

تأثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100*

احمد رحیمی^(۱) شمس‌الدین میردامادی^(۲) سید حسین رضوی^(۳) سید مهدی عباسی^(۴)

چکیده

هدف از تحقیق حاضر بررسی اثر عملیات حرارتی شامل عملیات انحلالی و پیرسازی بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100 شامل اندازه، کسر حجمی و مورفولوژی فاز γ' اولیه و انواع کاربیدها می‌باشد. بدین منظور عملیات حرارتی با سیکل‌های انحلالی متفاوت و پیرسازی ثابت روی نمونه‌های شمش ریختگی این سوپرآلیاژ انجام گرفت و ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی و نوری بررسی شد. نتایج نشان داد نمونه‌ای که سیکل عملیات انحلالی کامل در ۲ ساعت و ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد را قبل از انحلال جزئی در ۴ ساعت و ۱۰۸۰ درجه سانتیگراد و پیرسازی در ۱۰ ساعت و ۹۰۰ درجه سانتیگراد طی کرده است، ریزساختار مناسبی از نظر مورفولوژی، کسر حجمی و اندازه γ' را دارا می‌باشد. در این نمونه مورفولوژی فاز رسوبی γ' اولیه به حالت مناسب مکعبی رسیده و همچنین درصد حجمی این فاز حدود ۴۵ درصد است که در مقایسه با دیگر نمونه‌ها افزایش قابل توجهی دارد. کاربیدهای مرزانه‌ای در طی این سیکل به صورت منقطع تشکیل و کاربیدهای MC مورفولوژی مناسب کروی را بدست می‌آورند. همچنین، نتایج نشان داد در بین دماهای مختلفی که در این تحقیق برای انحلال فاز رسوبی در زمان ثابت ۲ ساعت مورد بررسی قرار گرفت، دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد ریزساختار مناسب از نظر اندازه و مورفولوژی فاز γ' اولیه را به همراه دارد.

واژگان کلیدی سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی IN100، عملیات حرارتی انحلالی، γ' اولیه، کاربیدها، دمای انحلال.

The Effect of Heat Treatment on the Microstructure of Cast Ni-based IN100 Superalloy

A. Rahimi Sh. Mirdamadi S.H. Razavi S.M. Abbasi

Abstract

The purpose of this study was to investigate the effect of heat treatment including solution treatment and aging on the microstructure of cast nickel-based IN100 superalloy including size, volume fraction and morphology of primary γ' and different kinds of carbides. For this purpose, different solution heat treatment cycles and a constant aging cycle were implemented on cast ingot samples and the microstructure of the samples were analyzed by scanning electron microscopy and optical microscopy. It was found that, the alloy in the full + partial+ aging treated condition had the optimal combination of γ' morphology, volume fraction and size. In this condition, the alloy possesses a cubic primary γ' with 45% volume fraction which is a significant increase as compared to other cycles. Discrete $M_{23}C_6$ carbides were formed at the grain boundaries and the morphology of the cubic MC carbide was changed to the spherical shape.

Keywords Ni-based IN100 superalloy; Solutioning Treatment; Primary γ' ; Carbides; Solution Temperature

* نسخه نخست مقاله در تاریخ ۹۲/۱۱/۳ و نسخه پایانی آن در تاریخ ۹۵/۵/۵ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده مسئول: کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران. ahmadrahimi1367@gmail.com

(۲) استاد دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(۳) دانشیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

(۴) دانشیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر.

مقدمه

مرزدانه‌ها خواهد شد [1]. ریزساختار این آلیاژ وابستگی شدیدی به تاریخچه ریخته‌گری و عملیات حرارتی دارد و می‌توان با انتخاب یک تاریخچه ریخته‌گری و سیکل عملیات حرارتی مناسب به بهترین ریزساختار و به طبع آن به خواص مکانیکی مطلوب دست یافت. مطالعات نشان می‌دهد [7] افزایش کسر حجمی ذرات γ' از طریق فرآیند عملیات حرارتی امکان‌پذیر است و این فرآیند در صورتی ثمربخش خواهد بود که در طول مراحل مختلف آن که شامل مرحله انحلال و پیرسازی است، تغییرات مورد نظر در ساختار نمونه خام ایجاد شده باشد. همچنین انجام عملیات حرارتی مناسب می‌تواند منجر به بهبود مورفولوژی کاربیدهای ریختگی MC شده و همچنین شرایط رسوب را برای کاربیدهای مرز دانه‌های M_6C و $M_{23}C_6$ در ریزساختار فراهم آورد. از جمله مهمترین سیکل‌های عملیات حرارتی که توجه زیادی را به خود جلب نموده است، عملیات انحلال کامل قبل از عملیات انحلال جزئی و پیرسازی است. بنابراین، بررسی تغییرات ریزساختاری در عملیات حرارتی‌های که شامل انحلال کامل، انحلال جزئی و پیرسازی می‌باشد، می‌تواند به کنترل ریزساختار و در نتیجه حصول خواص مکانیکی مناسب قطعه مورد نظر کمک کند. تاکنون تلاش‌های زیادی [8-10] به منظور اصلاح ریزساختار سوپرآلیاژها که منجر به بهبود عملکرد آنها می‌شود، صورت گرفته است ولی با وجود سابقه تولید و کاربرد گسترده سوپرآلیاژ IN100، بدلیل اینکه این سوپرآلیاژ بیشتر در حالت ریختگی استفاده می‌شود، تحقیقات محدودی درباره تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار آن گزارش شده است. از این رو هدف مطالعه حاضر انجام سیکل‌های عملیات حرارتی مشخص بر شمش ریختگی این سوپرآلیاژ و بررسی تغییرات ریزساختاری شامل تغییر مورفولوژی، اندازه و کسر حجمی فازهای مختلف در طی این سیکل‌ها می‌باشد.

آلیاژ IN100 یکی از سوپرآلیاژهای پایه نیکل است که به دلیل استحکام دما بالا و استحکام گسیختگی مطلوب در نازل‌ها، تیغه‌ها، پره‌های توربین‌های جت هوایی و ساخت قالب‌های آهنگری در دمای بالا استفاده می‌شود. این سوپرآلیاژ به صورت ریخته‌گری تولید شده و دارای قابلیت پیرسازی می‌باشد [3-1].

ریزساختار این سوپرآلیاژ متشکل از چندین فاز از جمله: زمینه آستنیتی γ ، رسوب‌های همدوس (کوهرنت) و منظم $\gamma'(Ni_3(Ti,Al))$ اولیه (با اندازه رسوبات در حدود ۴۵۰ نانومتر)، ثانویه (با اندازه رسوبات ۱۵-۳۰ نانومتر) و ثالثیه (با اندازه رسوب کمتر از ۱۵ نانومتر) و کاربیدهای مختلف می‌باشد [4]. کسر حجمی فاز رسوبی γ' در این سوپرآلیاژ نسبت به سوپرآلیاژهای ریختگی دیگر با استحکام متوسط، بالاتر است. با افزایش کسر حجمی فاز γ' دمای انحلال آن افزایش یافته و این موضوع باعث خواهد شد که آلیاژ استحکام خود را در دماهای بالاتری حفظ نماید [5]. کاربیدها شامل کاربیدهای اولیه MC که شامل عناصر Ti و Mo است، کاربیدهای M_6C که غنی از Ni، Co، Mo و Cr و کاربیدهای $M_{23}C_6$ که غنی از عنصر Cr است، می‌باشد. کاربیدهای MC از مذاب و یا در دماهای بالا پس از انجماد تشکیل می‌شوند. این کاربیدها بلوکی شکل یا کشیده در داخل مرزدانه ظاهر می‌شوند و یا به صورت مجزا و غیرهمگن در تمامی فاز زمینه و اغلب در بین شاخه‌های دندرتی و مرزدانه‌ها وجود دارند [6]. به علت تطابق کم با زمینه آلیاژ و شکل بلوکی، کاربیدهای MC به عنوان محل جوانه‌زنی ترک در موضع تمرکز تنش، نظیر نوک دندرت‌ها عمل می‌کنند. کاربیدهای M_6C و $M_{23}C_6$ بیشتر تمایل دارند که در مرزدانه‌ها رسوب کنند که این موضوع سبب افزایش استحکام دما بالای سوپرآلیاژها خواهد شد چرا که این رسوبات با مورفولوژی و اندازه مناسب مانع لغزش

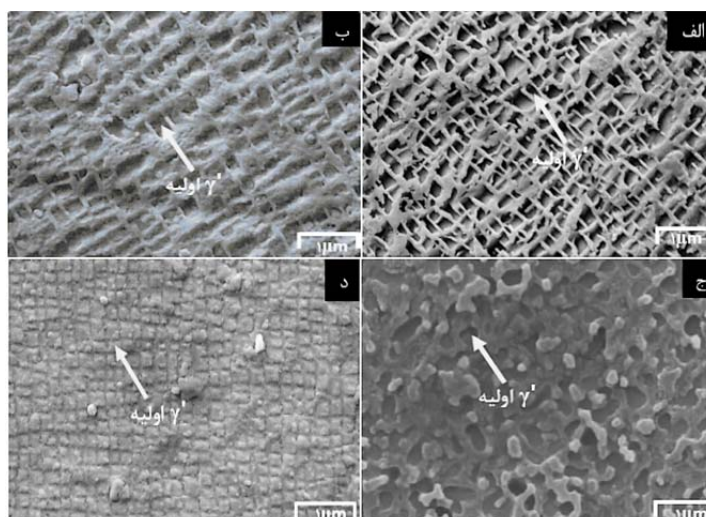
مواد و روش تحقیق

نمونه‌های عملیات حرارتی به ابعاد $20 \times 20 \times 20$ میلیمتر انتخاب شدند و تحت سیکل‌های عملیات حرارتی مطابق با جدول (۲) قرار گرفتند. همچنین، جهت مقایسه و درک تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار، نمونه ریختگی نیز مورد بررسی ریزساختاری قرار گرفت. دمای انحلال فاز γ بر اساس مراجع و تحقیقات گوناگونی که بر این آلیاژ و آلیاژهای مشابه گزارش گردیده [4]، حدود 1208°C درجه سانتیگراد می‌باشد. همچنین، سیکل عملیات حرارتی پیرسازی نیز بدلیل اینکه بیشترین تاثیر را بر ریزساختار به خصوص بر انواع فاز γ دارد، برای تمام سیکل‌ها انتخاب شد. پس از هر مرحله عملیات حرارتی نمونه‌ها در هوا سرد شده و مرحله بعدی عملیات حرارتی بر آنها انجام گرفت. نمونه‌های متالوگرافی به ابعاد $15 \times 15 \times 15$ میلیمتر از نمونه‌ی اولیه برش داده شد و مطابق با استاندارد ASTM E3-01، آماده‌سازی و ریزساختار آنها توسط محلول اچ ۱۰ گرم سولفید مس، ۵۰ میلی‌لیتر اسید کلریدریک و ۵۰ میلی‌لیتر آب آشکار شد. بررسی ریزساختاری آنها توسط میکروسکوپ نوری Olampya و میکروسکوپ الکترونی روبشی TESCAN مدل XMU با ولتاژ کاری ۱۵ کیلوولت و مجهز به دتکتور EDS انجام گرفت. اندازه دانه مطابق با استاندارد ASTM-E112-01 و کسر حجمی فازها مطابق با استاندارد ASTM-E562-01 توسط نرم‌افزار Image Analyser محاسبه شد. برای تشخیص فازها نیز از آنالیز EDS استفاده شد.

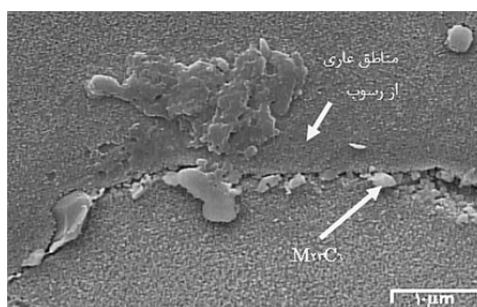
برای تهیه الکتروود اولیه سوپرآلیاژ IN100 از کوره ذوب القایی تحت خلا (VIM) استفاده شد و مواد شارژ با توجه به درصد مورد نیاز عناصر آلیاژی در شمش و درصد خلوص مواد اولیه، انتخاب گردید. پس از رسیدن کوره به خلا 10^{-3} میلی‌بار شارژ اولیه درون بوتله ذوب شد. پس از نگهداری مذاب به مدت ۳ دقیقه در دمای 1450°C درجه سانتیگراد، عناصر فعال که اکسیداسیون بالایی دارند به مذاب اضافه شده و پس از ۱ دقیقه، مذاب درون قالب فلزی استوانه‌ای شکل به قطر ۵۰ میلیمتر و ارتفاع ۶۰۰ میلیمتر ریخته‌گری گردید. برای کاهش عناصر ناخالصی‌ها مانند گوگرد که حذف آنها در کوره VIM امکانپذیر نیست و کم کردن عیوب ریخته‌گری همانند مک و آخال که ممکن است در طی انجماد مرحله قبل ایجاد گردد، شمش تهیه شده در کوره VIM به عنوان الکتروود در کوره ESR قرار گرفته و تحت سرباره‌ی محافظ $60\% \text{CaF}_2$ - $20\% \text{Al}_2\text{O}_3$ - $20\% \text{CaO}$ درون قالب مسی آبگرد استوانه‌ای به قطر ۷۰ میلیمتر و ارتفاع ۵۰۰ میلیمتر ذوب گردید. شمش حاصل از ESR برای دستیابی به ساختاری عاری از جدایش و حذف عناصر مضر همچون نیتروژن و اکسیژن و ناخالصی‌های با فشار بخار بالا در کوره VAR تصفیه مجدد شد. ابعاد شمش نهایی که تصفیه ESR+VAR را طی کرد؛ استوانه‌ای به قطر ۱۰۰ میلیمتر و ارتفاع ۹۰ میلیمتر بود. ترکیب شیمیایی شمش به وسیله دستگاه کوانتومتری Spark Emission Spectrometer با خطای ± 0.1 درصد وزنی تعیین و در جدول (۱) ارائه شده است.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ IN100 پس از VAR (درصد وزنی)

Ni	Al	Ti	Cr	Co	Mo	C	V	S
مابقی	۵/۲۳	۴/۴۱	۹/۸۲	۱۵/۰۷	۳/۰۱	۰/۱۸	۱/۰۲	۰/۰۰۸



شکل ۱ مورفولوژی فاز γ' اولیه (الف) نمونه ریختگی؛ (ب) نمونه عملیات حرارتی انحلال جزئی + پیرسازی؛ (ج) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + پیرسازی؛ (د) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + انحلال جزئی + پیرسازی



شکل ۲ مناطق عاری از رسوب ناشی از عملیات حرارتی انحلال کامل + پیرسازی

جدول ۲ سیکل‌های عملیات حرارتی اعمالی روی سوپرآلیاژ مورد نظر

شماره	سیکل عملیات حرارتی	انحلال کامل (hr/°C)	انحلال جزئی (hr/°C)	پیرسازی (hr/°C)
۱	عملیات انحلال جزئی	-	۴/۱۰۸۰	۱۰/۹۰۰
۲	عملیات انحلال کامل	۲/۱۲۱۰	-	۱۰/۹۰۰
۳	عملیات انحلال کامل + انحلال جزئی	۲/۱۲۱۰	۴/۱۰۸۰	۱۰/۹۰۰
۴	عملیات انحلال کامل	۲/۱۱۶۰	-	-
۵	عملیات انحلال کامل	۲/۱۱۸۵	-	-
۶	عملیات انحلال کامل	۲/۱۲۱۰	-	-
۷	عملیات انحلال کامل	۲/۱۲۳۵	-	-

عملیات حرارتی شده، نشان داده شده است. همانطور که در شکل (الف-۱) مشاهده می‌شود، مورفولوژی γ' های اولیه در نمونه ریختگی به صورت مکعبی نامنظم است. کسر حجمی این رسوبات در این حالت 25 ± 3

نتایج و بحث

تاثیر عملیات حرارتی مختلف بر رسوبات γ' اولیه. در شکل (۱) تصاویر میکروسکوپ الکترونی از رسوبات فاز γ' اولیه برای نمونه ریختگی و نمونه‌های

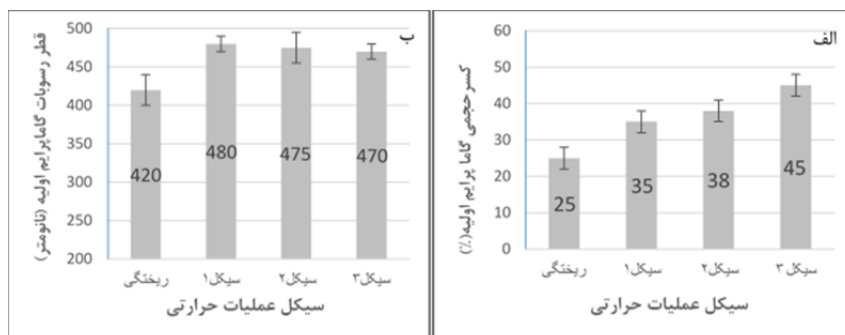
متوسط ذرات پس از عملیات پیرسازی، r_0 اندازه متوسط ذرات قبل از پیرسازی، t زمان پیرسازی و k نشان دهنده ثابت سرعت رشد می‌باشد. شکل (۲-ج) تصویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار نمونه‌ای که تحت سیکل عملیات حرارتی ۲ جدول (۲) قرار گرفته است را نشان می‌دهد. در این سیکل عملیات آنیل انحلالی به صورت انحلال کامل انجام گرفته است. همانطور که ملاحظه می‌شود γ های مکعبی شکل اولیه، مورفولوژی مکعبی خود را از دست داده و شکل کروی به خود گرفته است. این γ های کروی با اندازه متوسط 475 ± 20 نانومتر و کسر حجمی 3 ± 38 درصد در این نمونه توزیع شده‌اند. در طی سرد شدن از دماهای بالای انحلال فاز γ ، اندازه γ اولیه افزایش یافته و به دلیل بزرگ شدن این ذرات و کاهش جدایش‌های ناشی از ریختگی در طی این سیکل عملیات حرارتی، کسر حجمی ذرات نسبت به سیکل‌های قبل افزایش یافته است. مورفولوژی مناسب برای رسوبات فاز γ اولیه در طی این سیکل حاصل نشد ولی کسر حجمی این فاز افزایش قابل توجهی حدود ۱۳ درصد، نسبت به حالت ریختگی دارد. شکل (۳) تشکیل مناطق عاری از رسوب در کنار مرزخانه‌ها را پس از انجام این سیکل عملیات حرارتی نشان می‌دهد. در مراجع [12] ذکر شده است، تغییرات غلظت اتم‌های حل‌شونده درون این نواحی زیاد نیست و دلیل تشکیل این چنین مناطقی، عدم جوانه‌زنی فاز رسوبی در این نواحی است، زیرا برای جوانه‌زنی باید غلظت محل‌های خالی از اتم از یک فرا اشباع بحرانی بیشتر باشد و به جز این حالت، هسته‌گذاری انجام نمی‌شود. پهنای این ناحیه به وسیله غلظت محل‌های خالی از اتم تعیین می‌شود. از دیگر دلایل تشکیل این نواحی رسوب کاربیدهای $M_{23}C_6$ در مرزخانه‌ها می‌باشد. شکل (۱-د) مورفولوژی رسوبات γ اولیه نمونه‌ای که تحت سیکل عملیات حرارتی ۴ جدول (۲) قرار گرفته است را نشان می‌دهد. در این سیکل نمونه تحت هر دو فرآیند آنیل انحلال کامل و جزئی قرار گرفت. اندازه این رسوبات 10 ± 470 نانومتر و کسر حجمی 3 ± 45 درصد

درصد و اندازه آنها 20 ± 420 نانومتر است. شکل (۲) نمودار کسر حجمی (۲-الف) و اندازه قطر رسوبات (۲-ب) را در حالت ریختگی و عملیات حرارتی مختلف نشان می‌دهد. بدلیل انجماد غیرتعادلی، این فاز مورفولوژی و کسر حجمی مناسب ندارد. γ اولیه در حین انجماد ایجاد شده و تحت تاثیر نحوه سرمایش از مذاب است. در سرمایش تعادلی بدلیل فرصت بیشتر برای نفوذ، کسر حجمی γ افزایش و مورفولوژی این فاز به سمت مکعبی کامل که بهترین نوع مورفولوژی برای این فاز رسوبی در سوپرآلیاژها است، پیش می‌رود [11]. شکل (۲-ب) تصویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار نمونه‌ای که تحت سیکل عملیات حرارتی جدول (۲) قرار گرفته است را نشان می‌دهد. در این سیکل، نمونه قبل از پیرسازی در دمای 1080 درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت انحلال جزئی شده است. اندازه و درصد حجمی رسوبات γ اولیه مکعبی به ترتیب برابر 10 ± 460 نانومتر و 3 ± 35 درصد است. با مقایسه این مقادیر با مقادیر حالت ریختگی می‌توان ملاحظه کرد که اندازه و درصد حجمی رسوبات γ اولیه، به طور قابل ملاحظه‌ای افزایش یافته است. با انجام این سیکل عملیات حرارتی مورفولوژی γ های اولیه اندکی تغییر پیدا کرده و در مقایسه با حالت ریختگی منظم‌تر شده ولی به مورفولوژی مطلوب نرسیده است. دلیل نرسیدن کسر حجمی γ های اولیه به حداکثر مقدار خود در طی این سیکل عملیات حرارتی، احتمالاً به عدم توانایی زمان و دمای این سیکل برای از بین بردن جدایش‌های ناشی از انجماد و توزیع یکنواخت عناصر در زمینه، مرتبط می‌باشد. بر اساس منابع [7]، سیکل عملیات انحلالی جزئی برای پایدارسازی و فراهم کردن شرایط برای ایجاد رسوب γ اولیه با مورفولوژی، اندازه و کسر حجمی مناسب در مرحله پیرسازی انجام می‌شود. درشت شدن ذرات γ اولیه در این سیکل عملیات حرارتی، برطبق تئوری (LSW) (Lifshitz-Slyozov-Wagner) صورت می‌پذیرد ($r^3 - r_0^3 = kt$). در این رابطه r نشان دهنده اندازه

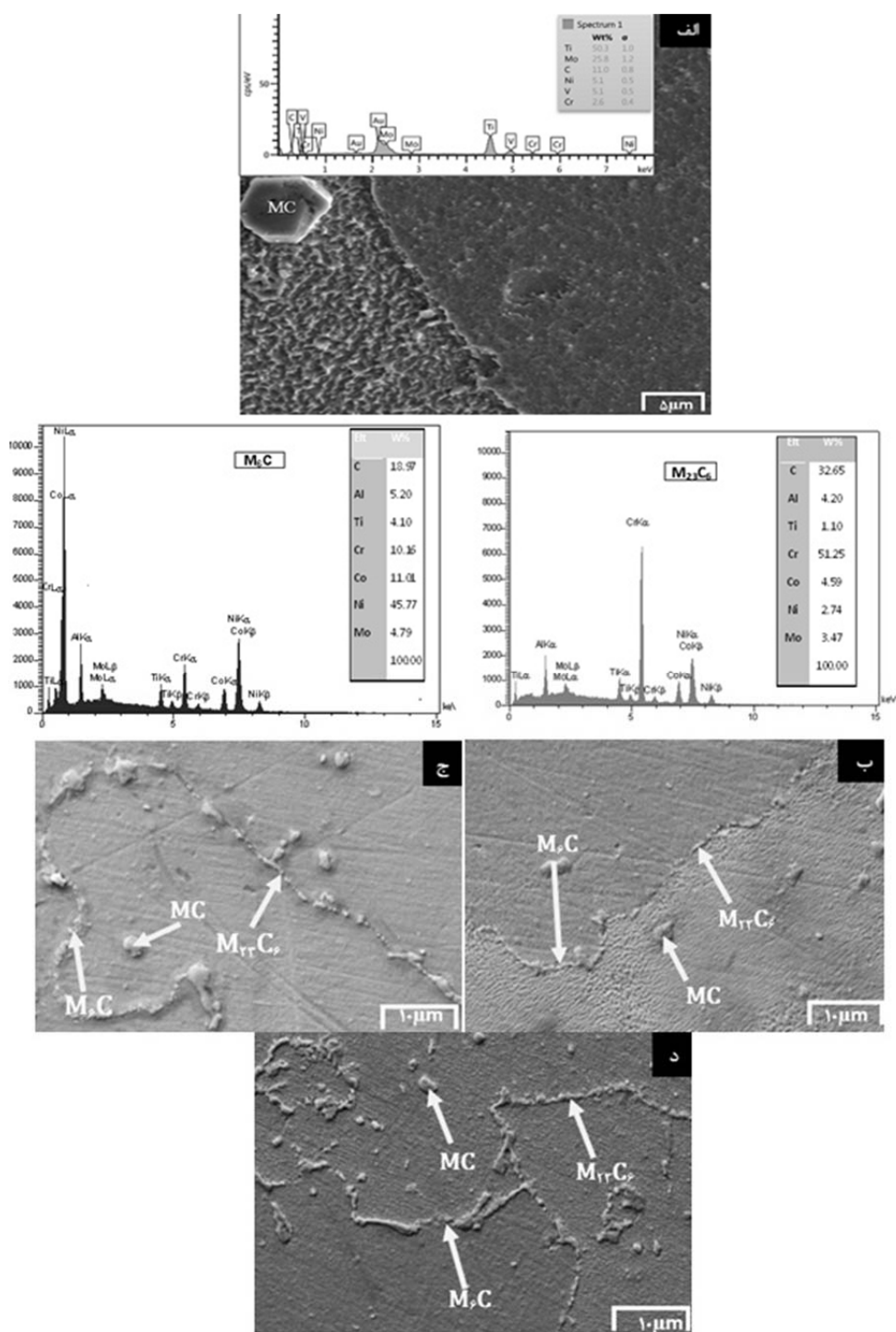
ریختگی و نمونه‌هایی که سیکل عملیات حرارتی جدول ۲ را طی کرده‌اند، در شکل (۴) ارائه شده است. شکل (۴-الف) مورفولوژی کاربید MC را در نمونه ریختگی نشان می‌دهد. در آنالیز EDS این کاربید ملاحظه می‌شود این کاربید غنی از عناصری مانند Ti و Mo می‌باشد. در نمونه ریختگی کاربید MC تنها در داخل زمینه مشاهده می‌شود و در مرزخانه‌ها به دلیل انجماد سریع، فرصت برای تشکیل این رسوب وجود ندارد [13]. به دلیل اینکه کاربیدهای مرزخانه‌ای در طی عملیات حرارتی یا کارکرد قطعه به وجود می‌آید، بنابراین در نمونه ریختگی مشاهده نمی‌شوند. شکل (۴-ب) مورفولوژی کاربیدها و آنالیز EDS آنها را پس از طی سیکل ۱ جدول (۲) نشان می‌دهد. مورفولوژی و آنالیز EDS بیانگر این است که کاربیدها شامل کاربیدهای MC، $M_{23}C_6$ و M_6C می‌باشد. همانگونه که مشاهده می‌شود دمای آنیل انحلال جزئی در مورفولوژی کاربیدهای MC تغییر زیادی ایجاد نمی‌کند چون دما و زمان این سیکل (دمای 1080°C درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت) توانایی این کارکرد را ندارد. هدف از انحلال جزئی قبل از مرحله پیرسازی بر روی کاربیدها توسعه بیشتر کاربیدهای مرزخانه‌ای $M_{23}C_6$ و M_6C به وسیله تجزیه بیشتر کاربید MC می‌باشد [14].

می‌باشد. با مقایسه اندازه و درصد حجمی رسوبات γ' اولیه در این حالت با حالت ریختگی می‌توان نتیجه گرفت که درصد حجمی حدود ۸۰ درصد و اندازه این رسوبات حدود ۵۰ نانومتر افزایش یافته است. همانطور که مشاهده می‌شود مورفولوژی رسوبات γ' اولیه به صورت کاملاً مکعبی منظم در آمده که این مورفولوژی بهترین ریزساختار موجود برای سوپرآلیاژ IN100 است؛ چراکه در سوپرآلیاژهای پایه نیکل عمده استحکام از طریق ذرات رسوبی γ' و برهم‌کنش آنها با نابجایی‌ها حاصل خواهد شد [13]. بر مبنای این تئوری؛ مهمترین عامل در استحکام، مورفولوژی، کسر حجمی و اندازه فاز رسوبی می‌باشد که هرچه مورفولوژی به سمت مکعبی شدن برود و درصد حجمی آن افزایش یابد، استحکام در دمای بالا بیشتر می‌شود [4]. دلیل مکعبی کامل و افزایش کسر حجمی این فاز نسبت به سایر نمونه‌ها می‌تواند به این صورت مطرح گردد که با انجام سیکل عملیات حرارتی انحلال کامل، جدایش ناشی از ریختگی از بین رفته و در هنگام سیکل عملیات انحلال جزئی، پایدارسازی و ایجاد شرایط مناسب برای دستیابی به مورفولوژی و کسر حجمی مناسب γ' در عملیات پیرسازی حاصل می‌گردد.

تاثیر عملیات حرارتی مختلف بر کاربیدها. تصاویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار کاربیدها در نمونه



شکل ۳ نمودار تغییرات (الف) کسر حجمی و (ب) اندازه قطر رسوبات γ' اولیه بر حسب نوع عملیات حرارتی



شکل 4 مورفولوژی فاز کاربیدهای مختلف و آنالیز EDS (الف) نمونه ریختگی؛ (ب) نمونه عملیات حرارتی انحلال جزئی + پیرسازی؛ (ج) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + پیرسازی؛ (د) نمونه عملیات حرارتی انحلال کامل + انحلال جزئی + پیرسازی

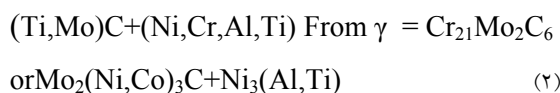
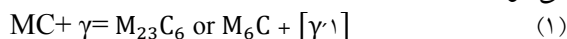
به حضور در آلیاژهای با Cr بالا همانند IN100 دارند. این کاربیدها بیشتر در طول سیکل‌های عملیات حرارتی

مطالعات [15] نشان می‌دهد کاربیدهای $M_{23}C_6$ در طی سیکل عملیات حرارتی تشکیل می‌شوند و بیشتر تمایل

الف)، مورفولوژی کروی را به دست آورده که مورفولوژی مناسب برای این نوع کاربید است. همچنین با انجام این سیکل عملیات حرارتی کاربیدهای مرزدانه‌های M_6C و $M_{23}C_6$ به صورت متقطع در ریزساختار بوجود می‌آیند. مکانیزم تشکیل این نوع کاربیدها مشابه با آنچه در نمونه انحلال جزئی همراه با پیرسازی توضیح داده شد، تجزیه کاربیدهای MC و غنی شدن نواحی اطراف مرز دانه‌ها از عناصر تشکیل دهنده کاربیدها و فاز رسوبی γ می‌باشد [4].

تاثیر دمای انحلال بر رسوبات اولیه γ . شکل (۵)
مورفولوژی γ های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دماهای مختلف نشان می‌دهد. شکل (۱-الف) مورفولوژی γ های اولیه را پس از طی سیکل ۴ جدول (۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۱۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت، γ های اولیه شکل مکعبی ریزساختار ریختگی خود را از دست داده و به سمت کروی شدن پیش می‌روند. بر اساس منابع [4]، دمای انحلال فاز γ در ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکلی IN100، حدود ۱۲۰۸ درجه سانتیگراد می‌باشد. با توجه به اینکه دمای ۱۱۶۰ درجه سانتیگراد کمتر از دمای انحلال کامل برای فاز رسوبی است، بنابراین این دما توانایی انحلال این فاز را نداشته و تنها بر مورفولوژی و اندازه این فاز اثرگذار است. با انجام این سیکل اندازه این رسوبات در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ۳۰ نانومتر افزایش می‌یابد. تغییرات اندازه و کسر حجمی γ های اولیه پس از عملیات در دماهای مختلف جدول (۲)، در شکل (۶) نمایش داده است. شکل (۵-ب) مورفولوژی γ های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۱۸۵ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت (سیکل ۵ جدول ۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود در این سیکل، با افزایش دمای انحلالی بخش‌هایی از γ های اولیه به طور جزئی حل شده ولی مورفولوژی آنها به صورت مکعبی باقی مانده است. در مرجع [23] برای

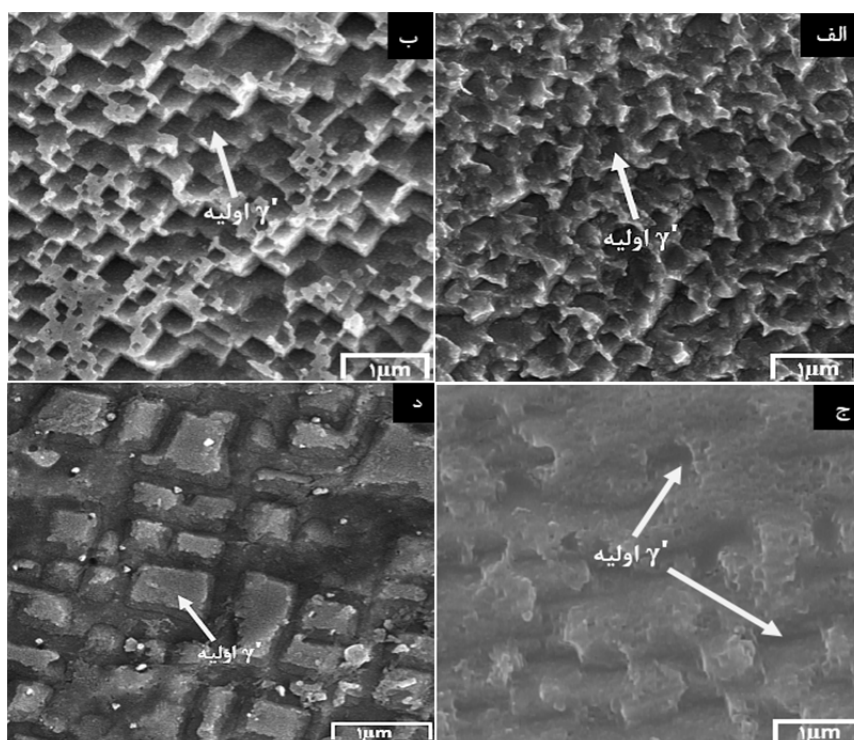
پیرسازی تشکیل می‌گردند. در حین عملیات حرارتی یا سرویس‌دهی این سوپرآلیاژ در محدوده دمایی ۷۶۰ تا ۹۸۰ درجه سانتیگراد کاربیدهای MC تجزیه شده و باعث ایجاد کربن می‌شوند. این کربن تجزیه شده (و گاهی کربن حل شده در زمینه) می‌تواند باعث ایجاد این نوع کاربید گردد. عنصر اصلی که جانشین M می‌شود کروم می‌باشد. کاربیدهای M_6C در طی عملیات حرارتی در آلیاژهای با میزان Mo نسبتاً بالا تشکیل می‌شوند. همچنین کاربیدهای M_6C در اثر تجزیه MC نیز تشکیل می‌شوند. عناصر Cr، Ni، Co و Mo می‌توانند جایگزین M در این نوع کاربید شوند. این کاربیدها در دمای بالاتری (۸۱۵ تا ۹۸۰ درجه سانتیگراد) نسبت به کاربیدهای $M_{23}C_6$ تشکیل می‌شود [15]. دلیل تشکیل این نوع کاربید می‌تواند به دما و زمان نسبتاً بالا در سیکل عملیات حرارتی پیرسازی باز گردد. مکانیزم تشکیل این رسوبات در روابط (۱ و ۲) مشاهده می‌شود [4].



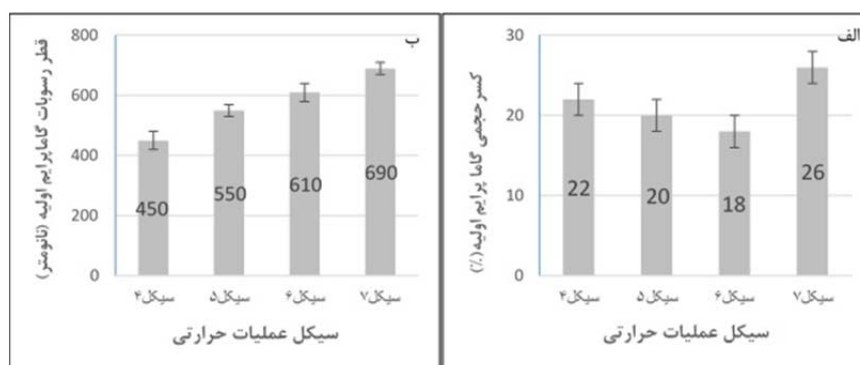
شکل (۴-ج) مورفولوژی کاربید MC را پس از طی سیکل عملیات حرارتی انحلال کامل به همراه پیرسازی سیکل ۲ جدول (۲)، نشان می‌دهد. دمای بالای عملیات حرارتی انحلال کامل باعث حل شدن گسترده کاربیدها و فازهای سخت در زمینه می‌شود. کاربیدهای MC که این سیکل عملیات حرارتی را طی کرده‌اند، شکل کروی به خود خواهند گرفت که نسبت به حالت بلوکی شکلی که در ریزساختار ریختگی دارند، تمرکز تنش بسیار کمتری را در ریزساختار ایجاد می‌کنند. شکل (۴-د) -دمورفولوژی کاربیدها را پس از طی سیکل عملیات حرارتی ۴ جدول (۲) نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود همانند سیکل عملیات حرارتی انحلال کامل به همراه پیرسازی، در این سیکل نیز مورفولوژی کاربیدهای MC در مقایسه با حالت ریختگی شکل (۶-)

نشان می‌دهد هنگامی که دمای انحلال پایین انتخاب شود خواص خستگی بهتری به دست می‌آید در حالی که دمای انحلال بالا، خواص خزشی و گسیختگی دما بالای بهتری را به همراه خواهد داشت. با این وجود باید به ایجاد توازن بین این خواص و خواص دیگری چون مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون، نیز در انتخاب روند عملیات حرارتی توجه کرد.

این دما که نزدیک به دمای انحلال کامل فاز γ' است؛ انحلال جزئی فاز γ' اولیه ذکر شده است. در این سیکل اندازه و کسر حجمی γ' های اولیه به ترتیب برابر با 20 ± 550 نانومتر و 20 ± 2 درصد می‌باشد. بنابراین، با مقایسه این سیکل با حالت ریختگی مشاهده می‌شود اندازه رسوبات در حدود 130 نانومتر افزایش و درصد حجمی آنها حدود 5% کاهش یافته است. مطالعات [16]



شکل ۵ مورفولوژی رسوبات اولیه γ' پس از عملیات انحلالی در دمای (الف) 1160 ؛ (ب) 1185 ؛ (ج) 1210 ؛ (د) 1235 درجه سانتیگراد



شکل ۶ نمودار تغییرات (الف) کسر حجمی و (ب) اندازه قطر رسوبات γ' اولیه بر حسب نوع عملیات حرارتی

باعث افزایش درصد حجمی این رسوبات شده است. مطالعات [17] نشان می دهد به دلیل درشت شدن و ناپایداری این رسوبات در مقایسه با حالت ریختگی، خواص کششی دما محیط آلیاژ در این حالت نسبت به حالت ریختگی کاهش می یابد.

همانطور که ملاحظه شد ریزساختار مناسب برای سوپرآلیاژ IN100 زمانی حاصل شد که هر دو سیکل عملیات انحلال کامل و جزئی قبل از پیرسازی بر روی نمونه ها انجام شد. در این سیکل کسر حجمی γ های اولیه به حدود ۴۵٪ رسیده است که در مقایسه با سایر سیکل های انحلالی و پیرسازی بیشتری مقدار می باشد. همچنین در این سیکل رسوبات اولیه γ به شکل مکعبی منظم در ریزساختار توزیع می شوند. با انجام این سیکل کاربیدهای مرز دانه های $M_{23}C_6$ و M_6C با مورفولوژی اندازه مناسب در مرز دانه ها تشکیل شده و مورفولوژی کاربیدهای MC از نظر ایجاد تمرکز تنش بهبود یافته اند. همچنین در بین دماهای مختلفی که برای انحلال فاز رسوبی در زمان ثابت ۲ ساعت مورد بررسی قرار گرفت، دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد ریزساختار مناسب از نظر اندازه و مورفولوژی فاز γ اولیه را به همراه دارد.

نتیجه گیری

۱- انجام عملیات انحلال کامل در دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت و سرد شدن در هوا به همراه عملیات انحلال جزئی در دمای ۱۰۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت و سرد شدن در هوا و سپس انجام عملیات پیرسازی در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۰ ساعت باعث خواهد شد که کسر حجمی γ های اولیه در مقایسه با نمونه ریختگی در حدود ۸۰٪ افزایش یابد. در این سیکل اندازه γ های اولیه تیز در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ۵۰ نانومتر افزایش می یابد.

۲- انجام عملیات انحلال کامل به همراه انحلال جزئی قبل از عملیات پیرسازی باعث خواهد شد که رسوبات γ اولیه به صورت مکعبی منظم در

شکل (۵-ج) مورفولوژی γ های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت سیکل ۶ جدول (۲) نشان می دهد. همانطور که مشاهده می شود γ های اولیه مورفولوژی مکعبی ریزساختار ریختگی خود را حفظ کرده ولی اندازه آنها در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ۴۵٪ افزایش یافته است. با انجام این سیکل، اندازه و کسر حجمی γ های اولیه به ترتیب برابر با 30 ± 610 نانومتر و 18 ± 2 درصد می باشد. با انجام این عملیات انتظار می رود که کل رسوب های γ های مکعبی اولیه ریزساختار ریختگی در زمینه حل شوند ولی همانطور که در شکل (۵-ج) مشاهده می شود مقدار مشخصی از این رسوبات در ریزساختار حضور دارند. مطالعه ای که توسط صفری و ناطق [7] روی سوپرآلیاژ Rene80 انجام شده است نشان می دهد که مقدار γ های مکعبی حل نشده در عملیات انحلالی در دمای حدود ۱۲۰۴ درجه سانتیگراد، در حدود ۲۵-۲۰ درصد می باشد. با مقایسه اندازه و درصد حجمی رسوبات اولیه با مقادیر مربوط به سیکل های انحلالی ۱۱۶۰ و ۱۱۸۵ درجه سانتیگراد مشاهده می شود با افزایش دمای انحلالی تا دمای ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد، اندازه γ های اولیه افزایش و درصد حجمی آنها کاهش یافته است (شکل ۶). شکل (۵-د) مورفولوژی γ های اولیه را پس از عملیات انحلالی در دمای ۱۲۳۵ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت (سیکل ۷ جدول ۲) نشان می دهد. همانطور که مشاهده می شود γ های اولیه مورفولوژی مکعبی ریزساختار ریختگی خود را حفظ کرده ولی اندازه آنها در مقایسه با حالت ریختگی در حدود ۶۴٪ افزایش یافته است. برخلاف سیکل های انحلالی ۱۱۶۰، ۱۱۸۵ و ۱۲۱۰ درجه سانتیگراد که با افزایش دما درصد حجمی γ های اولیه کاهش پیدا می کند در این حالت درصد حجمی رسوبات اولیه افزایش و به مقدار 22 ± 26 درصد می رسد (شکل ۶). به نظر می رسد به دلیل دمای بالای عملیات انحلالی، اندازه رسوبات درشت γ اولیه به میزان زیادی رشد کرده و پس از سرد شدن در هوا،

و 18 ± 2 درصد می‌باشد که در مقایسه با حالت ریختگی اندازه آنها در حدود 45% افزایش و کسر حجمی آنها نیز در حدود 7% کاهش یافته است.

۴- با افزایش دمای انحلالی تا دمای 1210 درجه سانتیگراد، اندازه γ های اولیه افزایش و کسر حجمی آنها کاهش می‌یابد. با افزایش بیشتر دما تا دمای 1235 درجه سانتیگراد، اندازه γ های اولیه مجدداً افزایش می‌یابد ولی کسر حجمی آنها در مقایسه با سایر نمونه‌های انحلالی افزایش و به مقدار 26 ± 2 درصد خواهد رسید.

ریزساختار ایجاد شوند. در این سیکل مورفولوژی کاربردهای MC از حالت بلوکی ریزساختار ریختگی خارج شده و به سمت کروی شدن پیش می‌روند. همچنین در این سیکل کاربردهای مرز دانه‌ای M_6C و $M_{23}C_6$ با مورفولوژی و اندازه مناسب در مرز دانه‌ها بوجود می‌آیند.

۳- در بین دماهای مختلفی که برای انحلال فاز γ انتخاب شد، دمای 1210 درجه سانتیگراد، ریزساختار مناسب از نظر اندازه، مورفولوژی و کسر حجمی فاز γ را ایجاد کرد. در این دما اندازه و کسر حجمی γ های اولیه به ترتیب برابر 610 ± 30 نانومتر

مراجع

1. Reed R.C., "The selection of materials for high-temperature applications", The Superalloys Fundamentals and Applications. New York, Cambridge University Press, ch.1, sec.3, pp.14-28, (2006).
2. Doherty B.H, Pearcey B.J., "Tensile and Creep Properties of the Nickle-Base Superalloy IN100", *Acta Metallurgica*, Vol. 239, pp.1209-15, (1967).
3. Jin W., Li T., Yin G., "Research on IN100 superalloy ingots", *Science and Technology of Advanced Materials*, pp.1-4, (2008).
4. Jovanovic M.T., Tadic S., "Influence of High Temperature Exposure on the Microstructure and Creep Resistance of IN100 Superalloy", *Materials characterization*, Vol. 30, pp. 3-12, (1993).
5. R.J. Mitchell, M. Preuss, S.Tinand M.C. Hardy. The influence of cooling rate from temperatures above the γ solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel-base superalloys. *Materials Science and Engineering A*, vol. 473, pp.158-165, (2008).
6. W.E.Voice and R.G.Faulkner. Carbide Stability in Nimonic 80A. *Metal. Trans. A*, vol. 16, pp. 511-20, (1985).
7. Safari J., Nategh S., "On the heat treatment of Rene80 nickel-base superalloy", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 176, pp. 240-50, (2006).
8. Sajjadi S.A., Zebarjad S.M., Guthrie R.I., Isac M., "Microstructure evolution of high-performance Ni-Base superalloy GTD-111 with heat treatment parameters", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol.175, pp. 376-81, (2006).
9. Sajjadi S.A., Nategh S., Guthery R.I., "The Study of Microstructure and Mechanical Properties of High Performance Ni-base Superalloy GTD111", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 325,

- pp.484–489, (2002).
10. Yang C., Xu Y., Nie H., Xiao X., Jia G., Shen Z., “Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of Rene 80”, *Materials and Design*, Vol. 43, pp.66-73, (2013).
 11. Heilmaier M., Leetz U., Reppich B., “Order strengthening in the cast nickel-based superalloy IN100 at room temperature”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 319–321, pp. 375-378, (2001).
 12. Miura N., Kondo Y., Kubushiro K., Takahashi S., “Change in microstructure at grain boundaries with creep deformation polycrystalline nickel-based superalloy IN100 at 1273 °K”, *Advanced Materials Research*, Vol. 278, pp. 132-37, (2011).
 13. Kozar R.W., Suzuki A., Milligan W.W., Schirra J.J., Savage M.F., Pollock T.M., “Strengthening Mechanisms in Polycrystalline Multimodal Nickel-Base Superalloys”, *Metallurgical and Materials Transaction A*, Vol. 40A, pp. 1588-1603, (2009).
 14. SoaresAzevedo e Silva P.R., Baldan R., Nunes C.A., CarvalhoCoelho G., Matos da Silva Costa A., “Solution heat-treatment of Nb-modified MAR-M247 superalloy”, *Materials Characterization*, Vol. 75, pp. 214-19, (2013).
 15. Metals Handbook, “Wrought and P/M superalloys”, *Properties and characteristics of Nonferrous Metals. ASM*, Vol.1, 10th ed., pp. 950-985.
 ۱۶. سجادی. س.ع. "تاثیر پارامترهای عملیات حرارتی روی ریزساختار و خواص مکانیکی سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111"، چهارمین کنگره انجمن مهندسين متالورژی ایران، دانشگاه تهران، ۱۳۷۹.
 17. Rahmani Kh., Nategh S., "Low cycle fatigue mechanism of Rene 80 at high temperature-high strain", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 494, pp. 385–390, (2008).