترتیب به ۱۴/۳ ppm و ۱۶ ppm رسیده است. این مقدار از میزان گاز هدف (۲۰ ppm) تعیین شده در سوپرآلیاژ IN713LC کمتر می باشد. همچنین، این شمش دارای بیشترین کسر حجمی فاز  $\gamma'$  به میزان ۵۵٪ و فاز  $\gamma'$  ریزتر ( $0.26 \mu m$ ) می باشد. با توجه به نتایج، به علت میزان بالای Al + Ti در این شمش، ریزساختار مناسبی حاصل شده است. در نتیجه ی تغییرات ریزساختاری، طول عمر گسیختگی این نمونه نیز در دمای  $982^\circ C$  و تنش ۱۵۲ MPa به ۴۷ hr می رسد. در مقابل با افزودن  $TiO_2$  به میزان ۶wt% به سرباره علاوه بر جبران اتلاف Ti، میزان Ti در شمش نیز به ۰/۸۴wt% افزایش یافته اما کسر حجمی فاز  $\gamma'$  کاهش یافته و خواص کششی و طول عمر نمونه نیز کاهش می یابد.

## واژه های کلیدی:

قراضه سوپرآلیاژ IN713LC، فرآیند ذوب مجدد به وسیله سرباره الکتریکی، افزودن  $TiO_2$ ، ترکیب شیمیایی، استحکام گسیختگی.

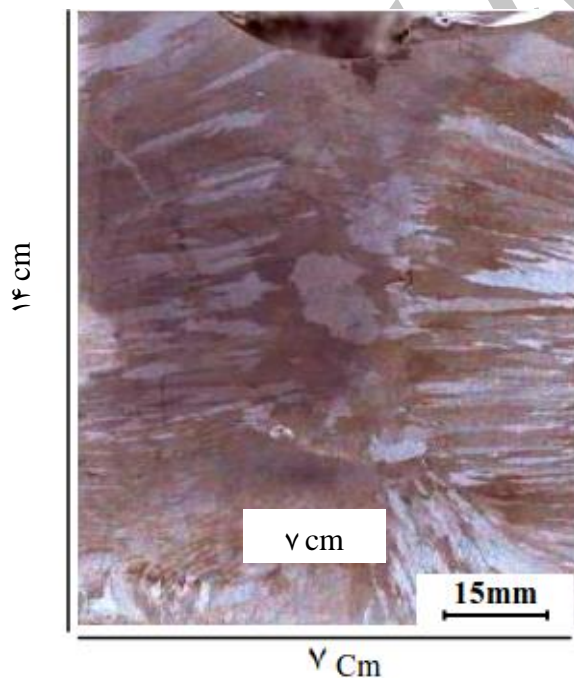
## ۱- مقدمه

به طور گسترده در پره های هوایی توربین های گازی استفاده می - گردد [۳]. با بازیابی قراضه های صنعتی سوپرآلیاژ IN713LC ضمن تأمین مواد خام، انرژی بسیار کمتری در مقایسه با تولید سوپرآلیاژ از سنگ معدنی مصرف شده که علاوه بر حفظ محیط زیست به لحاظ اقتصادی نیز مقرون به صرفه است [۴-۵].

سوپرآلیاژ IN713LC در دمای محیط دارای استحکام تسلیم ۶۸۹ MPa، استحکام کششی ۷۵۸ MPa و داکتیلیته ۵٪ است [۱]. محدوده عناصر Ti و Al در این سوپرآلیاژ به ترتیب ۰/۹ - ۰/۵ و ۶/۵ - ۵/۵ درصد وزنی بوده که با افزایش میزان Al + Ti کسر حجمی فاز استحکام بخش  $\gamma'$  افزایش می یابد [۲]. این آلیاژ

ها صورت پذیرفت. جهت تهیه الکتروود مصرف شدنی فرآیند ESR، قراضه‌های دیسکی شکل برش داده شدند و سپس به روش TiG (بدون استفاده از پرکننده) به شکل الکتروود مناسب جهت فرآیند ESR جوشکاری شدند. سرباره مورد استفاده در این پژوهش بر پایه  $70CaF_2-30Al_2O_3$  بوده که مقادیر ۳ و ۶ درصد وزنی به آن  $TiO_2$  اضافه شد.

عملیات ESR در کوره با ظرفیت ۱۰ کیلوگرم (ساخت دانشگاه صنعتی مالک اشتر و مستقر در این دانشگاه) انجام شد. حداکثر جریان این کوره ۳۵۰۰ آمپر و محدوده ولتاژ این کوره ۲۰ تا ۴۵ ولت است. قالب مورد استفاده دارای قطر داخلی ۷ سانتی‌متر و به شکل استوانه از جنس مس بوده که در طی عملیات بازیابی توسط گردش آب خنک می‌شود. جهت حذف رطوبت، سرباره به مدت ۴ ساعت در دمای  $600^\circ C$  پیش‌گرم شد. شمش‌های حاصل از فرآیند ESR دارای قطر ۷ سانتی‌متر و ارتفاع ۱۴ سانتی‌متر و وزن تقریبی ۵ کیلوگرم می‌باشند (شکل ۱). کدگذاری شمش بازیابی شده در جدول ۱ توضیح داده شده است.



شکل (۱): درشت ساختار شمش E2.3 حاصل از فرآیند ESR

به منظور بازیابی سوپرآلیاژ از سه روش متداول ذوب تحت خلاء (VIM)، ذوب مجدد قوسی تحت خلاء (VAR) و ذوب مجدد به وسیله سرباره الکتریکی (ESR) استفاده می‌شود [۵]. طبق نتایج دیگران [۶-۸]، میزان آخال‌های اکسیدی در VAR نسبت به VIM کاهش یافته و حدود ۲ ppm است؛ در صورتی که در ESR این میزان به حدود  $0.03 - 0.06$  ppm کاهش می‌یابد. علاوه بر این شمش حاصل از ESR، ساختار دندریتی ظریف‌تری داشته درحالی‌که فرآیند VAR ساختار دندریتی درشت‌تری به خصوص در سطح شمش دارد [۹-۱۱].

لذا برای بازیابی قراضه IN713LC، فرآیند ESR مناسب به نظر می‌رسد. افزودن  $TiO_2$  به سرباره، در واکنش‌هایی مانند  $Ti + O_2 = TiO_2$  مؤثر است. به بیان دیگر؛ افزودن  $TiO_2$  منجر به تأخیر در اکسیداسیون Ti و هدایت واکنش بالا به سمت چپ می‌شود [۱۲]. افزودن  $TiO_2$  می‌تواند منجر به تمیزی بیشتر شمش و بهبود خواص مکانیکی آن نسبت به فرآیند VAR یا ESR بدون افزودن  $TiO_2$  شود [۶]. گزارش‌های کمی در ارتباط با بازیابی قراضه‌های سوپرآلیاژها وجود دارد و در محدود گزارش‌های موجود نیز اطلاعات دقیقی در ارتباط با مسائل تکنولوژیکی و علل تغییر خواص ارائه نشده است. در این پژوهش، بازیابی قراضه صنعتی سوپرآلیاژ IN713LC از طریق فرآیند ESR تحت گاز آرگون با ترکیب سرباره با پایه  $70CaF_2-30Al_2O_3$  با مقادیر  $TiO_2$  (۳، ۰ و ۶ wt%) انجام شد. هدف از این امر، برگشت مجدد قراضه سوپرآلیاژ IN713LC به چرخه تولید و رسیدن به ترکیب شیمیایی و خواص مشخص شده در استاندارد AMS5377E [۱۳] است.

## ۲- مواد و روش انجام تحقیق

قراضه‌ی مورد استفاده در این پژوهش، دیسک توربین حاصل از فرآیند ریخته‌گری دقیق بوده که به دلیل عیوب ریختگی مردود شده است. در ابتدا، آنالیز عنصری قراضه توسط دستگاه کوانتومتر (مدل Vario lab شرکت Benek) انجام شد. سپس عملیات ESR تحت گاز محافظ آرگون به منظور بازیابی قراضه-

### ۳- نتایج و بحث

۳-۱- ترکیب شیمیایی شمش‌های حاصل از بازیابی ESR عناصر تیتانیوم و آلومینیوم دو عنصر اصلی در این سوپرآلیاژ است که تغییرات آنها تأثیر قابل توجهی بر ریزساختار و خواص مکانیکی می‌گذارد. میزان این دو عنصر در قراضه و شمش متناظر آن، در جدول ۲ بیان شده است. تغییرات میزان اتلاف این دو عنصر، با تغییر میزان  $TiO_2$  سرباره در شکل ۳ رسم شده است.

جدول (۲): میانگین عناصر Ti و Al قراضه‌ها و شمش‌های حاصل از بازیابی از طریق ESR

| عناصر wt% |      | کد ذوب   |
|-----------|------|----------|
| Ti        | Al   |          |
| ۰/۵۸      | ۵/۵۴ | قراضه ۱  |
| ۰/۴۹      | ۵/۰۵ | شمش E1.0 |
| ۰/۶۱      | ۵/۵۰ | قراضه ۲  |
| ۰/۵۸      | ۴/۸۶ | شمش E2.3 |
| ۰/۶۵      | ۶/۸۱ | قراضه ۳  |
| ۰/۸۴      | ۵/۶۴ | شمش E3.6 |

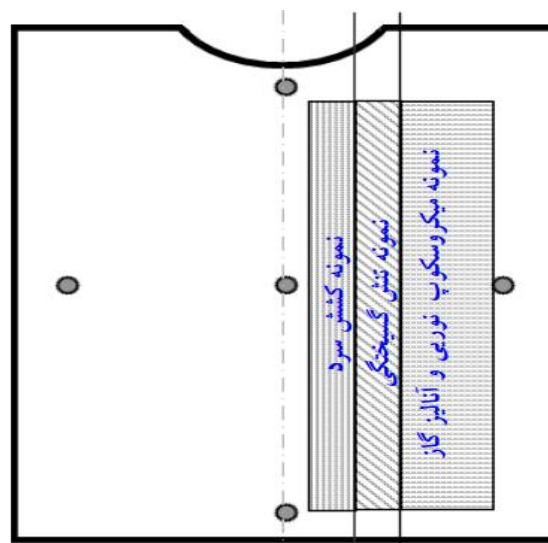
از آنجاییکه عناصر Ti و Al، نقش اساسی در تشکیل رسوب استحکام‌بخش  $\gamma$  دارند، تا حد امکان باید از اتلاف آنها جلوگیری نمود. دلیل عمده تلف شدن عناصر Ti و Al، واکنش پذیری شدید این دو عنصر با سرباره است که منجر به کاهش میزان این دو عنصر در مذاب و در نتیجه در شمش نهایی می‌شود.

بنابراین، ضروری است با در نظر گرفتن اتلاف عناصر Ti و Al حین فرآیند ESR، مقادیر این عناصر در الکترود بالا باشد تا پس از عملیات بازیابی، در محدوده مجاز ترکیب شیمیایی قرار گیرند. به منظور کنترل عناصر Ti و Al، باید میزان  $TiO_2$  با مقدار عناصر Ti و Al موجود در قراضه متناسب باشد. زیرا با تغییر  $TiO_2$ ، اتلاف عناصر Ti و Al نیز بعد از بازیابی تغییر می‌کند. مطابق شکل ۳، با افزودن  $TiO_2$  به سرباره، اتلاف Ti کم و اتلاف Al افزایش می‌یابد.

جدول (۱): ترکیب سرباره مورد استفاده در هر مرحله ذوب

| شماره شمش | ترکیب سرباره (wt%)  | کد شمش |
|-----------|---|--------|
| ۱         | 70% CaF <sub>2</sub> -30% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                      | E1.0   |
| ۲         | 70% CaF <sub>2</sub> -27% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -3% TiO <sub>2</sub> | E2.3   |
| ۳         | 70% CaF <sub>2</sub> -24% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -6% TiO <sub>2</sub> | E3.6   |

آنالیز شیمیایی شمش‌ها، از پایین تا بالای شمش مورد بررسی قرار گرفت و میانگین حداقل ۵ نقطه به عنوان درصد وزنی عناصر گزارش گردید. جهت بررسی میزان گاز اکسیژن و نیتروژن در شمش، از روش گاز خنثی حامل و یک آنالیزکننده TCH600 متعلق به شرکت LECO استفاده شد. برای بررسی ریزساختار، ابتدا مطابق شکل ۲، برش نمونه‌ها انجام و پس از پولیش توسط محلول ماربل، اچ گردید. جهت بررسی ریزساختار، از میکروسکوپ نوری مدل Olympus DP25 و الکترونی روبشی مدل Philips XL30 استفاده شد. آزمون کشش سرد نیز مطابق شکل ۲ بعد از ساخت نمونه تخت مطابق استاندارد ASTM E8 با دستگاه Zwick Z050 انجام پذیرفت. آزمون تنش گسیختگی نمونه‌های تخت نیز، تحت تنش MPa ۱۵۲ و دمای  $2 \pm 98.2$  مورد بررسی قرار گرفت.



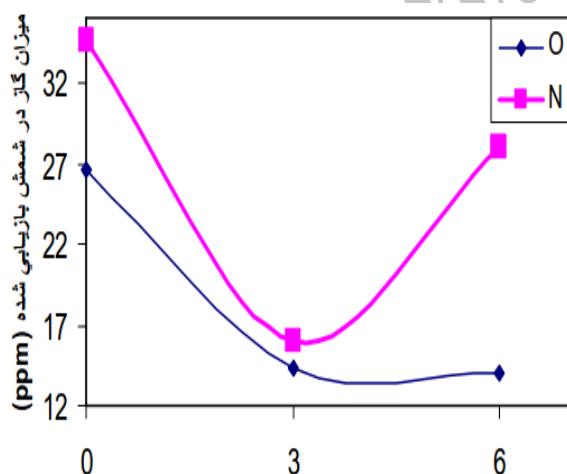
شکل (۲): شماتیک مکان‌های برش شمش‌ها بعد از بازیابی جهت بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی

ثابت ماندن ثابت تعادل واکنش،  $a_{Ti}$  بایستی افزایش یابد که این افزایش از طریق احیای  $TiO_2$  موجود در سرباره اتفاق می افتد و در نتیجه میزان  $Ti$  محلول در مذاب افزایش و تلفات تیتانیوم کاهش می یابد.

### ۳-۲- میزان گاز شمش های حاصل از بازیابی ESR

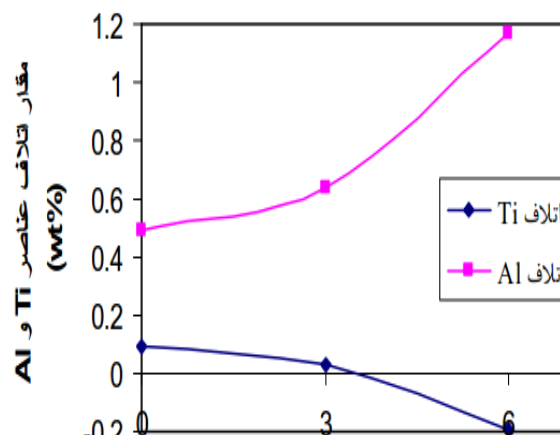
در شکل ۴، میزان گاز اکسیژن و نیتروژن در سوپرآلیاژ IN713LC، بر حسب میزان  $TiO_2$  اضافه شده به سرباره نشان داده شده است. مطابق شکل ۴، با افزایش  $TiO_2$  از میزان گاز اکسیژن در شمش ها کاسته می شود. اما این موضوع در مورد گاز نیتروژن صادق نیست. خصوصاً در مورد شمش حاصل از wt%  $6TiO_2$  که مقدار گاز نیتروژن در آن افزایش یافته است.

بررسی مقدار اکسیژن شمش طبق شکل ۴، نشان می دهد که بین مقدار اکسیژن شمش با اکسید تیتانیوم در سرباره یک رابطه مستقیم برقرار است. علت این موضوع وجود رابطه مستقیم بین اکتیویته اکسیژن سرباره و میزان  $TiO_2$  در سرباره می باشد. با افزایش  $TiO_2$  و با توجه به رابطه (۲)، اکتیویته اکسیژن در سرباره افزایش و میزان آن در شمش متناظر کاهش می یابد.



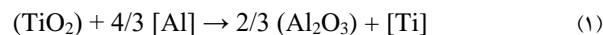
شکل (۴): نمودار افزودن  $TiO_2$  به سرباره (wt%)

شکل (۴): نمودار افزودن  $TiO_2$  بر میزان گازهای محلول در سوپرآلیاژ IN713LC

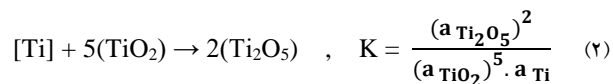


شکل (۳): میزان اتلاف عناصر Ti و Al شمش های بازیابی شده در سوپرآلیاژ IN713LC

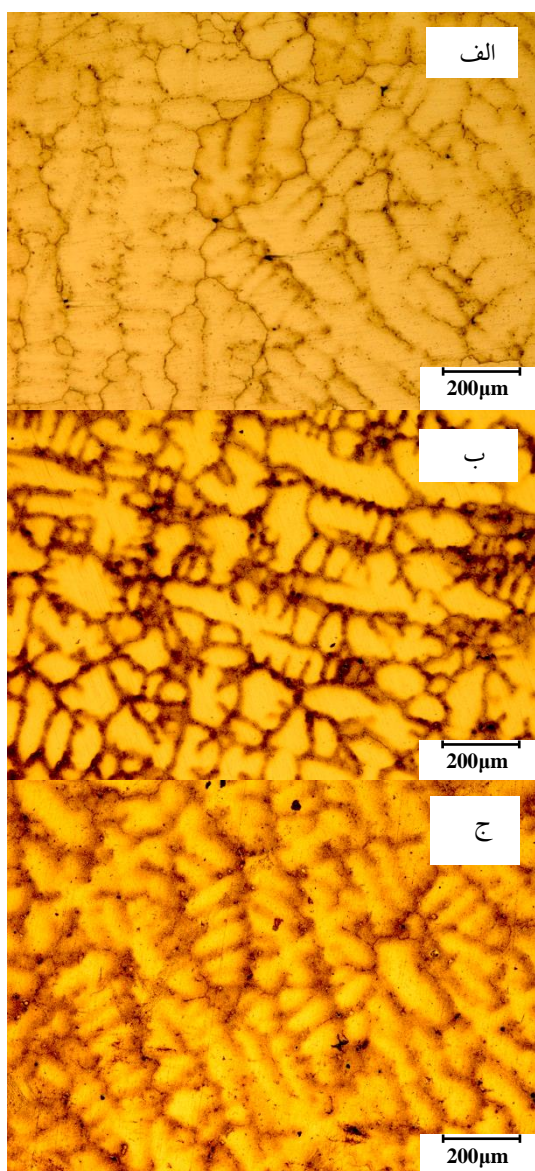
یکی از علل اتلاف عناصر Ti و Al به میل ترکیبی زیاد این عناصر با اکسیژن برمی گردد، لذا می توان احتمال اتلاف این دو عنصر به واسطه اکسید شدن را قوی دانست. رفتار عناصر Ti و Al را می توان به واکنش های احیای  $TiO_2$  توسط Al با رابطه (۱) نسبت داد [۱۴-۱۵].



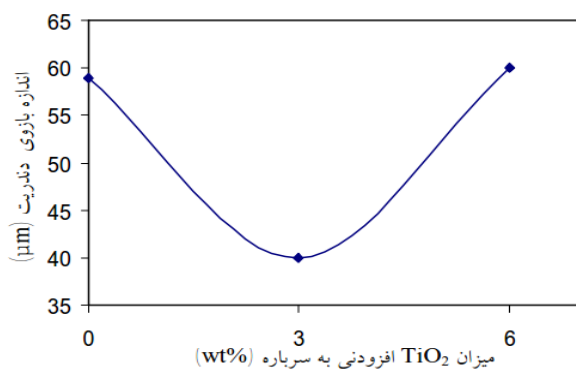
مطابق با رابطه (۱)، با افزودن  $TiO_2$  به سرباره، واکنش در جهت تولید  $Ti$  محلول در مذاب و مصرف Al پیشرفت می کند. بنابراین، مقدار  $Ti$  بعد از بازیابی در شمش افزایش و از میزان Al کاسته می شود. همچنین در اثر واکنش  $Ti$  محلول در مذاب و  $TiO_2$  موجود در سرباره، واکنش دیگری مطابق رابطه (۲) رخ می دهد [۱۶].



با توجه به ثابت تعادل رابطه (۲) و اینکه ثابت تعادل تنها با تغییر دما، تغییر می کند، با افزایش  $TiO_2$ ، واکنش به سمت راست پیشرفت کرده و نسبت  $\frac{(a_{Ti_2O_5})^2}{(a_{TiO_2})^5}$  افزایش می یابد. لذا به منظور



شکل (۵): ریزساختار میکروسکوپ نوری شمش‌های بازیابی شده: (الف) شمش E1.0، (ب) شمش E2.3 و (ج) شمش E3.6



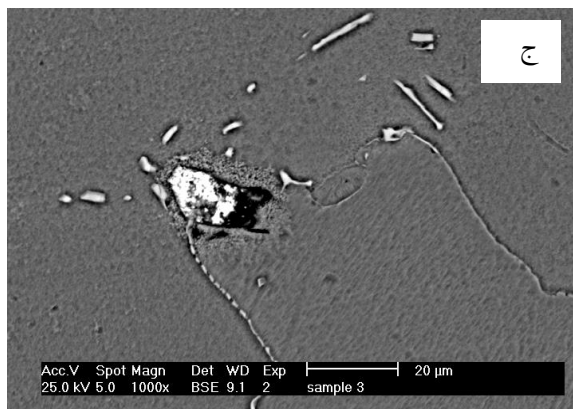
شکل (۶): تغییر اندازه بازوی دندریت با افزودن  $TiO_2$  به سرباره

طبق نتایج دوايت [۱۵]، با کاهش انرژی آزاد ترکیب سرباره، مقدار فشار جزئی اکسیژن در بالای سرباره کاهش یافته و متعاقب آن میزان اکسیژن در شمش نیز کاهش می‌یابد. بنابراین با افزایش  $TiO_2$ ، انرژی آزاد سرباره و در نتیجه اکتیویته سرباره کاهش می‌یابد. در مورد گاز نیتروژن، میزان حلالیت نیتروژن در شمش بستگی به دما، فشار جزئی گاز نیتروژن و ترکیب شیمیایی شمش دارد. طبق نتایج چپمن و همکاران [۱۷]، با افزایش سه پارامتر فوق میزان حلالیت گاز نیتروژن در شمش افزایش می‌یابد. لذا تغییر این سه پارامتر، خصوصاً افزایش میزان Ti در شمش حاوی ۶wt%  $TiO_2$  باعث افزایش نیتروژن در شمش E3.6 می‌شود. در دمای ثابت، حلالیت گاز نیتروژن طبق قانون سیورت ( $c = k\sqrt{P}$ )، در این رابطه c: غلظت، k: ثابت تعادل، P: فشار جزئی می‌باشد) به فشار جزئی نیتروژن بستگی دارد که با افزایش  $TiO_2$ ، به دلیل انجام واکنش‌های اکسیداسیون-احیاء، فشار جزئی نیتروژن در اتمسفر بالای سرباره کاهش و حلالیت نیتروژن نیز کاهش می‌یابد ولی در شمش E3.6 به دلیل میزان بالای تیتانیوم در شمش نسبت به دو شمش دیگر و تشکیل رسوبات TiN، میزان نیتروژن محلول افزایش یافته است. با توجه به نتایج به دست آمده در این بخش، میزان  $TiO_2$  سرباره باید در حد بهینه انتخاب شود. افزایش بیش از حد  $TiO_2$  به سرباره، اتلاف Ti را کاهش داده ولی با کاهش Al و افزایش نیتروژن در آلیاژ، احتمال تشکیل فازهای مضر را افزایش خواهد داد که در بخش بعد مورد بحث قرار می‌گیرد.

### ۳-۳- ریزساختار شمش‌های حاصل از بازیابی ESR

ریزساختار شمش‌ها بعد از بازیابی توسط ESR، در شکل ۵ نشان داده شده است. با توجه به این شکل، انجماد شمش به صورت دندریتی بوده و جدایش در فواصل بین دندریتی مشاهده می‌شود. اندازه بازوی دندریتی در شمش‌ها طبق شکل ۶ محاسبه شده است.

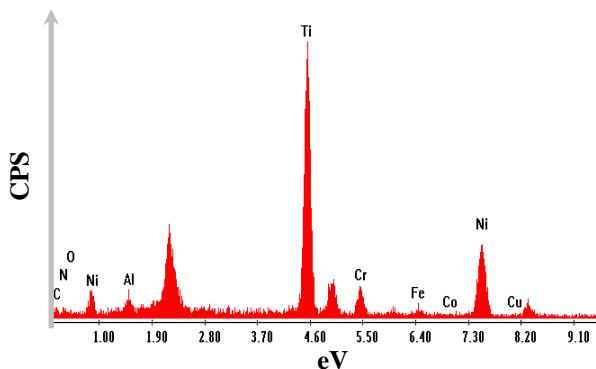




شکل (۷): ریزساختار میکروسکوپ الکترونی شمش‌های بازیابی شده: (الف): شمش E1.0، (ب): شمش E2.3 و (ج): شمش E3.6

شکل ۸ آنالیز EDS مربوط به رسوبات که از نوع کاربید MC هستند، را نشان می‌دهد. M در این کاربید Ti و Nb می‌باشد. کاربید در این آلیاژ با مورفولوژی بلوکی و حروف چینی مشاهده می‌شود. در شمش E1.0، عمده کاربیدها از نوع حروف چینی است و اندازه‌ی کوچکتری دارد. ولی در دو شمش دیگر کاربید بلوکی نیز مشاهده می‌شود. حضور فاز یوتکتیک در کنار رسوبات در شکل ۹ نشان داده شده است.

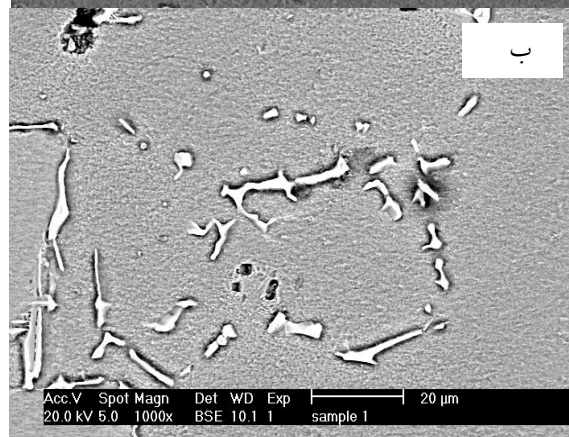
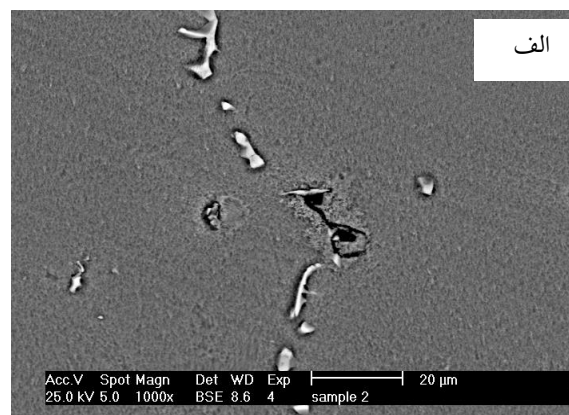
| عنصر | wt%   | at%   |
|------|-------|-------|
| C    | ۶/۷۴  | ۲۴/۱۲ |
| N    | ۴/۵۳  | ۱۰/۷۲ |
| Ti   | ۲۷/۲۶ | ۱۸/۸۸ |
| Cr   | ۳/۵۶  | ۲/۲۷  |
| Nb   | ۲۴/۲۶ | ۸/۶۶  |
| Ni   | ۱۶/۸۷ | ۹/۵۳  |

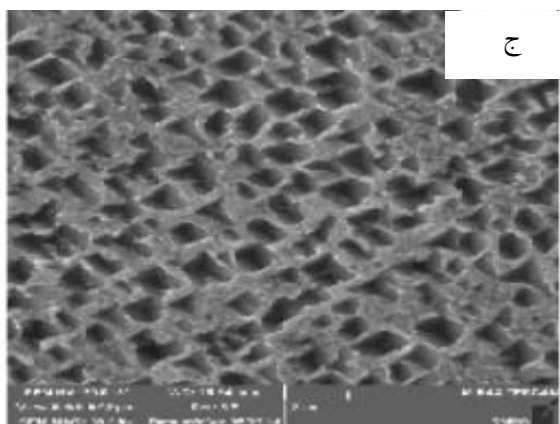


شکل (۸): نتیجه آنالیز EDS مربوط به کاربید MC

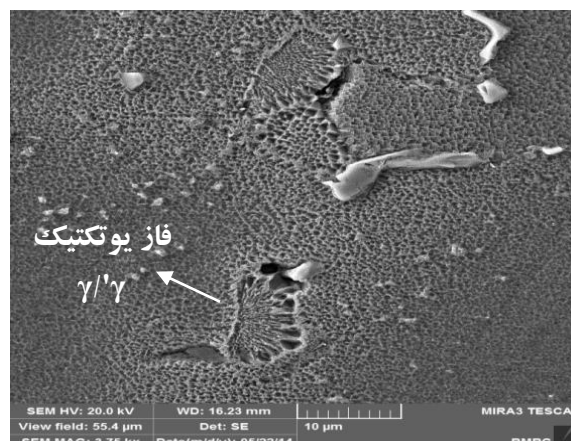
طبق شکل ۶ کوچکترین اندازه بازوی دندریت به شمش E2.3 و بزرگترین آن به شمش E3.6 تعلق دارد. علت تغییر اندازه بازوی دندریت‌ها به تفاوت رفتار انجمادی شمش‌ها برمی‌گردد. با افزایش سرعت سرد شدن، بازوهای دندریتی شمش‌ها ریزتر می‌شود. موارد ذکر شده با نتایج دیگر محققان [۱۸-۱۹] تطابق دارد. با افزایش فاصله بین بازوهای دندریتی، جدایش بین دندریت‌ها هم افزایش یافته است. پس سرعت سرد شدن در شمش E2.3 بیشترین و در شمش E3.6 کمترین مقدار است. بنابراین شمش E2.3 با دارا بودن کمترین فاصله بازوی دندریتی (۴۰ μm) جدایش کمتری دارد. از طرفی جدایش پایین در شمش حاکی از نرخ ذوب مناسب در طی فرآیند ESR نیز می‌باشد. هرچه جدایش کمتر باشد نرخ ذوب مناسب‌تر و در نتیجه کیفیت شمش بهتر خواهد بود.

شکل ۷ بیانگر وجود رسوبات است که در طول یا بین بازوی بین دندریتی و مرزخانه‌ها توزیع شده است.

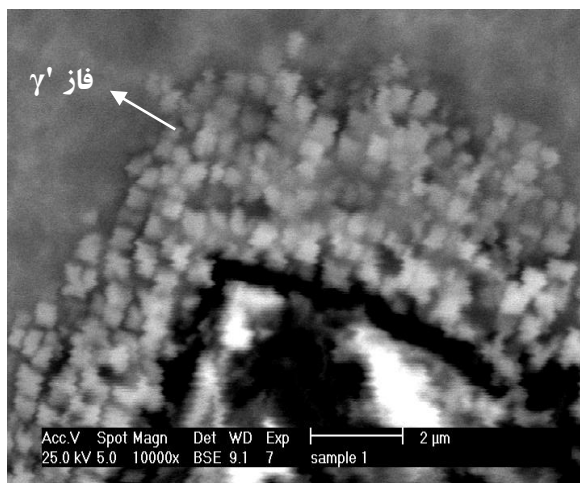




شکل (۱۰): تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از فاز  $\gamma'$  مربوط به شمش - های بعد از بازیابی: (الف): شمش E1.0، (ب): شمش E2.3 و (ج): شمش E3.6

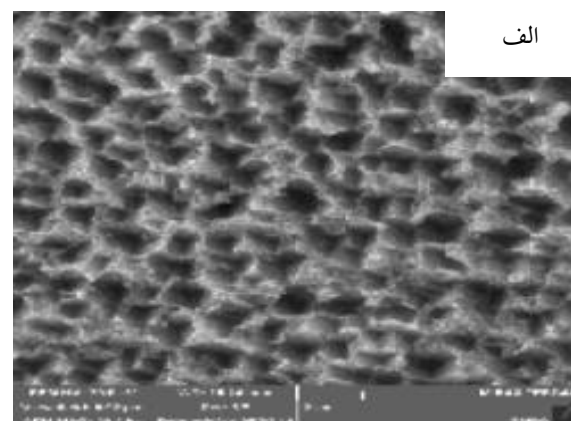


شکل (۹): تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از فاز یوتکتیک  $\gamma/\gamma'$  با بزرگنمایی بالاتر مربوط به شمش E1.0

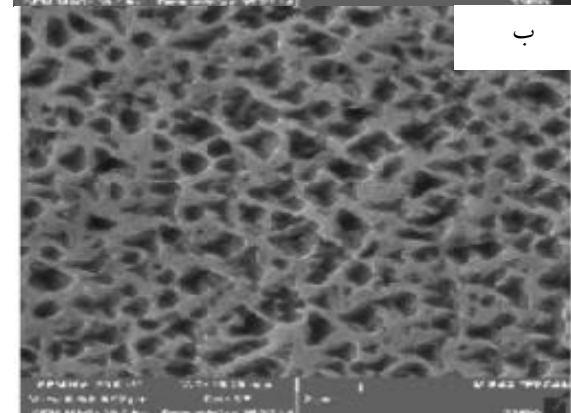


شکل (۱۱): تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از فاز  $\gamma'$  با بزرگنمایی بالاتر مربوط به شمش E1.0

شکل ۱۰ توزیع فاز  $\gamma'$  را در شمش‌ها نشان می‌دهد. در شکل ۱۱ تصویری از رسوبات  $\gamma'$  در اطراف یک ذره‌ی کاربیدی نشان داده شده است. در این شکل نمای مکعبی فاز  $\gamma'$  کاملاً مشهود است.

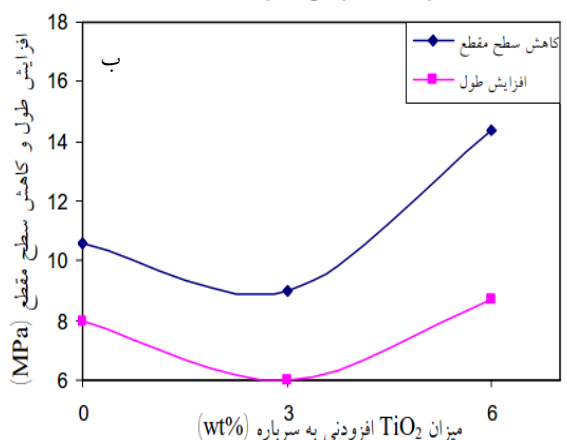
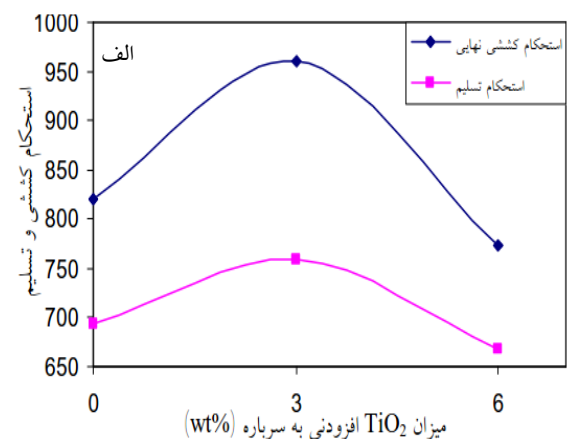


الف



ب

در شکل ۱۲ کسر حجمی و اندازه فاصله رسوبات  $\gamma'$  شمش‌ها بعد از بازیابی مشاهده می‌شود. طبق شکل ۱۲ با افزایش wt%  $TiO_2$ ، کسر حجمی فاز  $\gamma'$  افزایش ولی اندازه آن ریزتر می‌گردد. البته با افزودن  $TiO_2$  به میزان ۶wt%، کسر حجمی فاز  $\gamma'$  کاهش، اما اندازه فاز  $\gamma'$  افزایش می‌یابد. علت تغییر کسر حجمی فاز  $\gamma'$  علاوه بر عملیات حرارتی [۲۰] طبق نتایج شیباتا و همکاران [۲۱] به تغییر میزان Al + Ti برمی‌گردد. با افزایش مجموع عناصر Ti و Al کسر حجمی تغییر می‌کند. مطابق با جدول ۲ از آنجایی



شکل (۱۳): خواص کششی سوپرآلیاژ IN713LC بعد از ESR در دمای محیط: (الف): استحکام و (ب): افزایش طول

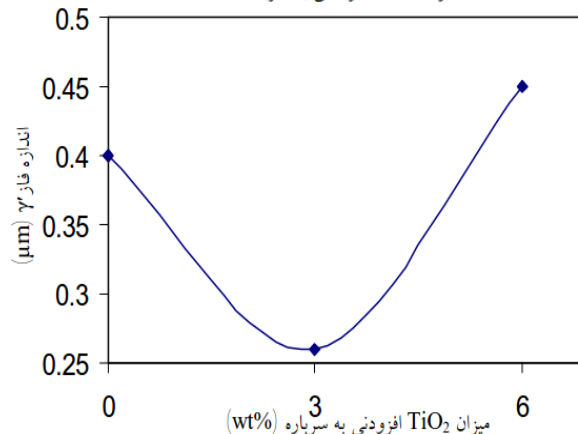
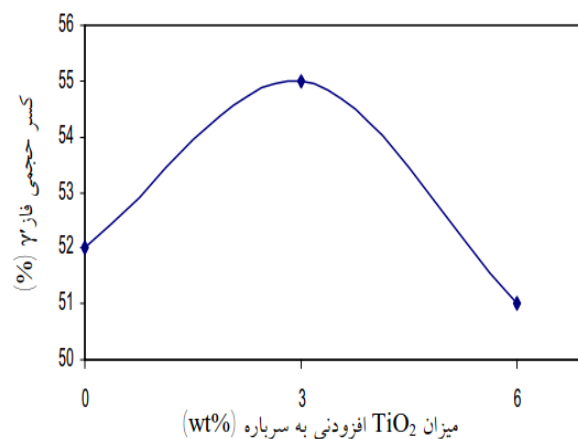
خواص کششی شمش‌ها به لحاظ مقایسه اندازه دانه در شمش‌ها قابل بررسی است. با مقایسه شکل ۱۳ و ۱۴ می‌توان اینگونه نتیجه گرفت که با کاهش اندازه دانه استحکام در شمش‌های بازیابی شده سوپرآلیاژ IN713LC بیشتر شده است. دلیل این امر را با رابطه هال-پیچ (رابطه ۳) می‌توان تشریح نمود:

$$\sigma_0 = \sigma_i + k\sqrt{D} \quad (3)$$

که در آن  $\sigma_i$  تنش تسلیم،  $\sigma_0$  تنش اصطکاکی،  $k$  پارامتر قفل شدن و  $D$  قطر متوسط دانه‌ها است.

با توجه به اینکه اندازه دانه شمش E2.3 کمترین مقدار می‌باشد، لذا بنا به رابطه هال-پیچ، استحکام تسلیم و کششی این شمش نیز بیشترین مقدار است. شمش E3.6 نیز بزرگترین اندازه دانه را

که مقدار Al + Ti در شمش E2.3 حداکثر می‌باشد، لذا مقدار کسر حجمی فاز  $\gamma'$  نیز به تبع آن بیشترین مقدار خواهد بود.



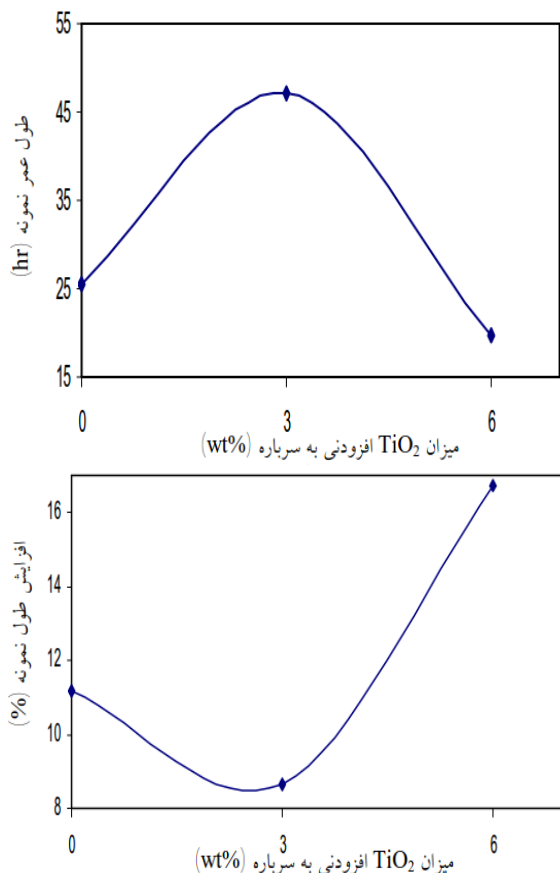
شکل (۱۲): کسر حجمی و اندازه رسوبات  $\gamma'$  در شمش‌ها بعد از بازیابی

### ۳-۴- خواص کششی در دمای محیط و طول عمر گسیختگی شمش‌های حاصل از بازیابی

خواص کششی شمش‌های بازیابی شده، در شکل ۱۳ نشان داده شده است. طبق شکل ۱۳ الف، استحکام تسلیم و کششی نهایی شمش E2.3 که با ترکیب سرباره ۳wt% TiO<sub>2</sub> ذوب مجدد شده است، دارای بیشترین مقدار می‌باشد. شکل ۱۳ ب نیز میزان افزایش طول و کاهش سطح مقطع سوپرآلیاژ IN713LC را بعد از فرآیند ESR در دمای محیط نشان می‌دهد.

بر اساس شکل ۱۳ کمترین مقدار افزایش طول و کاهش سطح مقطع به شمش E2.3 که با ترکیب سرباره ۳wt% TiO<sub>2</sub> تهیه شده است، اختصاص دارد.





شکل (۱۵): طول عمر شمش‌های E1.0، E2.3، و E3.6 بعد از بازیابی در دمای ۹۸۲ °C و تنش ۱۵۲ MPa

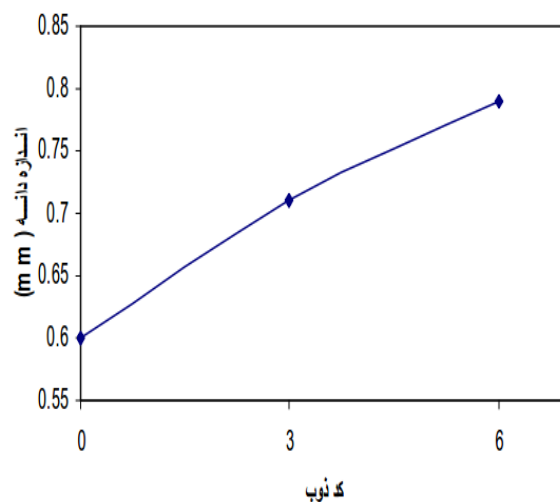
#### ۴- نتیجه گیری

۱- در اثر بازیابی قراضه سوپرآلیاژ IN713LC در مقادیر عناصر اصلی آلیاژ C, Co, Mo, Cr, Nb تغییر محسوسی رخ نداده اما در عناصر فعالی نظیر Ti و Al اتلاف رخ می‌دهد و با افزودن  $TiO_2$  به سرباره اتلاف Ti جبران شده است.

۲- با افزایش  $TiO_2$  تا ۶wt%، میزان گاز اکسیژن در شمش کاسته می‌شود. علت آن وجود رابطه مستقیم بین اکتیویته اکسیژن سرباره و میزان  $TiO_2$  در سرباره می‌باشد.

۳- با افزایش  $TiO_2$  ۳wt% به سرباره ابتدا میزان گاز نیتروژن در شمش کاسته و سپس در ۶wt%  $TiO_2$  مقدار گاز نیتروژن در شمش افزوده می‌شود. علت این رفتار به تغییر در سه پارامتر دما، فشار جزئی نیتروژن و ترکیب شیمیایی شمش‌ها برمی‌گردد.

دارد لذا در این شمش استحکام به دلیل درشت بودن دانه‌ها کمترین مقدار است.



شکل (۱۴): اندازه دانه به تفکیک ذوب.

طول عمر گسیختگی شمش‌های بازیابی شده در دمای  $2 \pm ^\circ C$  و تنش ۹۸۲ و ۱۵۲ MPa در شکل ۱۵ نشان داده شده است. مطابق شکل ۱۵ طول عمر شمش در E2.3 بیشترین مقدار و در شمش E3.6 کمترین مقدار است. مکانیزم افزایش و کاهش طول عمر گسیختگی شمش‌های بازیابی شده با افزایش  $TiO_2$  با میزان فاز  $\gamma'$  قابل توجیه است. با توجه به شکل ۱۲، شمش E2.3 بیشترین کسر حجمی فاز  $\gamma'$ ، که مکانیزم اصلی استحکام بخشی دما بالای سوپرآلیاژ IN713LC است، را داراست. لذا بیشترین استحکام گسیختگی را نیز دارد.

از طرفی با افزایش  $TiO_2$ ، مقدار انعطاف پذیری شمش بعد از بازیابی تغییر می‌کند. علت پایین بودن افزایش طول علی‌رغم طول عمر خوب؛ این است که، افزایش کسر حجمی فاز  $\gamma'$  طول عمر را افزایش می‌دهد؛ ولی باعث کاهش انعطاف پذیری می‌شود. بنابراین بین خواص تنش گسیختگی (شکل ۱۵) با کسر حجمی فاز  $\gamma'$  (شکل ۱۲) خصوصاً  $\gamma'$  ریز ارتباط مستقیم وجود دارد.

- [8] Demmons, C. Alan "Superalloy metallurgy a gleeble study of. diss.", California Polytechnic State University, San Luis Obispo, 2016.
- [9] G. K. Bahat, "Manufacture of shaped casting through electro slag remelting process", The Iron and Steel Institute of Japan, proceeding of the forth international symposium on electros slag remelting processes, pp. 196-208, 1973.
- [10] V. V. Prasad & A. Sambasiva Rao, "Electros slag melting for recycling scrap of valuable metals and alloys", Recycling of Metals and Engineered Materials, pp. 503-516, 2000.
- [۱۱] ا. جعفری، س. م. عباسی، م. مرکباتی و م. سیف الهی، "اثر نوع فرآیند ذوب مجدد بر ریزساختار و سختی سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100"، نشریه فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۹، شماره ۲، صفحه ۵۵-۶۶، ۱۳۹۴.
- [12] H. J. Klein & J. W. Pridgeon, "Effective electros slag remelting of superalloys", The Minerals, Metals and Materials Society, pp. 25-31, 1972.
- [13] AMS Committee "F", Nickel alloy, corrosion and resistanat, investment castings, SAE AMS5377E, American naional standard, 1996.
- [14] M. Maeda, T. Yahata, K. Mitugi & T. Ikeda, "Aluminothermic reduction of titanium oxide", Materials Transactions, Vol. 34, pp. 599-603, 1993.
- [15] Kharicha, W. Schutzenhofer, A. Ludwig, G. Reiter, "Influence of the Slag/Pool Interface on the Solidification in an Electro-Slage Remelting Process", Materials Science Forum, Vol. 649, pp. 229-236, 2010.
- [16] W. Dwight, "Investigation into critical parameters which determine the oxygen refining capability of the slag during electros slag remelting of alloy 718", Vol. 180, 1993.
- [17] J. Chipman & D. A. Corrigan, "Advanced materials and processing techniques", Metallurgical Transact, Vol. 233, pp. 1249, 1965.
- [18] L. Lin, T. Huang & M. Qu, "High thermal gradient directional solidification and its application in the
- ۴- با افزایش  $TiO_2$  مقدار مجموع عناصر Ti و Al، ابتدا در  $TiO_2$  ۳wt% افزایش و سپس در  $TiO_2$  ۶wt% کاهش می‌یابد. دلیل این امر به تغییرات اتلاف Ti و Al برمی‌گردد. با افزایش  $TiO_2$  ۶wt% اتلاف Ti کاهش و اتلاف Al افزایش می‌یابد. اما شیب اتلاف Al در مقایسه با Ti بیشتر است.
- ۵- شمش E2.3 که با ترکیب سرباره  $TiO_2$  ۳wt% ذوب مجدد شده است؛ دارای بیشترین استحکام و انعطاف پذیری می‌باشد. در اثر بازیابی از طریق ESR استحکام به ۹۶۰ MPa و افزایش طول به ۸/۶٪ می‌رسد.
- ۶- با افزایش  $TiO_2$  تا ۳wt%، طول عمر شمش به میزان ۴۷ hr رسید، ولی سپس با افزودن  $TiO_2$  به میزان ۶wt% طول عمر شمش تقریباً نصف شده است.

#### ۵- مراجع

- [1] D. V. V. Satyanarayana & N. Eswara Prasad, "Nickel-Based Superalloys", Aerospace Materials and Materials Technologies, Springer Singapore, pp. 199-228, 2017.
- [2] N. D. Souza, "Solidification path in the Ni-base superalloy IN713LC- quantitative correlation of last stage solidification", Scripta Materialia, Vol. 53, pp. 729-733, 2005.
- [3] J. Zyka, I. Andrsova, B. Podhorna & K. Hrbacek, "Mechanical properties and microstructure of IN713LC nickel superalloy casting", Metal, Vol. 5, pp. 15-17, 2013.
- [4] J. F. Papp, "Recycling-metals", Metal, pp. 62-73, 1997.
- [5] M. J. Would, "Recycling of engine serviced superalloys", superalloys, pp. 31-41, 1980.
- [6] D. J. Dyson, "Studies in development of superalloys and clean", Iron and steel making, Vol. 25, pp. 279-286, 1998.
- [7] R. C. Reed, "The Superalloys Fundamentals and Applications", Cambridge University, First edition, 2006.

processing of Nickel-based superalloys”, materials processing technology, Vol. 210, pp. 159-165, 2010.

- [19] B. C. Wilson, E. R. Cutler & G. E. Fuchs, “Effect of solidification parameters on the microstructures and properties of CMSX-10”, Materials Science and Engineering, Vol. 479, pp. 356-364, 2008.

[۲۰] ع. زندگانی و س. ناطق، "تغییرات ریزساختار و رشد رسوبات گاما پرایم در اثر عملیات حرارتی طولانی مدت در سوپرآلیاژ پایه نیکل"، نشریه فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، دوره ۱، شماره ۱، صفحه ۲۵-۳۲، ۱۳۸۶.

- [21] T. Shibata & Y. Shudo, “Effect of Al, Ti and Nb on the time-temperature behavior of alloy 706”, Metals and Materials Society, pp. 153-162, 1996.

Archive of SID

## Effect of TiO<sub>2</sub> content of the slag of electro slag remelting process on chemical composition, microstructure and mechanical properties of recycled IN713LC

Morteza Zamani<sup>1</sup>, Masumeh Seifollahi<sup>1,\*</sup>, Seyed Mahdi Abbasi<sup>3</sup>

1- M.Sc. Student, Department of Materials & Manufacturing Process, Malek Ashtar University, Tehran, Iran

2- Assistant Professor, Department of Materials & Manufacturing Process, Malek Ashtar University, Tehran, Iran

3- Associated Professor, Department of Materials & Manufacturing Process, Malek Ashtar University, Tehran, Iran

\*Corresponding author: m\_sefollahi@alumni.iust.ac.ir

---

### Abstract

Recycling of industrial scrap of IN317LC superalloys via ESR process is investigated in this article. The purpose of this study is reach to the best chemical composition, microstructure and mechanical properties according to AMS5377E standard. Different levels of TiO<sub>2</sub> (0, 3, 6 wt %) were added to 70CaF<sub>2</sub>-30Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ESR slag. The results show that in slag with 3 wt % TiO<sub>2</sub>, Ti loss compensate by Oxidation-Reduction reaction between slag and melt. As a result of the variation of slag activity, oxygen and nitrogen of the recycled ingot reach to 14.3 and 16 ppm, respectively. In addition, this ingot has the maximum level of  $\gamma'$  particle with minimum size because of high level of (Ti+Al) of this recycled alloy, the good microstructure and the stress rupture life of 47 hr obtained. In the recycled ingot by 6 wt % TiO<sub>2</sub>, despite of compensation of Ti loss and increase of Ti level, the mechanical properties reduced as a result of reduction of  $\gamma'$  volume fraction.

### Key words:

IN713LC Superalloy Scrap, Electro Slag Remelting Process, TiO<sub>2</sub> Addition, Chemical Composition, Rupture Strength.

---

Journal homepage: [ma.iaumajlesi.ac.ir](http://ma.iaumajlesi.ac.ir)

### Please cite this article using:

Morteza Zamani, Masumeh Seifollahi, Seyed Mahdi Abbasi, Effect of TiO<sub>2</sub> content of the slag of electro slag remelting process on chemical composition, microstructure and mechanical properties of recycled IN713LC, in Persian, *New Process in Material Engineering*, 2018, 12(2), 89-100.