



پژوهش‌نامه ریخته‌گری

مقاله پژوهشی:

تأثیر نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال بر ریزساختار و سختی سوپر آلیاژ X-750

محیا شمسیان^۱، حسین عربی^۲، سید محمدعلی بوترابی^{۲*}

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت، تهران، ایران

۲- استاد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت، تهران، ایران

* نویسنده مکاتبه کننده: boutorabi@iust.ac.ir

چکیده:

دریافت: ۱۳۹۸/۰۷/۰۶

پذیرش: ۱۳۹۹/۰۸/۱۹

سوپر آلیاژ X-750 یک آلیاژ نیکل-کرم رسوب سخت شونده است که مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون و استحکامش را تا دمای 704°C حفظ می‌کند. اگرچه با افزایش دما تا بالاتر از 704°C بیشتر اثرات رسوب سختی از بین می‌رود اما قطعات عملیات حرارتی شده، استحکام مفیدی را تا دمای 982°C دارا هستند. به همین دلیل اعمال عملیات حرارتی به منظور پایداری فازهای استحکام بخش در سوپر آلیاژ X-750 امری حائز اهمیت است. هدف از این پژوهش، بررسی تأثیر نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال بر ریزساختار و تغییرات ایجاد شده در مورفولوژی و اندازه ذرات رسوبی استحکام بخش به سوپر آلیاژ X-750 و همچنین ارتباط ریزساختار آن با سختی است. به این منظور، ضمن انجام عملیات حرارتی دو مرحله‌ای انحلال و پیرسازی جهت دستیابی به میزان و اندازه مطلوب ذرات رسوبی γ' ، شرایط و نرخ‌های متفاوت سرمایش پس از عملیات انحلال در نظر گرفته شد و آنالیزهای تصویری بر ریزساختارهای حاصل شده صورت گرفت. نتایج نشان داد که جوانه‌زنی ذرات رسوبی γ' ثانویه فارغ از نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال اتفاق می‌افتد اما رشد آن‌ها وابسته به دمای عملیات پیرسازی بوده است. همچنین تشکیل γ' ثانویه به محیط سرمایش پس از عملیات انحلال وابسته است و با افزایش نرخ سرمایش، میزان ذرات رسوبی γ' ثانویه کاهش می‌یابد. همچنین با افزایش نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال، میانگین اندازه ذرات رسوبی γ' اولیه از $126/5$ به 30 نانومتر کاهش یافت و درصد آنها از 59% به $66/91\%$ افزایش یافت. بیش‌ترین سختی متعلق به سیکل عملیات حرارتی 2-AC که دارای بیش‌ترین میزان γ' ثانویه است، است.

واژه‌های کلیدی:

اینکول X-750،

عملیات حرارتی سوپر آلیاژ،

اندازه ذرات رسوبی γ' ،

مورفولوژی γ' ،

نرخ سرمایش پس از عملیات

انحلال.

ارجاع به این مقاله:

محیا شمسیان، حسین عربی، سید محمدعلی بوترابی، تأثیر نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال بر ریز ساختار و سختی سوپر آلیاژ X-750، پژوهش‌نامه

ریخته‌گری، پاییز ۱۳۹۹، جلد ۴، شماره ۳، صفحات ۱۴۵-۱۵۳.

شناسه دیجیتال: (DOI): 10.22034/frj.2020.203182.1101

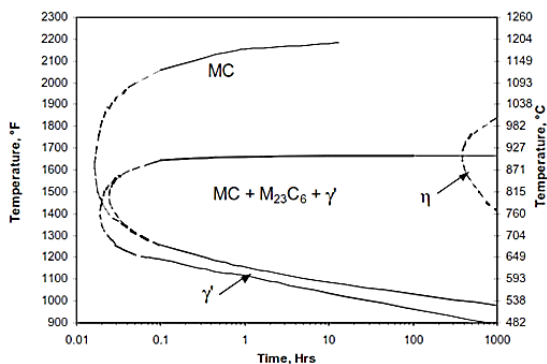
۱- مقدمه

به‌طور کلی در سوپر آلیاژهای پایه نیکل، می‌توان به سه دسته آلیاژهای نیکل خالص، آلیاژهای پایه نیکل محلول جامد و آلیاژهای پایه نیکل رسوب سخت شونده اشاره کرد. سوپر آلیاژ X-750 یک آلیاژ نیکل کروم رسوب سخت شونده است که در طیف گسترده‌ای از ابزارهای صنعتی همانند توربین‌های گازی، مخازن تحت فشار، ابزارها و سازه‌های هواپیما کاربرد دارد. همچنین به دلیل مقاومت به خوردگی زیاد برای کاربردهایی مانند پیچ و مهره‌های مورد استفاده در دماهای بالا بسیار مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱-۳]. عملکرد سوپر آلیاژ X-750 همانند

آلیاژ Inconel 600 بوده اما افزودن عناصری همانند آلومینیم و تیتانیم، سوپر آلیاژ X-750 را تبدیل به یک آلیاژ رسوب سخت کرده است که به دلیل مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون و خواص کششی و خزشی مناسبی که دارد، آن را قادر به پایداری و حفظ استحکام تا دماهای بالاتر از 700°C می‌کند [۱، ۴]. در این سوپر آلیاژ علی‌رغم نقشی که کاربیدهای فلزی ثانویه در استحکام بخشی دارند، فاز γ' ایجاد شده در اثر عملیات حرارتی به عنوان اصلی‌ترین و اولین فاز استحکام بخش در این آلیاژ شناخته می‌شود [۵، ۶]. ساختار اکثر سوپر آلیاژهای X-750

عملیات حرارتی رایجی که بر سوپرآلیاژ X-750 انجام می‌شد، شامل سه مرحله‌ی: (۱) عملیات انحلال در دمای تقریباً 1000°C به مدت ۱ الی ۲ ساعت، (۲) عملیات پایداری^۱ در دمای 850°C به مدت ۲۴ ساعت و (۳) عملیات پیرسازی نهایی در دمای 700°C بود. اما به هرحال این نوع عملیات حرارتی رضایت بخش نبوده و امروزه عملیات حرارتی دو مرحله‌ای انحلال و پیرسازی برای سوپرآلیاژ X-750 انجام می‌شود [۱۴]. جهت دستیابی به خواص مکانیکی مطلوب، عملیات حرارتی انحلال برای ایجاد ساختاری همگن که شامل رسوبات ریز γ' باشد، بسیار حائز اهمیت است [۱۵]. بطور کلی اثر عملیات حرارتی آنیل انحلالی بر ریزساختار در پایان عملیات حرارتی مشخص می‌شود که انتظار می‌رود تمام ذرات γ' و کاربید M_{23}C_6 حل شوند. با این حال، گزارش‌هایی از باقی ماندن مقداری از این فازهای ثانویه پس از عملیات انحلال در دمای 1093°C به مدت یک ساعت به میزان $7/6 \text{ wt.}\%$ فاز γ' و $0/3 \text{ wt.}\%$ M_{23}C_6 در دسترس است [۵]. شکل (۱) دما و زمان تحولات فازی آلیاژ X-750 را نشان می‌دهد. سرعت سرمایش پس از عملیات انحلال به علت موثر بودن در میزان جوانه‌زنی و رشد فازهای رسوبی نقش بسزایی در اندازه و مورفولوژی فاز رسوبی دارد؛ بطوریکه میزان تبعیت اندازه ذرات γ' در دمای پیرسازی به سرعت سرمایش پس از عملیات انحلال بستگی دارد. چنانچه سرعت سرمایش پس از عملیات انحلال زیاد باشد، اندازه فاز γ' تابعی از دمای پیرسازی است. زیرا سرعت سرد کردن بالا مانع از رسوب γ' در حین سرمایش می‌شود. در گزارشی [۱۷] بیان شده که معمولاً جوانه‌های γ' در طول فرآیند سرد شدن فارغ از توجه به نرخ سرمایش اتفاق می‌افتد. طبق تئوری جوانه‌زنی، جوانه‌زنی γ' وابسته به دو فاکتور مهم است:

- (۱) انرژی آزاد شیمیایی که مرتبط به زمینه‌ی فوق اشباع است.
- (۲) انرژی مرزدانه شامل انرژی سطح و انرژی الاستیک که انرژی الاستیک توسط عدم تطابق شبکه بین رسوبات γ' و γ تعیین می‌شود.



شکل ۱- نمودار دما، زمان، تحول سوپرآلیاژ X-750 [۱۶].

ورقه‌ای بصورت مخلوطی از دانه‌های ریز و درشت با ابعاد $0/15$ الی $0/5$ میلی‌متر است. سوپرآلیاژ X-750 کاربرد قابل توجهی در محیط‌های مخرب دارد و ریزساختار آن، کاربرد این آلیاژ را تعیین می‌کند. بطوریکه می‌توان با اعمال عملیات حرارتی‌های متفاوت و پخش کردن ذرات رسوبی γ' با مورفولوژی‌های متفاوت، به ریزساختار مناسب و به تبع آن به خواص مکانیکی مطلوب دست یافت. ذرات رسوبی γ' دارای ساختار کریستالی FCC با ساختار L12 و پارامتر شبکه $0/36 \text{ nm}$ هستند. تطابق شبکه نزدیکی که این ذرات با زمینه دارد ($\sim 1-0\%$) سبب همگنی آنها بطور یکنواخت در زمینه می‌گردد [۷]. به طوری که با رسوبات بسیار ریز موجود در زمینه قابل شناسایی بوده و در سرتاسر ماده پراکنده هستند [۸]. اطلاعاتی در مورد دمای دقیق پایداری ذرات γ' در دسترس نیست، اما در اکثر آلیاژهای Ni-Al دمای انحلال این فازهای رسوبی بین 855 تا 1200 درجه سانتی‌گراد است [۹]. فازهای ثانویه دیگری که در سوپرآلیاژ X-750 مشاهده می‌شود، کاربیدهای FCC از نوع MC، M_{23}C_6 است که در آن M عنصری فلزی است. کاربیدهای MC را می‌توان به صورت $(\text{Ti}, \text{Nb})\text{C}$ نوشت که معمولاً غنی از عناصر تیتانیوم و نایوبیم هستند و پارامتر شبکه آنها وابسته به عنصر فلزی آن است. به طوری که اگر غنی از نایوبیم باشند، پارامتر شبکه آنها $0/36$ و اگر غنی از تیتانیوم باشد، $0/44$ نانومتر است. این کاربیدها هم در زمینه و هم در مرزدانه یافت می‌شوند و تا دمای 1200°C پایدار بوده و می‌توان گفت متأثر از عملیات حرارتی نیستند. البته قابل ذکر است که کاربیدهای MC غنی از نایوبیم، دمای انحلال کمتری نسبت به تیتانیوم دارد و تا حدودی طی عملیات انحلال شروع به حل شدن می‌کند [۱۰، ۱۱]. از جمله دیگر کاربیدهای موجود در این سوپرآلیاژ، کاربید M_{23}C_6 با ساختار FCC و پارامتر شبکه $1/06$ نانومتر است. این کاربیدهای غنی از کروم با مورفولوژی‌های متفاوت معمولاً در مرزدانه‌ها بوده و گزارش شده است که در دمای 870°C حل می‌شوند [۱، ۱۲].

در سوپرآلیاژهای X-750 با افزایش دما تا بالاتر از 704°C بیشتر اثرات رسوب سختی از بین می‌رود اما قطعات عملیات حرارتی شده، استحکام مفیدی را تا دمای 982°C دارا هستند [۱۳]. در واقع عملیات حرارتی یکی از مراحل ساخت یا بازسازی پره‌های توربین گازی با هدف ایجاد ساختار میکروسکوپی و خواص مورد نظر در آلیاژ و پوشش است و عدم کنترل دقیق سیکل عملیات حرارتی و اتمسفر آن سبب ایجاد ساختار نامناسب، ایجاد ترک، افت خواص مکانیکی و اکسایش می‌شود. در گذشته

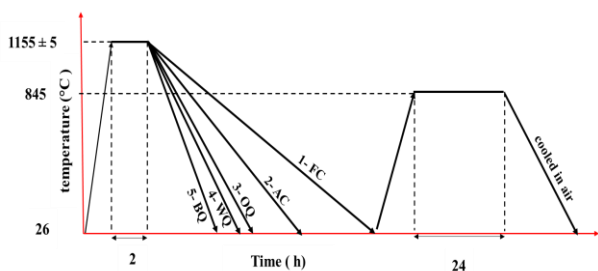
¹ Stabilizing

۲۴ ساعت تحت دمای 845°C پیرسازی شدند. شکل (۲) شماتیک سیکل‌های عملیات حرارتی اعمال شده بر این آلیاژ را نشان می‌دهد. جهت تعیین و بررسی ریزساختار پس از مراحل آماده‌سازی اولیه، نمونه‌ها با محلول اسید اگزالیک، الکترو اچ شدند. ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکپ نوری و الکترونی روبشی مدل Olympus BX51M مورد بررسی قرار گرفت. همچنین جهت بررسی و آنالیز دقیق‌تر ریزساختار نمونه‌ها از یک دستگاه میکروسکپ الکترونی گسیل میدانی، FESEM، با مدل MIRA3TESCAN-XMU مجهز به EDS استفاده شد.

با استفاده از نرم‌افزار ImageJ و MIP میانگین اندازه دانه‌های نمونه‌های مختلف سوپرآلیاژ مورد پژوهش، بعد از اعمال سیکل‌های متفاوت عملیات حرارتی اندازه‌گیری شد. برای رسیدن به نتایج دقیق‌تر میانگین اندازه دانه‌ها، از ۲۰ منطقه بر روی تصاویر مختلف برای هر نمونه تحت عملیات حرارتی که دارای وضوح بیشتری بود، اندازه‌گیری انجام شد. از نرم‌افزار آنالیز تصویر Anix Mp نیز جهت تخمین درصد فازهای موجود در آلیاژ استفاده شد. همچنین آزمایش سختی سنجی نیز بر روی نمونه‌ها انجام شد. همچنین آزمایش سختی سنجی روی نمونه‌ها انجام شد.

۳- نتایج و بحث

تصاویر (۳) نمونه سوپرآلیاژ X-750 کار شده اولیه فاقد هرگونه عملیات حرارتی و همچنین نمونه‌هایی که تحت عملیات انحلال قرار گرفته و پس از آن با نرخ‌های متفاوت سرد شده است را نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل (۳-الف) مشاهده می‌شود، ریزساختار سوپرآلیاژ X-750 کار شده شامل دانه‌های درشت و ریز به همراه دوقلوبی‌های مکانیکی با فصل مشترک‌های ناصاف با زمینه است. طبق آنالیزهای تصویری که بر روی سوپرآلیاژ اولیه صورت گرفت، اندازه دانه‌های ریز در محدوده ۲۰ میکرومتر و اندازه دانه‌های درشت در محدوده 7 ± 100 میکرومتر محاسبه شدند. سپس نمونه تحت عملیات انحلال قرار گرفت، به طوری که به مدت ۲ ساعت در دمای $1155 \pm 5^{\circ}\text{C}$ حرارت داده شد و سپس در پنج محیط متفاوت سرد شد.



شکل ۲- تصویر شماتیک عملیات حرارتی‌های اعمال شده در این پژوهش.

پس می‌توان چنین بیان کرد که زمینه‌ی فوق اشباع و پارامتر عدم تطابق، دو فاکتور بسیار مهم در کنترل رسوبات γ' هستند [۱۷]. البته در مقالات مختلف اشاراتی به اهمیت تاثیری که نرخ سرمایش از دمای انحلال بر ریزساختار سوپرآلیاژهای پایه نیکل می‌گذارند، کرده‌اند. به طور مثال Koul و همکارانش بیان کردند که افزایش نرخ سرمایش از دمای انحلال سبب کاهش اندازه‌ی رسوبات γ' می‌شود [۱۸]. از جمله عوامل دیگری که متاثر از نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال است، کسر حجمی رسوبات γ' است. همان‌طور که قبلاً نیز اشاره شد، استحکام دمای بالای سوپرآلیاژهای پایه نیکل علاوه بر مورفولوژی رسوبات γ' ، به کسر حجمی آنها نیز وابسته است. در گزارشی که بر سوپرآلیاژ Udimet 500 انجام گرفت، مشاهده شد که با افزایش نرخ سرمایش از کوره تا هوا، کسر حجمی رسوبات کاهش می‌یابد. شکل زیر ارتباط بین نرخ سرمایش و کسر حجمی رسوبات را در این آلیاژ نشان می‌دهد [۱۹]. پس از عملیات انحلال، جهت رسوب فازهای رسوب سخت شونده و یا رسوب سایر فازهای مؤثر در بهبود استحکام، عملیات پیرسازی انجام می‌شود. همانند عملیات انحلال، عملیات پیرسازی نیز بنا بر آلیاژ و ترکیب شیمیایی آن انتخاب می‌شود [۱۳] و بطور کلی جهت جوانه‌زنی و رشد رسوبات γ' استفاده می‌شود [۲۰].

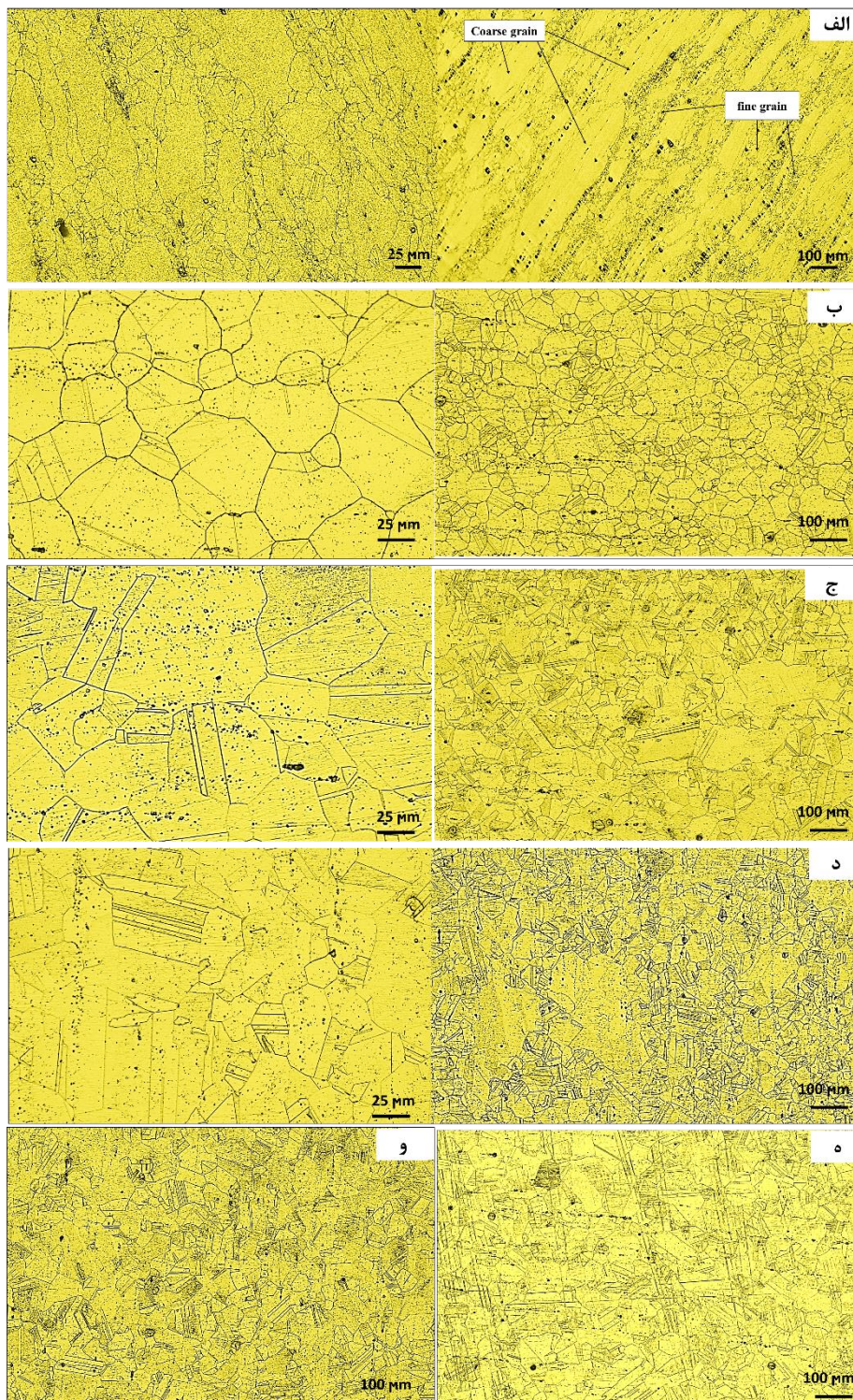
به دلیل اهمیت نرخ سرمایش در اندازه، مورفولوژی و کسر حجمی ذرات رسوبی γ' که از جمله مهم‌ترین فازهای استحکام بخش در سوپرآلیاژ X-750 به شمار می‌آید و همچنین به دلیل تحقیقات کمی که بر این موضوع در سوپرآلیاژ مورد پژوهش انجام شده است، هدف از این پژوهش، تاثیر محیط و در واقع نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال و تاثیر آن بر ریزساختار سوپرآلیاژ X-750 است.

۲- مواد و روش تحقیق

از سوپرآلیاژ پایه نیکل X-750 با ترکیب شیمیایی مندرج در جدول (۱) استفاده شده است که توسط دستگاه کوانتومتری به ست آمده است. این ترکیب به طور کامل مطابق با ترکیب شیمیایی استاندارد این آلیاژ است. نمونه‌ها با ابعاد $10 \times 10 \times 1/5$ میلی‌متر برش داده شدند. به منظور یکنواخت‌سازی ریزساختار ابتدا عملیات انحلال و سپس جهت ایجاد فازهای γ' عملیات پیرسازی بر روی نمونه‌ها انجام شد. جهت انجام سیکل عملیات حرارتی، ابتدا نمونه‌ها به مدت ۲ ساعت تحت دمای 1155°C قرار گرفتند و سپس در پنج محیط کوره، هوا، روغن، آب و آب نمک که به ترتیب با علامت اختصاری FC، AC، WQ، OC و BQ در شکل (۲) نشان داده شده‌اند، با نرخ سرمایش متفاوت سرد شده و پس از آن به مدت

جدول ۱- ترکیب شیمیایی اینکونل ۷۵۰X استاندارد و آلیاژ استفاده شده در تحقیق.

Mg	Sn	C	V	Mo	Cu	Co	Mn	Si	Nb	Al	Ti	Fe	Cr	Ni	عنصر
0.001	0.001	0.074	0.055	0.082	0.208	0.223	0.145	0.711	0.910	0.811	2.355	7.400	14.780	72.780	درصد وزنی در این تحقیق
—	—	max	—	—	Max	Max 1	Max	max	0.7 –	0.4 - 1	2.25 –	5-9	14-17	min 70	درصد وزنی استاندارد
		0.08			0.5		1	0.5	1.2		2.75				



شکل ۳- تصاویر میکروسکپ نوری از ریزساختار اینکونل: (الف) بدون اعمال عملیات حرارتی، تحت عملیات انحلال در ب) ۱۱۵۵ °C، 2h، سرد شده در کوره، (ج) ۱۱۵۵ °C، 2 h، سرد شده در هوا، (د) ۱۱۵۵ °C، 2 h، سرد شده در روغن، (ه) ۱۱۵۵ °C، 2 h، سرد شده در آب، و (و) ۱۱۵۵ °C، 2 h، سرد شده در آب نمک.

پیرسازی $5 \pm 845^\circ\text{C}$ را می‌توان به عنوان دمایی از پیرسازی تعریف کرد که در تمامی شرایط سرمایش، شرایط مناسب برای ایجاد ذرات γ را دارا است. بعبارتی به نظر می‌رسد که جوانه‌زنی ذرات رسوبی γ اولیه تحت تاثیر نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال نبوده و تنها تابع انرژی آزاد شیمیایی و انرژی مرزدانه که شامل انرژی سطحی و انرژی الاستیک است و در تمامی حالت‌های سرمایش، شرایط ترمودینامیکی و سینتیکی جوانه‌زنی فراهم بوده و جوانه‌زنی ذرات رسوبی γ اتفاق می‌افتد [۱۶]. البته مورفولوژی و اندازه این ذرات تحت شرایط مختلف، متفاوت است و اندازه ذرات γ در دمای پیرسازی به سرعت سرمایش پس از عملیات انحلال بستگی دارد. به طوری که با افزایش نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال مورفولوژی ذرات از حالت مکعبی خارج شده و به سمت کروی متمایل می‌شود.

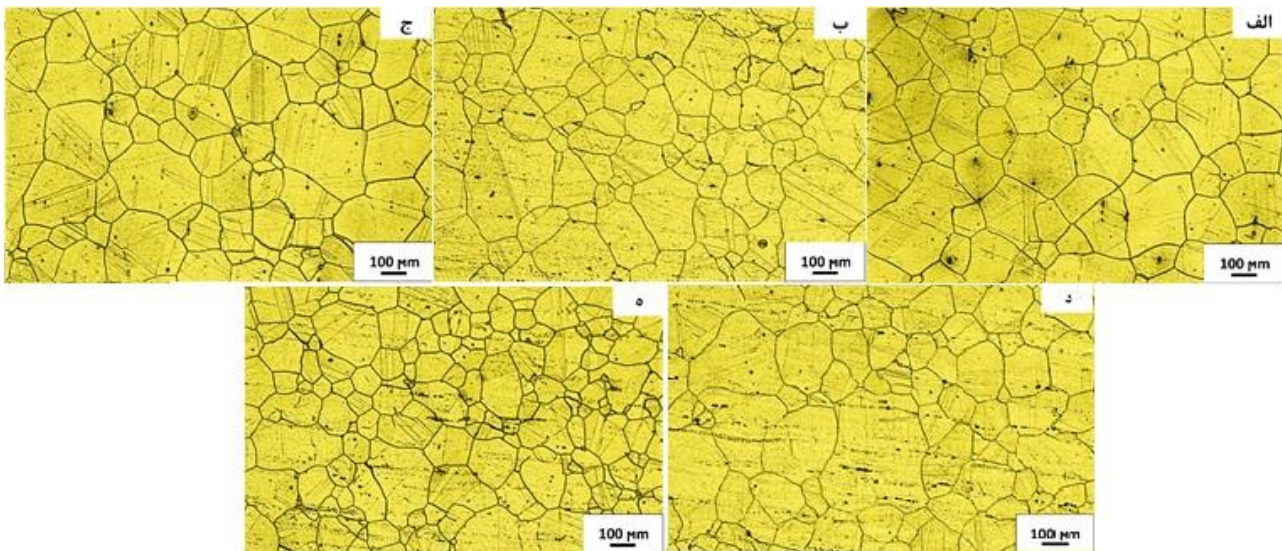
همچنین با توجه به تصاویر علاوه بر گاما پرایم اولیه، گاما پرایم ثانویه نیز مشاهده می‌شود. تعدادی از فازهای گاما پرایم ابتدا در حین سرد کردن از عملیات انحلال جوانه‌زنی کرده و در حین سرد کردن پس از عملیات پیرسازی رشد کرده‌اند. کاهش نرخ سرمایش سبب کاهش درجه فوق اشباع و افزایش انرژی کوهیرنسی بین رسوبات γ و γ' می‌شود. در واقع هر دو پدیده سبب افزایش شعاع جوانه‌ی بحرانی شده که در نتیجه جوانه‌زنی رسوبات γ' از زمینه‌ی γ با جوانه‌های بحرانی با شعاع بزرگ‌تر را ممکن می‌سازد. بنابراین، زمانیکه نرخ سرمایش از دمای انحلال پایین است، سد انرژی جوانه‌زنی بالا است، پس عناصر مورد نیاز برای تشکیل ذرات جدید γ' به ذرات اولیه‌ی γ نفوذ کرده و سبب رشد آنها می‌شوند و بدین ترتیب در نرخ‌های سرمایش پایین، اندازه ذرات رسوبی γ' بزرگ‌تر از نرخ سرمایش‌های بالاست [۱۷]. بنابراین سرعت سرمایش پس از عملیات انحلال به علت موثر بودن در میزان جوانه‌زنی و رشد فازهای رسوبی، نقش بسزایی در اندازه و مورفولوژی فاز رسوبی γ' دارد. همانطور که در شکل (۴) مشاهده می‌شود، اعمال شرایط متفاوت سرمایش پس از عملیات انحلال سبب شد تا علیرغم دمای و زمان ثابت عملیات انحلال و پیرسازی، ذرات رسوبی γ' با درصد و اندازه ذرات متفاوتی ایجاد شوند. برای بیان این موضوع از نرم‌افزار Anix MP جهت تعیین کسر درصد ذرات رسوبی و همچنین از نرم افزار MIP جهت تعیین اندازه ذرات استفاده شد. همانطور که در نمودار شکل (۷) مشاهده می‌شود، زمانیکه نمونه پس از عملیات انحلال در کوره با نرخ سرمایش بسیار پایین سرد می‌شود، میانگین اندازه ذرات رسوبی γ' $8 \pm 126/5$ بوده است و با افزایش نرخ سرمایش، اندازه آنها به 8 ± 30 کاهش می‌یابد.

مطابق تصاویر (۳-ب) الی (۳-و) مشاهده شد که با افزایش دما شرایط برای رشد دانه‌ها فراهم بوده و دانه‌بندی درشت‌تری در مقایسه با ریزساختار آلیاژ اولیه حاصل گردید. میانگین اندازه دانه‌های طی سرمایش در این پنج محیط، اختلاف قابل ملاحظه‌ای با یکدیگر نداشته و اندازه آنها 7 ± 75 میکرومتر حاصل شد. به عبارتی می‌توان چنین بیان کرد که تغییر در محیط سرمایش پس از عملیات انحلال نمی‌تواند تغییر قابل ملاحظه‌ای در اندازه دانه‌ها ایجاد کند و تنها دمای عملیات انحلال در رشد و اندازه دانه‌ها موثر است. البته به نظر می‌رسد زمانیکه نمونه پس از عملیات انحلال در کوره با نرخ سرمایش بسیار کم سرد می‌شود، به دلیل اینکه مدت زمان بیشتری را در مقایسه با سایر محیط‌های سرمایش در دمای بالا بوده، شرایط و زمان بیشتری جهت رشد و ایجاد دانه‌بندی هم محورتر در مقایسه با سایرین داشته است.

پس از عملیات انحلال به مدت ۲ ساعت در دمای ثابت $5 \pm 1155^\circ\text{C}$ و سرمایش در محیط‌های متفاوت، عملیات پیرسازی در دمای ثابت $5 \pm 845^\circ\text{C}$ بر هر یک از نمونه‌ها اعمال شد. تصاویر ارائه شده در شکل (۴) ریزساختار این نمونه‌ها را نشان می‌دهد. همانطور که در این تصاویر مشاهده می‌شود، ریزساختار نمونه‌ها بعد از عملیات پیرسازی در دماهای مختلف به مدت ۲۴ ساعت دارای ساختار دوگانه (به عبارتی دانه‌های ریز و دانه‌های درشت) ولی دانه‌های هم محور است. تعدادی فازهای رسوبی بصورت ذرات سیاه رنگ در زمینه نمونه‌های پیرسازی شده مشاهده می‌شود.

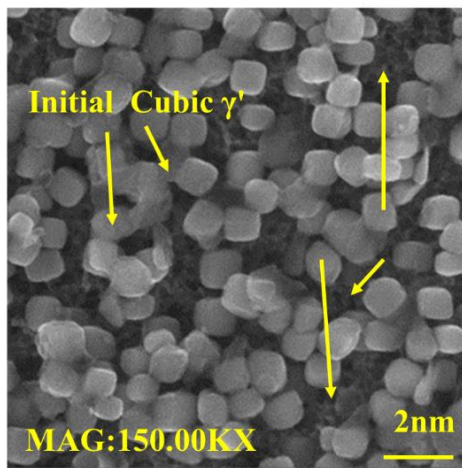
با توجه به اهمیت اندازه دانه و مورفولوژی ذرات رسوبی γ' بر خواص مطلوب سوپرآلیاژها، کنترل آن‌ها امری ضروری است. با اعمال دمای عملیات پیرسازی کم، ذرات رسوبی γ' قابلیت رسوب کردن را نداشته و سوپرآلیاژ فاقد این ذرات می‌شود. سوپرآلیاژ X-750 دارای زمینه‌ای با انرژی نقص چیدمان کم، کاربیده‌های فلزی متنوع و مقادیر کافی از عناصر Ti و Al است (مطابق جدول ۱) که شرایط لازم جهت ایجاد فازهای رسوبی استحکام دهنده بین فلزی $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ با ساختاری منظم را فراهم می‌کنند. البته کسر حجمی فازهای γ' در این سوپرآلیاژ کم است. با اعمال شرایط سرمایش متفاوت پس از عملیات انحلال از دمای $5 \pm 1155^\circ\text{C}$ و اعمال دمای $5 \pm 845^\circ\text{C}$ برای عملیات پیرسازی شرایط لازم جهت ایجاد ذرات رسوبی γ' با مورفولوژی و ابعاد متفاوت فراهم گشت که در ادامه به بررسی آن پرداخته می‌شود.

شکل (۵) تصاویر ریزساختار اینکونل X-750 تحت سیکل‌های متفاوت عملیات حرارتی را نشان می‌دهد. با توجه به شکل دمای

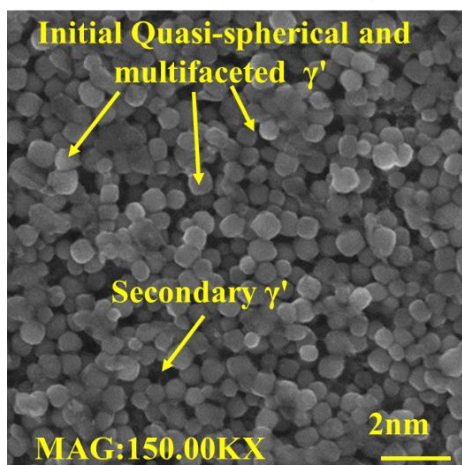


شکل ۴- تصاویر نوری از ریزساختار سوپرآلیاژ X-750 پیرشده در دمای ۸۴۵ °C به مدت ۲۴ ساعت بعد از عملیات انحلال در شرایط مختلف: الف) FC-۸۴۵، ب) AC-۸۴۵، ج) OQ-۸۴۵، د) WQ-۸۴۵ و ه) BQ-۸۴۵.

الف



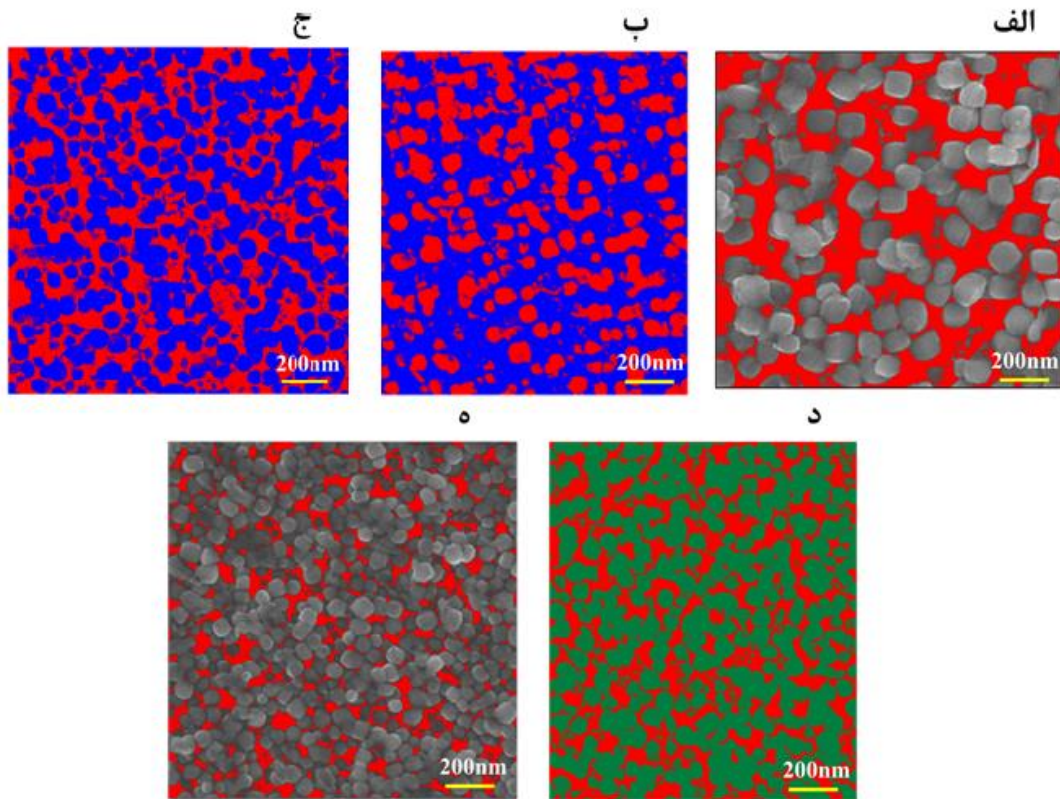
ب



شکل ۵- تصویر گرفته شده توسط میکروسکپ الکترونی روبشی از ریزساختار اینکونل X-750 سرد شده در شرایط الف) FC-1، ب) BQ-5 پس از عملیات انحلال و پیرسازی شده در دمای ۸۴۵ ± ۵ °C.

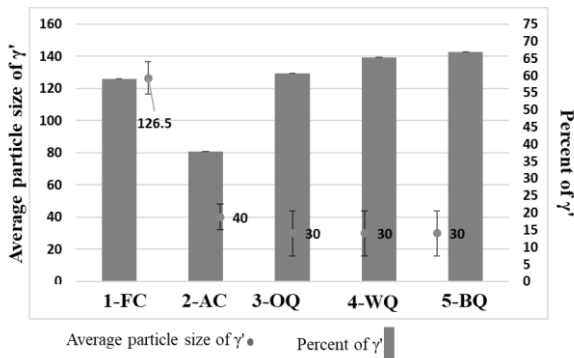
با توجه به شکل (۶) که توسط نرم‌افزار Anix MP تهیه شد، مشاهده شد که در نرخ‌های سرمایش پایین، درصد ذرات γ' اولیه کمتر است و با افزایش نرخ سرمایش، میزان آن‌ها افزایش می‌یابد. در واقع به دلیل افزایش انرژی کوهرنسی و درجه فوق اشباع که در اثر افزایش نرخ سرمایش اتفاق می‌افتد، شعاع بحرانی جوانه‌های ایجاد شده کاهش می‌یابد و به تبع آن، تعداد فازهای γ' جوانه‌زده شده و درصد آنها افزایش می‌یابد. به دلیل اختلاف کمی که میان نرخ سرمایش محیط‌های روغن، آب و آب نمک وجود دارد، مقایسه درصد ذرات رسوبی ایجاد شده در این سه محیط کاری دشوار است. اما در مقایسه‌ی عملیات سرمایش در دو محیط کوره و هوا می‌توان گفت در هر دو محیط سرعت سرمایش کند بوده و امکان جوانه‌زنی ذرات γ' در هر دو محیط به راحتی مهیا است، اما به دلیل سرعت سرمایش بسیار پایینی که در محیط کوره در مقایسه با محیط هوا وجود دارد، ذرات γ' پس از سرد شدن در محیط کوره به یکدیگر ملحق گشته و درشت می‌شوند اما تعداد ذرات جوانه زده شده در محیط کوره در مقایسه با محیط سرمایش هوا بسیار کمتر است.

شکل (۸) تغییرات سختی نمونه‌ها را بر حسب سیکل‌های عملیات حرارتی نشان می‌دهد. با توجه به شکل روند کلی تغییرات سختی نسبت به سیکل عملیات حرارتی و متغیر محیط سرمایش پس از عملیات انحلال به نظر می‌رسد که در ابتدا با افزایش نرخ سرمایش از محیط کوره به هوا، سختی به میزان HV ۷۵ افزایش یافت. اما با افزایش بیشتر نرخ سرمایش افت مقدار سختی از محیط سرمایش هوا مشاهده شد.

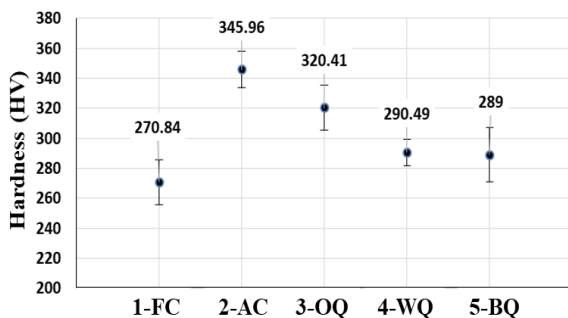


شکل ۶- تصویر گرفته شده توسط نرم افزار Anix MP از ریزساختار اینکونل X-750 تحت سیکل عملیات حرارتی: الف (1-FC، ب) 2-AC، ج) 3-OQ، د) 4-WQ و ه) 5-BQ پس از عملیات انحلال و پیرسازی شده در دمای $845 \pm 5^\circ C$.

ذرات رسوبی گاما پرایم که به تبع آن منجر به کاهش فاصله بین آن‌ها می‌گردد؛ سبب افزایش سختی می‌شود.



شکل ۷- تغییرات کسر حجمی و اندازه ذرات گاما پرایم ثانویه برحسب سیکل‌های متفاوت عملیات حرارتی.



شکل ۸- منحنی سختی برحسب سیکل‌های متفاوت عملیات حرارتی.

البته ذکر این نکته حائز اهمیت است که سختی حاصل شده از آلیاژهای تحت سرمایش بالا پس از عملیات انحلال (محیط روغن، آب و آب نمک) سختی بیشتری نسبت به شرایط سرمایش کوره را داشته و افت ذکر شده در مقایسه با محیط هوا مطرح می‌شود. در واقع می‌توان چنین بیان کرد که بیشترین سختی متعلق به محیط سرمایش هوا و کمترین سختی متعلق به محیط کوره است. رابطه هال - پیچ بیان می‌کند هر دو عامل اندازه دانه و کسر حجمی که به تبع آن بحث فاصله بین ذرات مطرح می‌شود، از عوامل موثر در سختی هستند. بطوریکه هرچه اندازه ذرات رسوبی γ' بیشتر باشد، سختی کاهش می‌یابد. همچنین بیان می‌شود که با کاهش کسر حجمی، سختی کاهش می‌یابد. البته مشاهده می‌شود که با تغییر شرایط سیکل عملیات حرارتی از 1-FC به 2-AC و افت درصد ذرات رسوبی γ' به میزان ۲۹٪، سختی نه تنها کاهش نیافت؛ بلکه به میزان ۷۵ HV افزایش یافت که احتمالاً علت این افزایش، حضور ذرات گاما پرایم ثانویه است که نقش مهمی در سختی و استحکام قطعه ایفا می‌کند. در ادامه با افزایش نرخ سرمایش پس از انحلال و افزایش درصد ذرات رسوبی γ' ، سختی نسبت به سیکل عملیات حرارتی 1-FC افزایش می‌یابد. بنابراین نتیجه می‌شود که هر دو عامل کاهش اندازه ذرات رسوبی γ' (طبق رابطه هال - پیچ) و افزایش کسر حجمی

- [4] Marsh C., Kaoumi D., Tensile behavior of Inconel X750 sheets: effect of heat treatment, Transactions of the American Nuclear Society, 2016, 115.
- [5] Ballinger R., Elliott C., Hwang I., Prybylowski J., The effect of thermal treatment on the fracture properties of alloy X-750 in aqueous environments, Electric Power Research Institute, 1993.
- [6] Floreen S., Microstructural and environmental effects during creep crack growth in a superalloy, Elastic-Plastic Fracture: Second Symposium, Volume I -Inelastic Crack Analysis, 1983.
- [7] Sabol G., Stickler R., Microstructure of Nickel-Based Superalloys, Physica Status Solidi (b), 1969, 35, 11-52.
- [8] Raymond E., Effect of grain boundary denudary denudation of gamma prime on notch-rupture ductility of Inconel nickel-chromium alloys X-750 and 718, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineering, Materials Society Transactions, 1967, 239, 1415-1422.
- [9] Donachie M.J., Donachie S.J., Superalloys: a technical guide: ASM international, 2002.
- [10] Miller M., Burk M. An APFIM/AEM characterization of alloy X750, Applied Surface Science, 1993, 67, 292-298.
- [11] Mills W., The deformation and fracture characteristics of Inconel X-750 at room temperature and elevated temperatures, Metallurgical Transactions A, 1980, vol. 11, 1039-1047.
- [12] Sinha A.K., Moore J.J., Study of precipitation and growth of γ' and dislocation structure in Inconel X-750, Metallography, 1986, 19, 75-86.
- [13] Frank R., Selection of Age-Hardenable Superalloys, Carpenter Technology, 2005.
- [14] Kekkonen T., Hänninen H., The effect of heat treatment on the microstructure and corrosion resistance of Inconel X-750 alloy, Corrosion Science, 1985, vol. 25, 789-803.
- [15] Blum F., Benson J., Stander C., The effect of cooling rate on the γ' size in single crystal nickel-base superalloys, Journal of Materials Science Letters, 1994, 13, 1213-1214.
- [16] Mishra B., Sinha A. K., Moore J. J., Effect of Single Aging on Microstructure and Impact Property of INCONEL X-750, Metallurgical Transaction: A, 1985, 16, 821-829.
- [17] Mao J., Chang K.M., Yang W., Furrer D.U., Ray K., Vaze S. P., Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT, Materials Science and Engineering: A, 2002, 332, 318-329.
- [18] Arabi H., Rastegari S., Mirhosseini M., Sadeghi B., Effect of cooling rates from partial solution temperature and aging on γ' precipitation in IN792 superalloy, Materials Science and Technology, 2013, 29, 1513-1517.
- [19] Sajjadi S. A., Elahifar H., Farhangi H., Effects of cooling rate on the microstructure and mechanical properties of the Ni-base superalloy UDIMET 500, Journal of Alloys and Compounds, 2008, 455, 215-220.
- [20] Porter D.A., Easterling K.E., Sherif M., Phase Transformations in Metals and Alloys, (Revised Reprint): CRC Press, 2009.

۴- نتیجه گیری

- ۱- با افزایش دما و اعمال عملیات انحلال، شرایط برای رشد دانه‌ها فراهم بوده و دانه‌بندی درشت‌تری در مقایسه با ریزساختار آلیاژ اولیه حاصل شد.
- ۲- میانگین اندازه دانه‌ها طی سرمایش در پنج محیط، اختلاف قابل ملاحظه‌ای با یکدیگر نداشته و اندازه آنها 7 ± 75 میکرومتر حاصل شد و تنها دمای عملیات انحلال در رشد و اندازه دانه‌ها موثر است.
- ۳- جوانه‌زنی ذرات رسوبی γ' اولیه تحت تاثیر نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال نبوده و تنها تابع انرژی آزاد شیمیایی و انرژی مرز دانه که شامل انرژی سطحی و انرژی الاستیک است و ریزساختار حاصل شده از اینکونل X-750 در نرخ‌های سرمایش متفاوت شامل ذرات رسوبی γ' است.
- ۴- اندازه قطر، کسر حجمی و مورفولوژی ذرات γ' ایجاد شده وابسته به محیط و نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال است. بطوریکه با افزایش نرخ سرمایش، اندازه ذرات کاهش یافت و مورفولوژی رسوبات γ' از مکعبی به کروی متمایل شد.
- ۵- با افزایش نرخ سرمایش از محیط کوره به هوا، درصد ذرات γ' اولیه کاهش و سختی افزایش یافت و سپس با بیشتر شدن نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال، درصد ذرات رسوبی افزایش یافت. افت ایجاد شده در درصد ذرات رسوبی گامپرایم اولیه و افزایش سختی به دلیل جوانه‌زنی و رشد ذرات γ' ثانویه است.
- ۶- بیشترین سختی از سیکل عملیات حرارتی ۲ حاصل شد که گویای اهمیت γ' ثانویه در سختی و استحکام است.

مراجع

- [1] Zhang H.K., Yao Z., Judge C., Griffiths M., Microstructural evolution of CANDU spacer material Inconel X-750 under in situ ion irradiation, Journal of Nuclear Materials, 2013, 443, 49-58.
- [2] Zhang H.K., Yao Z., Morin G., Griffiths M., TEM characterization of in-reactor neutron irradiated CANDU spacer material Inconel X-750, Journal of Nuclear Materials, 2014, 451, 88-96.
- [3] Mishra B., Moore J., Inconel X-750: Selection of heat treatment for PWR applications, Scripta Metallurgica, 1987, 21, 1179-1184.



IRANIAN FOUNDRYMEN'S
SOCIETY

Founding Research Journal

Research Paper:

Effects of Solution Cooling Rate on Microstructure and Hardness of X-750 Superalloy

Mahya Shamsian Jeze¹, Hossein Arabi², Seyed Mohammad Ali Boutorabi^{*2}

1. M.Sc. Student, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology

2. Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology

* Corresponding Author: boutorabi@iust.ac.ir

Paper history:

Received: 28 September 2019

Accepted: 09 November 2020

Keywords:

Inconel X-750, Superalloy
heat treatment,
Particle size of γ' - γ'
Morphology,
Cooling rate after solution
treatment.

Abstract

X-750 Superalloy is a precipitation hardened nickel-chromium alloy that maintains its corrosion and oxidation resistance up to 704 °C. Although with increasing temperatures up to 704 °C most of the effects of hard deposition are eliminated, the heat treatment components have a good strength up to 982 °C. For this reason, it is important to apply heat treatment to stabilize the precipitation phases in the X-750 superalloy. The purpose of this study was to investigate the effect of cooling rate on the microstructure and changes in the morphology and size of the particles size of γ' in the X-750 superalloy as well as the relationship between microstructure and hardness. For this purpose, during two-step heat treatment of solution and aging treatment to obtain optimum γ' particle size, different cooling rates after solution treatment were taken and visual analyzes were performed on the obtained microstructures. The results showed that nucleation of secondary γ' particles occurred after cooling rate after solution but their growth was dependent on the aging temperature. The formation of secondary γ' is also dependent on the cooling environment after dissolution and with increasing cooling rate, the amount of secondary γ' depositional particles decreases. Also, with increasing cooling rate after solution treatment, the average size of initial γ' particles decreased from 126.5 to 30 nm and their percentage increased from 59 to 66.91. The highest hardness belongs to the 2-AC heat treatment cycle, which has the highest amount of γ' particles.

[Please cite this article using:](#)

Mahya Shamsian Jeze, Hossein Arabi, Seyed Mohammad Ali Boutorabi, Effects of Solution Cooling Rate on Microstructure and Hardness of X-750 Superalloy, in Persian, Founding Research Journal, 2020, 4(3) 145-153.

DOI: 10.22034/frj.2020.203182.1101

Journal homepage: www.foundingjournal.ir