



پژوهش‌نامه ریخته‌گری

مقاله پژوهشی:

بررسی اثر سرعت کشش بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111 در فرآیند انجماد جهت‌دار

پرستو فلاح^{۱*}، امیر کبریایی^۲، ناصر ورهرام^۳

۱- کارشناس ارشد، مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران

۲- دانشجوی دکتری، مهندسی مواد و متالورژی، پژوهشگاه مواد و انرژی، تهران، ایران

۳- دانشیار، دانشکده علم و مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران

* نویسنده مکاتبه کننده: parastoo.fallah@alum.sharif.edu

چکیده:

دریافت: ۱۴۰۰/۰۱/۰۶

پذیرش: ۱۴۰۰/۰۲/۰۹

در این تحقیق، اثر سرعت کشش در فرآیند انجماد جهت‌دار بر ساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111 مورد ارزیابی قرار گرفت. به این منظور، ابتدا نمونه‌های جهت‌دار تحت سرعت‌های کشش ۱۰ mm/min و ۱ در کوره بریجمن (مجهز به ناحیه خنک‌کننده گرافیتی) ریخته‌گری شد. سپس بررسی‌های ساختاری توسط میکروسکوپ نوری (OM) و الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) در مقاطع طولی و عرضی (نسبت به راستای انجماد) در پایین (محل شروع انجماد) و بالای (محل خاتمه انجماد) نمونه‌های انجماد جهت‌دار یافته صورت گرفت. نتایج نشان داد با افزایش سرعت کشش، اندازه منطقه پلی‌کریستال در پایین نمونه‌های جهت‌دار افزایش یافت. افزون بر این، با افزایش سرعت کشش از $R=1\text{mm/min}$ به $R=10\text{mm/min}$ ، فواصل بازوهای دندریتی اولیه و ثانویه به ترتیب از $445\ \mu\text{m}$ به $711\ \mu\text{m}$ و از $110\ \mu\text{m}$ به $604\ \mu\text{m}$ کاهش یافت. اندازه رسوبات گاماپرایم نیز با افزایش سرعت کشش از $R=1\text{mm/min}$ به $R=10\text{mm/min}$ در بالای نمونه‌ها از $468\ \mu\text{m}$ به $421\ \mu\text{m}$ و در ناحیه پایین آن‌ها از $711\ \mu\text{m}$ به $604\ \mu\text{m}$ کاهش یافت. همچنین با توجه به جهت خروج حرارت حین انجماد جهت‌دار در یک سرعت کشش ثابت، ناحیه پایین نمونه تا لحظات پایانی انجماد در معرض حرارت خروجی از ناحیه بالای آن بوده که باعث افزایش اندازه گاماپرایم ناحیه پایینی ($711\ \mu\text{m}$ در $R=1\text{mm/min}$ و $604\ \mu\text{m}$ در $R=10\text{mm/min}$) نسبت به بالای نمونه ($468\ \mu\text{m}$ در $R=1\text{mm/min}$ و $421\ \mu\text{m}$ در $R=10\text{mm/min}$) شد. بهترین ریزساختار متعلق به بالای نمونه جهت‌دار با سرعت کشش بالاتر (10mm/min) است که دارای گاماپرایم با اندازه کوچک و توزیع همگن و مورفولوژی منظم است.

واژه‌های کلیدی:

سوپرآلیاژ GTD-111، انجماد جهت‌دار، سرعت کشش، ذرات گاماپرایم.

ارجاع به این مقاله:

پرستو فلاح، امیر کبریایی، ناصر ورهرام، بررسی اثر سرعت کشش بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111 در فرآیند انجماد جهت‌دار، پژوهش‌نامه ریخته‌گری، زمستان ۱۳۹۹، جلد ۴، شماره ۴، صفحات ۲۳۷-۲۴۶.

شناسه دیجیتال: (DOI): 10.22034/FRJ.2021.278477.1134

۱- مقدمه

توزیع و کسر حجمی رسوبات گاماپرایم است [۲]. این پارامترها با طراحی آلیاژ و یا نحوه فرآیند انجماد و سپس عملیات حرارتی کنترل می‌شود. مورفولوژی گاماپرایم تحت تأثیر نرخ سرمایش حین انجماد است که از طریق بالانس بین انرژی فصل مشترک گاما-گاماپرایم و انرژی کرنشی تعیین می‌شود. رسوبات کروی و مکعبی به ترتیب در عدم انطباق شبکه $0/2-0$ و $0/5-1$ درصد تشکیل می‌شوند. این در حالی است که رسوبات ورقه‌ای در عدم انطباق شبکه بیش از $1/25$ بدست می‌آیند [۳ و ۴].

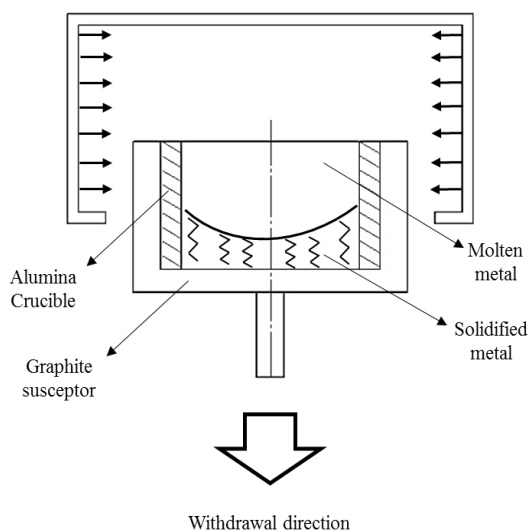
سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111 اساساً در ساخت پره توربین گازی بکار گرفته می‌شود زیرا دارای پایداری ریزساختاری عالی و مقاومت به خوردگی مناسب در دمای بالا هستند. این آلیاژ دارای ریزساختار چند فازی شامل زمینه گاما، ذرات گاماپرایم دوگانه، یوتکتیک گاما-گاماپرایم، کاربید، بوراید و فازهای مضر نظیر μ ، σ ، η و λ و لاوه است [۱]. خواص مکانیکی سوپرآلیاژهای پایه نیکل به شدت تابع پارامترهای مختلف نظیر اندازه، مورفولوژی،

به منظور دستیابی به ساختار انجمادی جهت‌دار در فرآیند بریجمن، یک گرادیان دمایی مناسب در مذاب ایجاد شده و در جهت مشخص به صورت ثابت نگه داشته می‌شود. گرادیان دمایی مثبت بمنظور جلوگیری از جوانه زنی دانه‌های جدید در دیواره و قالب و یا بطور مستقل در جلوی مذاب ایجاد می‌شود. در قسمت پایین کوره یک مانع حرارتی (Thermal Baffle) وجود دارد که سیستم حرارتی را از بخش زیرین جدا می‌کند. فرآیند انجماد جهت‌دار با کشیدن مذاب به سمت پایین (نسبت به کوره ثابت) و از انتهای محافظ آغاز می‌شود. از محافظ گرافیتی با هدف دستیابی به انتقال حرارت همگن به بوته سرامیکی و جلوگیری از پاشش مذاب به دیواره کوره استفاده شد. همچنین محافظ گرافیتی با انتهای بسته بعنوان خنک کننده نیز نقش اصلی را ایفا می‌کند. شکل ۱ شماتیک نحوه فرآیند انجماد جهت‌دار بکار گرفته شده در این پژوهش را نشان می‌دهد.

سپس نمونه‌های جهت‌دار بدست آمده در راستای طولی، نسبت به جهت انجماد به دو نیم‌استوانه برش داده شدند. یک نیم‌استوانه از هر نمونه جهت‌دار در فواصل ۱ سانتی‌متر از پایین و بالای آن در جهت عرضی (نسبت به جهت انتقال حرارت) برش داده شدند. لازم به ذکر است که در پژوهش حاضر منظور از پایین و بالای نمونه‌ها به ترتیب نواحی آغاز و پایان انجماد است.

جدول ۱- ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111

Ta	Al	W	Ti	Co	Cr	Ni	عنصر
2.17	3.31	4.32	4.49	9.32	13.84	Bal.	wt. %
Zr	V	Si	Nb	C	Fe	Mo	عنصر
0.01	0.04	0.06	0.06	0.08	0.09	1.43	wt. %



شکل ۱ - شماتیک فرآیند ریخته‌گری و انجماد جهت‌دار بکار گرفته شده.

انجماد جهت‌دار سوپرآلیاژ پایه نیکل بطور گسترده با هدف دستیابی به مقاومت خزشی بالا استفاده می‌شود زیرا مرزهای عمود بر محور رشد حذف شده و دانه‌های ستونی در خلاف جهت انتقال حرارت در نتیجه فرآیند رشد رقابتی بدست می‌آیند [۵]. بر اساس تئوری تحت تبرید ترکیبی [۶]، فاکتورهای کلیدی انجماد جهت‌دار شامل گرادیان حرارتی جلوی فصل مشترک مایع/جامد (G_L) و سرعت کشش (R) است. مطالعات متعددی [۹-۷] اثر سرعت کشش (R) یا سرعت سرمایش ($G_L \times R$) را بر ریزساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل انجماد جهت‌دار یافته یا تک کریستال بررسی کردند. نتایج این مطالعات مبتنی بر کاهش فواصل بازوهای اولیه دندریتی (PDAS)، فواصل بازوهای ثانویه دندریتی (SDAS) و همچنین کاهش اندازه گامپرایم در نتیجه افزایش سرعت کشش است. در ارتباط با سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111، تأثیر پارامترهای عملیات حرارتی بر ریزساختار و خواص مکانیکی آن در مطالعات مختلفی بررسی شده است. نمونه‌ای از نتایج این مطالعات کاهش اندازه رسوبات گامپرایم در نتیجه عملیات همگن‌سازی [۱۰ و ۱۱]، افزایش عمر خزشی در نتیجه عملیات انحلال ثانویه [۱۰ و ۱۲]، تأثیرپذیری اندازه، شکل و توزیع رسوبات گامپرایم از سرعت سرمایش پس از انحلال جزئی [۱۱ و ۱] و ... است. با این حال، مطالعه‌ای در خصوص اثر سرعت کشش بطور خاص بر ریزساختار سوپرآلیاژ GTD-111 (به خصوص در نواحی آغاز و پایان انجماد) انجام نشده است. در این پژوهش، اثر سرعت کشش بر ریزساختار سوپرآلیاژ GTD-111 جهت‌دار شده به روش بریجمن در نواحی بالا (ناحیه پایان انجماد) و پایین (ناحیه آغاز انجماد) نمونه بررسی شده است.

۲- مواد و روش تحقیق

به منظور دستیابی به نمونه‌های جهت‌دار از سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111 در فرآیند ریخته‌گری و انجماد استفاده گردید. ترکیب شیمیایی عناصر پر مقدار توسط کوانتومتری، عناصر کم مقدار به جز کربن توسط ICP و عنصر کربن توسط آنالیز کربن مطابق جدول ۱ بدست آمد که با ترکیب استاندارد این آلیاژ [۱۳] تطابق خوبی دارد. نمونه‌های جهت‌دار استوانه‌ای شکل به قطر ۱۰ میلی‌متر و طول ۴۰ میلی‌متر با استفاده از فرآیند انجماد جهت‌دار بریجمن تحت سرعت‌های کشش ۱۰ mm/min و ۱ و گرادیان دمایی $30^\circ\text{C}/\text{Cm}$ بدست آمدند. بمنظور تولید نمونه‌های جهت‌دار، ابتدا شمش پلی کریستال سوپرآلیاژ مذکور در یک بوته آلومینایی استوانه‌ای (با دو انتهای باز) و احاطه شده توسط محافظ (Susceptor) گرافیتی استوانه‌ای با انتهای بسته در کوره تک منطقه‌ای با دمای 1600°C ذوب گردید.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- ساختار دانه‌ای

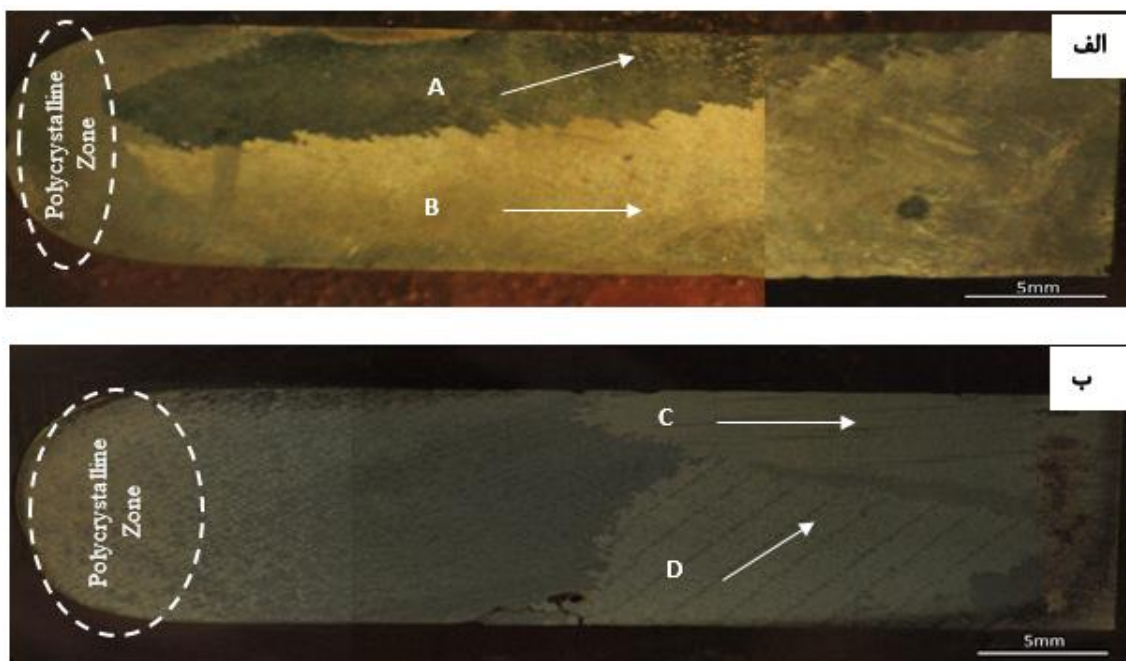
اثر سرعت کشش (10 و 1 mm/min) بر ساختار دانه‌ای سوپرآلیاژ پایه نیکل جهت‌دار GTD-111 مطابق شکل (۲) نشان داده شده است. با توجه به شکل (۲)، دانه‌های هم‌محور در پایین هر دو نمونه جهت‌دار بواسطه جوانه‌زنی ناهمگن در مجاورت محافظ گرافیتی تشکیل شده‌اند. همچنین اندازه ناحیه پلی کریستال در ابتدای نمونه جهت‌دار با افزایش سرعت کشش افزایش می‌یابد. زیرا با افزایش سرعت کشش، نرخ سرمایه‌ش مطابق با رابطه $R \times G = \dot{T}$ [۱۶] بیشتر شده (R سرعت کشش و G گرادیان دمایی و \dot{T} سرعت سرمایه‌ش) و به تبع آن تحت تبرید افزایش می‌یابد. افزایش تحت تبرید منجر به افزایش نیروی محرکه جوانه‌زنی ناهمگن و افزایش تعداد جوانه‌ها در سطح ابتدایی قالب می‌شود. در ادامه این ناحیه (منطقه پلی کریستال ابتدایی)، دانه‌های ستونی در نتیجه‌ی فرآیند رشد رقابتی در هر دو سرعت کشش تشکیل شده‌اند. از آنجا که جهت ترجیحی کریستالوگرافی در حین انجماد جهت‌دار برای آلیاژ FCC، جهت [۰۰۱] است، انتظار می‌رود جهت رشد در راستای ۰۰۱ باشد [۱۷].

بطور کلی در فرآیند انجماد جهت‌دار، دانه‌های ستونی در نتیجه‌ی رشد رقابتی دانه‌ها و فرا رشد آن‌ها به یکدیگر ایجاد خواهد شد. فرا رشد یک دانه به دانه دیگر به معنی جلوگیری از رشد آن دانه بعلاوه آرایش نامناسب دندریتهای آن نسبت به راستای انتقال حرارت است. بطور کلی فرا رشد دانه‌ها در ساختار جهت‌دار پدیده آماری است و به نحوه خروج حرارت و جهت‌گیری دندریتهای نسبت به راستای انتقال حرارت بستگی دارد.

به منظور آماده‌سازی نمونه‌های جهت‌دار، نمونه‌های طولی و عرضی تحت عملیات سنباده‌زنی (ورق‌های ساینده ۶۰۰، ۸۰۰، ۱۵۰۰ و ۲۰۰۰) و پولیش مکانیکی با خمیر الماسه ۱ و ۶ میکرومتری قرار گرفتند. سپس از محلول اچانت با ترکیب $18\text{g/L HNO}_3 + 300\text{g/L HCl} + 162\text{g/L FeCl}_3 + 110\text{mL/L H}_2\text{O}$ و همچنین محلول اچانت دیگری با ترکیب $33\text{ml CH}_3\text{COOH} + 33\text{mL HNO}_3 + 33\text{mL H}_2\text{O} + 1\text{mL HF}$ به ترتیب برای تحلیل ساختار دانه‌ای و دندریتهی استفاده شد. با هدف مشاهده رسوبات گاماپرایم، نمونه‌ها با استفاده از محلول $10\text{g Oxalic Acid} + 1000\text{mL H}_2\text{O}$ به مدت ۱۰ ثانیه تحت ولتاژ ۲/۵ ولت، اچ الکتروشیمیایی شدند.

ریزساختار نیم‌استوانه‌های جهت‌دار با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (TESCAN MIRA3) مورد بررسی قرار گرفتند. کسر حجمی و اندازه میانگین رسوبات گاماپرایم در نواحی بالا و پایین این نیم‌استوانه جهت‌دار توسط نرم افزار آنالیز تصویری کلمکس اندازه‌گیری شدند.

به منظور بررسی و تحلیل رشد دانه در جهت طولی و همچنین ساختار دندریتهی در هر دو مقطع طولی و عرضی به ترتیب از میکروسکوپ استریوگرافی (OLYMPUS-SZH10) و میکروسکوپ نوری (OLYMPUS-BX51M) استفاده شد. به علاوه، فواصل بازوهای اولیه دندریتهی (λ_1) در مقطع عرضی عمود بر جهت رشد و با استفاده از روش مثلث [۱۴] اندازه‌گیری شد. فواصل بازوهای ثانویه دندریتهی (λ_2) نیز مطابق با روش تقاطع خط [۱۵] در مقطع طولی بدست آمد.



شکل ۲- ساختار دانه‌ای نمونه‌های جهت‌دار در مقطع طولی الف) 1 mm/min و ب) 10 mm/min (جهت رشد دانه از چپ به راست)

جدول ۲- مقادیر PDAS و SDAS در نمونه‌های جهت‌دار با

سرعت کشش ۱ و ۱۰ mm/min

شاخص / سرعت	R=1mm/min	R=10mm/min
PDAS (μm)	445±9	252±12
SDAS (μm)	110±3	60±5

دانه‌ای، ساختار دندریتی به شدت تابع پارامترهای فرآیندی انجماد به خصوص گرادیان حرارتی و سرعت کشش است [۲۰]. مقادیر PDAS و SDAS در سرعت‌های رشد مختلف مطابق جدول (۲) است. تغییرات فواصل بازوهای دندریتی بدست آمده به دلایل زیر توجیه می‌شوند:

۱- اولاً با افزایش نرخ سرمایش، فواصل بازوهای اولیه و ثانویه دندریتی (با صرف نظر از وجود گرادیان حرارتی در راستای طولی نمونه) کاهش می‌یابد. PDAS تحت تأثیر انتقال حرارت در فصل مشترک مایع/جامد در حین انجماد جهت‌دار است. با افزایش سرعت سرمایش، انتقال حرارت سریعتر شده و PDAS کوچکتر خواهد شد [۲۱-۲۳]. از طرفی، با کاهش زمان نفوذ (در نتیجه‌ی سرعت سرمایش بالاتر)، SDAS ظریفتر خواهد شد [۲۲ و ۲۰].

۲- ثانیاً PDAS با افزایش فاصله از پایین نمونه جهت‌دار به واسطه کاهش گرادیان حرارتی در طول رشد رقابتی دانه‌ها، افزایش می‌یابد.

لازم به ذکر است که SDAS تابعی از نرخ انجماد موضعی است. بنابراین کاهش گرادیان حرارتی با افزایش فاصله از ناحیه خنک‌کاری منجر به افزایش زمان انجماد و SDAS بزرگتر می‌شود [۱۰ و ۲۰].

۳-۳- رسوبات گاماپرایم

ریزساختار نمونه‌های ریختگی جهت‌دار بدست آمده با سرعت کشش ۱ mm/min و ۱۰ mm/min به ترتیب در شکل‌های (۵) و (۶) نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که اندازه میانگین رسوبات گاماپرایم با افزایش سرعت کشش در ناحیه بالای نمونه‌ها و پایین آن‌ها کاهش یافته است. بر اساس تئوری کلاسیک جوانه‌زنی [۲۴]، شعاع و انرژی بحرانی جوانه‌زنی (r^* و ΔG^*) به صورت روابط (۱) و (۲) تعریف شده‌اند:

$$r^* = \frac{2 \rho_{SL}}{\Delta G_V} \quad (1)$$

$$\Delta G^* = \frac{16\pi \rho_{SL}^3}{3(\Delta G_V)^2} \quad (2)$$

در مورد دو دانه هم‌گرا و یا دو دانه واگرا نسبت به یکدیگر نمی‌توان حکم کلی در رابطه با فرا رشد آن‌ها پیش‌بینی نمود. زیرا رشد رقابتی دانه‌ها در یک مقطع طولی از یک نمونه قابل تعمیم به مقطع دیگر نیست. با این حال در تصاویر بدست آمده از مقاطع طولی نمونه‌های جهت‌دار تحت سرعت‌های کشش ۱ و ۱۰ mm/min، فرا رشد دانه‌ها به شرح زیر است:

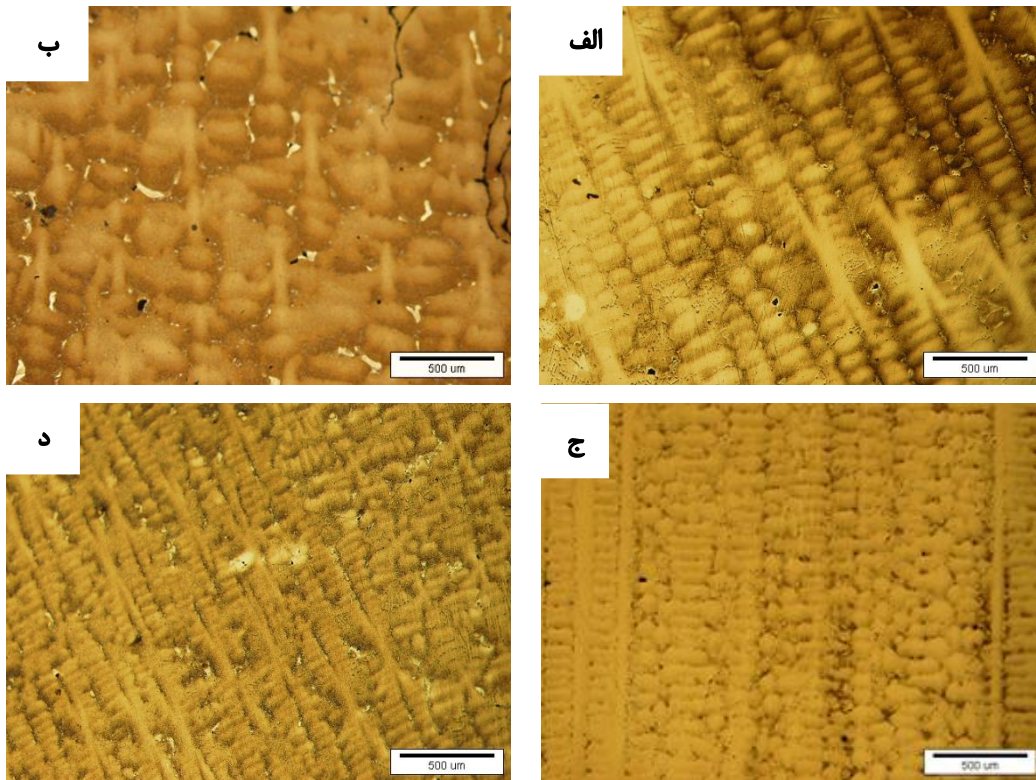
در حالت دانه‌های واگرا (شکل ۲-الف)، مطابق با مدل پذیرفته شده عمومی [۱۸] دندریتهایی که در دانه B آرایش مناسب‌تری نسبت به راستای انتقال حرارت دارند، نسبت به دانه A با آرایش دندریتی نامناسب فرارشد داشته است زیرا دندریتهای جدید از دانه B در مرز دانه توسعه می‌یابند.

در حالت دانه‌های همگرا (شکل ۲-ب)، فرا رشد دانه‌ها نسبت به یکدیگر در مقطع برش یافته مورد مطالعه مشاهده نمی‌شود. اما طبق مراجع مختلف [۱۹ و ۱۷] در حالت وجود دانه‌های همگرا، چون توسعه دندریتهای جدید در مرز دانه سخت است، انحراف مرز دانه فقط به بلوک شدن دندریتهای بستگی دارد. بلوک شدن دندریتهای با جهت‌گیری غیر مرجح در مرز دانه منجر به انحراف مرز به سمت دانه با جهت‌گیری غیر مرجح نمی‌شود. اما بلوک شدن دندریتهای با جهت‌گیری مرجح در مرز باعث حرکت مرز دانه به سمت دانه با جهت‌گیری مرجح می‌گردد. بنابراین دانه‌ای که نسبت به راستای انتقال حرارت انحراف دارد (دانه D) می‌تواند بر دانه‌ای که در راستای انتقال حرارت جهت‌گیری کرده است (دانه C)، فرا رشد داشته باشد.

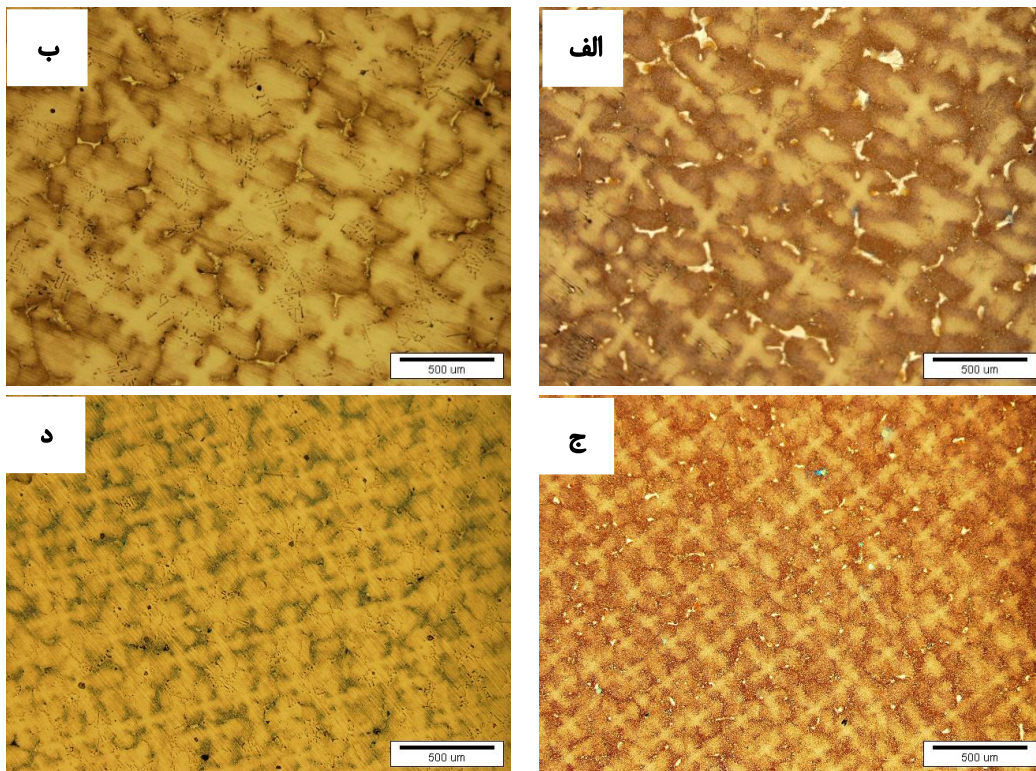
در فرآیند انجماد جهت‌دار بریچمن امکان ایجاد عیوب ساختاری وجود دارد. در شکل (۲-الف) مک انقباضی در ناحیه بالای نمونه و در لحظات پایانی انجماد تشکیل شده است. همچنین در شکل (۲-ب) در اثر تنش‌های حرارتی از طرف قالب سرامیکی، ترک در سطح خارجی نمونه مشاهده می‌گردد. همچنین با مقایسه تصاویر الف و ب در شکل (۲)، می‌توان دریافت دانسیته دانه‌ها (تعداد دانه‌های ستونی در واحد سطح) مستقل از سرعت کشش است و افزایش سرعت کشش تغییر چشم‌گیری در آن ایجاد نکرده است.

۳-۲- ساختار دندریتی

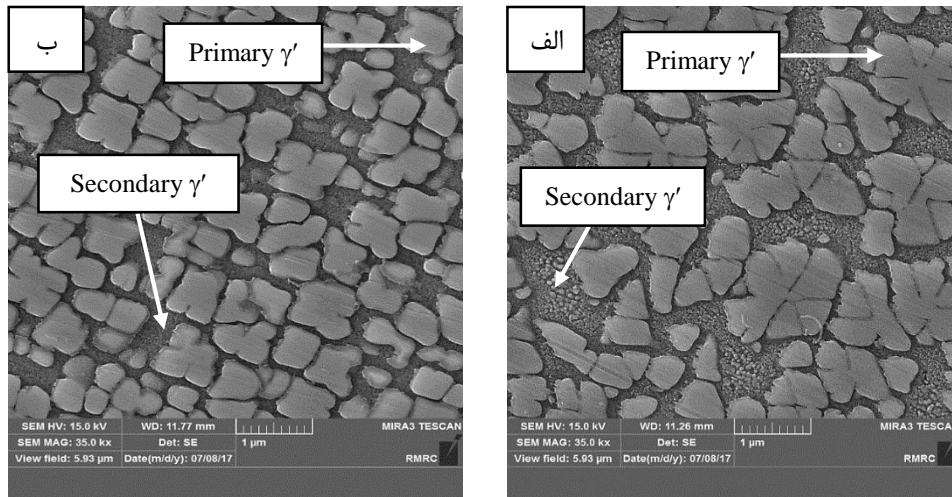
ساختار دندریتی نمونه‌های جهت‌دار در مقاطع طولی و عرضی و در نواحی بالا و پایین به ترتیب در شکل‌های (۳) و (۴) نشان داده شده است. نواحی سفید رنگ بین‌دندریتی مربوط به کاربیدهای اولیه تیتانیوم و تانتالوم است. بر خلاف ساختار



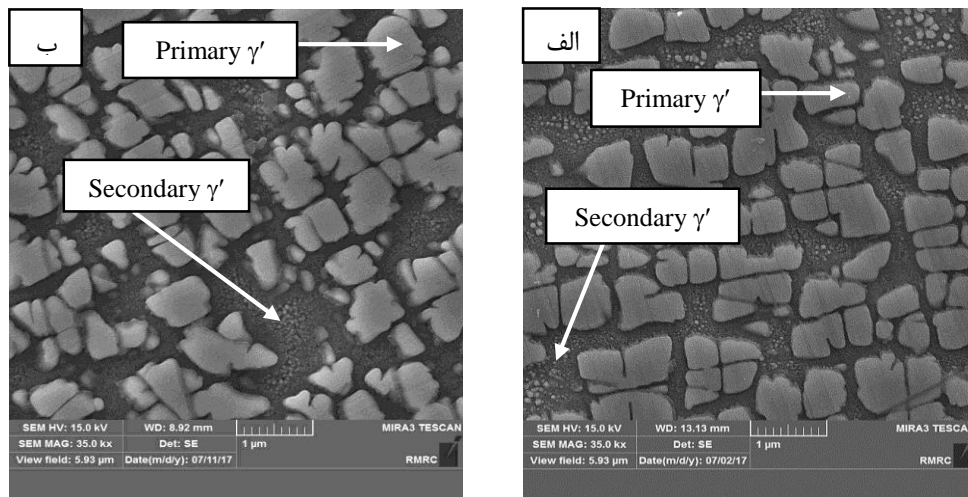
شکل ۳- ساختار دندریتی در مقطع طولی نمونه جهت دار (الف) پایین نمونه- $R=1\text{mm/min}$ ، (ب) بالای نمونه- $R=1\text{mm/min}$ ، (ج) پایین نمونه- $R=10\text{mm/min}$ و (د) بالای نمونه- $R=10\text{mm/min}$



شکل ۴- ساختار دندریتی در مقطع عرضی نمونه جهت دار: (الف) پایین نمونه- $R=1\text{mm/min}$ ، (ب) بالای نمونه- $R=1\text{mm/min}$ ، (ج) پایین نمونه- $R=10\text{mm/min}$ و (د) بالای نمونه- $R=10\text{mm/min}$



شکل ۵- تصاویر SEM نمونه جهت‌دار با سرعت کشش 1 mm/min در ناحیه (الف) پایین و (ب) بالای نمونه



شکل ۶- تصاویر SEM نمونه جهت‌دار با سرعت کشش 10 mm/min در ناحیه (الف) پایین و (ب) بالای نمونه

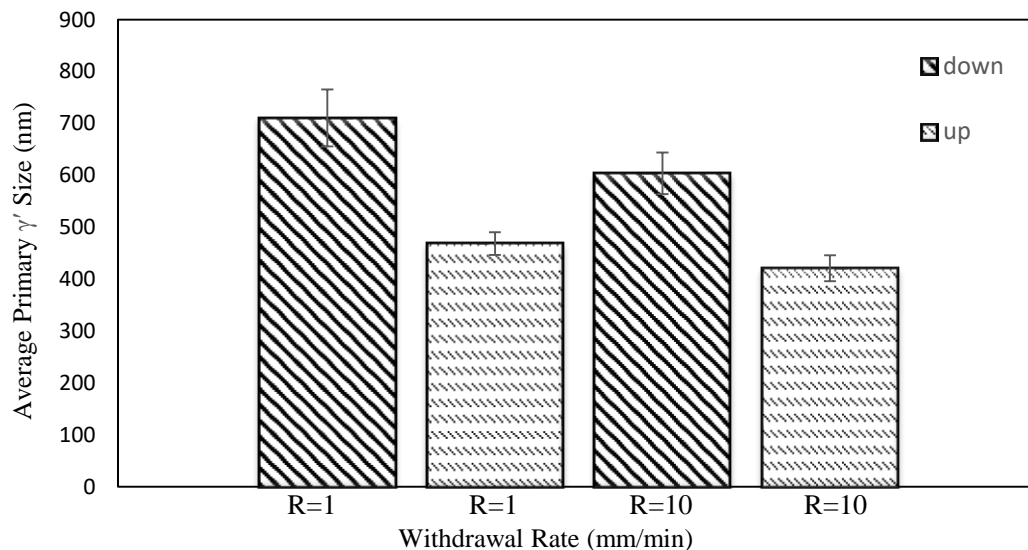
آن‌ها بواسطه مکانیزم انتقال حرارت حاکم بر فرآیند، کوچکتر است. فلاکس حرارتی از ناحیه در حال انجماد به ناحیه خنک‌کننده (انتهای بسته محافظ گرافیتی) با توجه به رابطه (۳) بدست می‌آید [۲۵]:

$$q=h(T-T_0) \quad (3)$$

در این رابطه، h ضریب انتقال حرارت، T و T_0 به ترتیب دماهای ناحیه منجمد شده و منطقه خنک‌کننده است. بر اساس فرآیند انجماد بریجمن بکار رفته در این پژوهش، انتقال حرارت تابع چندین پارامتر است. این پارامترها شامل هدایت حرارتی بین بوته آلومینایی و محافظ گرافیتی، تشعشع در فاصله هوایی بین قالب (بوته آلومینایی) و آلیاژ منجمد شده و همچنین تشعشع در ناحیه بین قالب و محفظه خلأ است.

که در این روابط PSL انرژی آزاد فصل مشترک در واحد سطح و ΔG_V انرژی آزاد حجمی در واحد حجم است. از آنجائی که ΔG_V متناسب با مادون انجماد و محلول فوق اشباع در زمینه گاما است، لذا افزایش سرعت کشش، ΔG_V بیشتر و T^* و ΔG^* کمتری را فراهم می‌آورد. بنابراین همانطور که در شکل (۷) مشاهده می‌شود، اندازه رسوبات گاماپرایم اولیه در سرعت کشش 1 mm/min کوچکتر از همان رسوبات در سرعت کشش 10 mm/min هر دو منطقه بالایی و پایینی نمونه‌ها است.

با توجه به جدول (۳) تعداد رسوبات گاماپرایم بر واحد سطح در بالای نمونه‌های جهت‌دار بیشتر از پایین نمونه‌ها است. لازم به ذکر است که کسر حجمی گاماپرایم در راستای طولی نمونه ثابت باقی مانده است. این موضوع مطابق با شکل ۸ قابل توجیه است. با توجه به این شکل می‌توان نتیجه گرفت اندازه میانگین رسوبات گاماپرایم در ناحیه بالای نمونه‌های جهت‌دار در مقایسه با پایین



شکل ۷- نمودار اندازه میانگین رسوبات گاما پرایم در بالا و پایین نمونه‌های جهت‌دار بر حسب سرعت کشش

جدول ۳- تعداد رسوبات گاما پرایم بر واحد سطح و کسر حجمی رسوبات گاما پرایم در نواحی مختلف نمونه جهت‌دار با سرعت کشش ۱ mm/min و ۱۰ mm/min

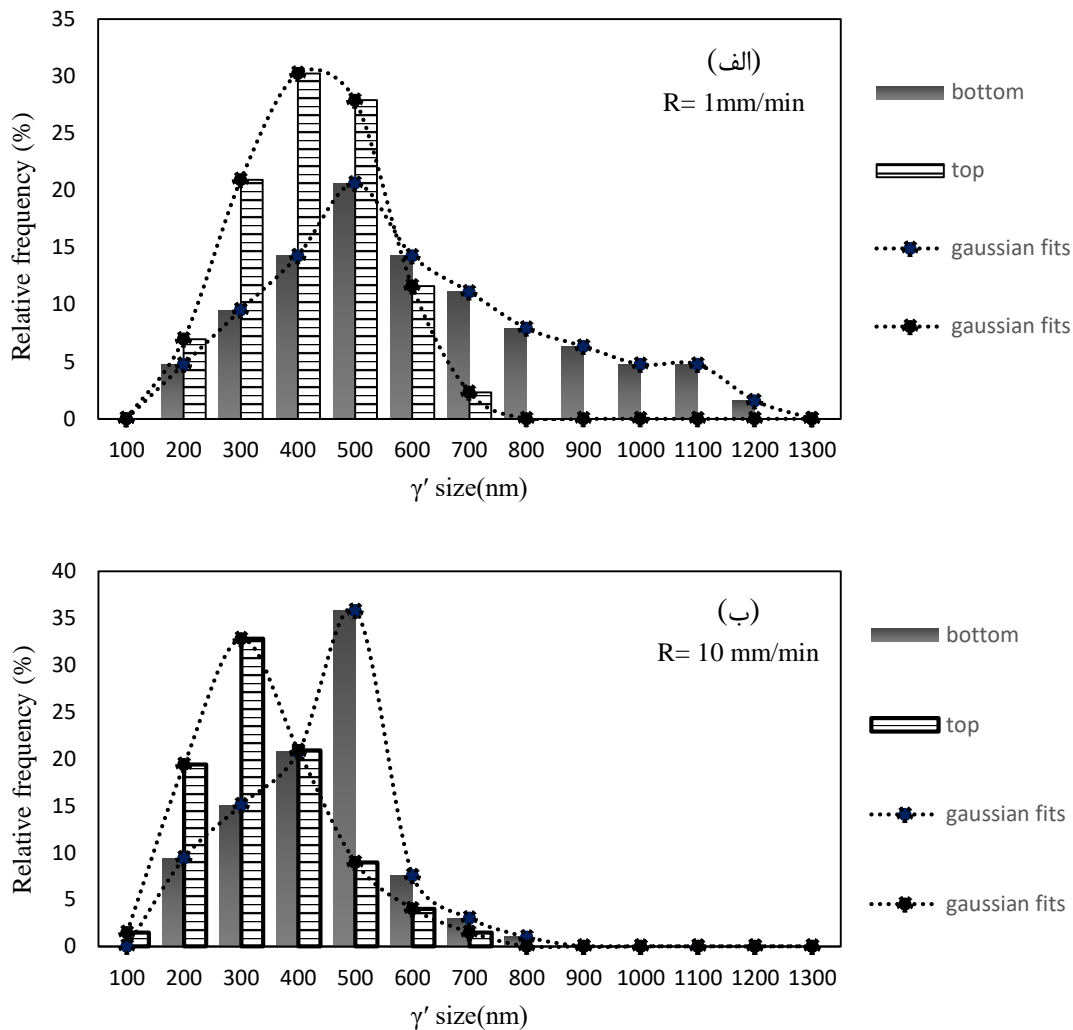
سرعت کشش (mm/min)	موقعیت در نمونه	تعداد رسوبات گاما پرایم بر واحد سطح (μm^2)	کسر حجمی رسوبات گاما پرایم (%)
۱	پایین	2±0.35	64.8±1.2
۱	بالا	2.85±0.2	65.8±0.7
۱۰	پایین	3.12±0.12	56.8±1.8
۱۰	بالا	3.56±0.1	57.3±1

افزایش فوق اشباع زمینه، رسوبات کروی ناپایدار شده و رشد کرده به طوری که یک سری برآمدگی روی آن‌ها ایجاد می‌شود. درجه فوق‌اشباع زمینه تنها مکانیزم حاکم بر ناپایداری مورفولوژیکی در حین سرد شدن در اغلب سوپرآلیاژها نیست. چگالی جوانه‌زنی کم و نفوذپذیری کافی بین رسوبات و زمینه فاکتورهای لازم دیگر جهت رشد نامنظم در سوپرآلیاژهای پایه نیکل است. بنابراین مورفولوژی پروانه‌ای صرف نظر از سرعت کشش، غالباً در ناحیه پایین نمونه‌های جهت‌دار (شکل‌های ۵-الف و ۶-الف) مشاهده می‌شود که دارای سرعت سرمایش پایین تری نسبت به ناحیه بالایی است.

فرکانس نسبی اندازه‌های رسوبات گاما پرایم نیز در شکل (۸) نشان داده شده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، توزیع اندازه گاما پرایم اولیه در نمونه‌های جهت‌دار به خصوص در نواحی پایین نمونه‌ها همگن نیست. به عنوان نمونه، اندازه رسوبات گاما پرایم در سرعت کشش R=۱ mm/min در بازه ۱۲۰۰-۲۰۰ نانومتر بوده در حالی که این مقدار در نرخ رشد R=۱۰ mm/min در بازه ۸۰۰-۱۰۰ نانومتر است. دلیل این موضوع را می‌توان این‌گونه توجیه کرد که در زمان ابتدایی انجماد، جوانه‌های اندکی در دمای

مطابق با رابطه (۳) بکارگیری محافظ گرافیتی با ضریب انتقال حرارت کمتر (نسبت به ورق مسی آبرگرد که در بسیاری از مقالات از آن به عنوان ناحیه خنک کننده استفاده کرده‌است)، منجر به فلاکس حرارتی کمتر خواهد شد. همچنین ناحیه پایین نمونه‌های جهت‌دار به واسطه خروج حرارت ناشی از انجماد نواحی بالای نمونه‌ها، مدت زمان بیشتری تحت دمای بالا قرار می‌گیرند. بنابراین رسوبات گاما پرایم در این نواحی، فرصت بیشتری برای رشد داشته و نسبت به رسوبات گاما پرایم در بالای نمونه‌ها دارای اندازه بزرگتری است.

مورفولوژی رسوبات گاما پرایم در نواحی بالا و پایین نمونه‌های جهت‌دار دارای شکل نامنظم است و بخصوص در نمونه با سرعت کشش ۱ mm/min دارای مورفولوژی پروانه‌ای (مطابق شکل‌های ۵ و ۶) است. این موضوع در منابع مختلفی [۲۶ و ۲۷] نیز تأیید شده است. در توضیح علت ایجاد مورفولوژی پروانه‌ای می‌توان گفت که رسوبات در اندازه‌های کمتر از یک مقدار بحرانی پایدار و در بزرگتر از این مقدار بحرانی ناپایدار می‌شوند. در حین سرد شدن آهسته در ابتدا رسوبات به واسطه فوق اشباع کم زمینه به شکل تقریباً کروی جوانه زنی می‌کنند. اما با کاهش بیشتر دما و



شکل ۸- توزیع اندازه ذرات گاما پرایم اولیه در بالا و پایین نمونه جهت دار الف) $R=1\text{ mm/min}$ و ب) $R=10\text{ mm/min}$

۱- سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111 انجماد جهت دار یافته اساساً شامل دانه‌های پلی کریستال در ناحیه ابتدایی (محل آغاز انجماد) نمونه است. اندازه این ناحیه با افزایش سرعت کشش، بزرگتر می‌شود. در ادامه ناحیه پلی کریستال، دانه‌های ستونی در خلاف جهت انتقال حرارت شکل می‌گیرند که دانسیته این دانه‌ها (تعداد دانه در واحد سطح) وابسته به سرعت کشش نیست.

۲- فواصل بازوهای اولیه و ثانویه دندریتی با افزایش سرعت کشش از $R=1\text{ mm/min}$ به $R=10\text{ mm/min}$ به ترتیب از $445\text{ }\mu\text{m}$ به $252\text{ }\mu\text{m}$ و از $110\text{ }\mu\text{m}$ به $60\text{ }\mu\text{m}$ کاهش می‌یابد. همچنین PDAS و SDAS در بالای نمونه جهت دار نسبت به پایین آن در یک سرعت کشش ثابت، بواسطه کاهش سرعت سرمایش ناشی از رشد رقابتی دانه‌ها بزرگتر است.

۳- اندازه میانگین گاما پرایم اولیه با افزایش سرعت کشش از $R=1\text{ mm/min}$ به $R=10\text{ mm/min}$ در بالای نمونه‌ها از $468\text{ }\mu\text{m}$ به $421\text{ }\mu\text{m}$ و در ناحیه پایین آن‌ها مطابق با تئوری

بالا به واسطه تحت تبرید پایین و نیروی محرکه جوانه‌زنی پایین شکل می‌گیرند. این جوانه‌ها به علت نرخ سرمایش پایین که منجر به نفوذ بیشتر می‌شود، به سرعت کشش کرده و دچار ناپایداری مورفولوژیکی می‌شود. در مناطق دور از جوانه‌های اولیه، زمینه گاما فوق اشباع باقی مانده و دارای پتانسیل جوانه‌زنی ثانویه با کاهش بیشتر دما خواهد بود. این جوانه‌زنی ثانویه همان رسوبات گاما پرایم ثانویه بوده که در این پژوهش دارای ابعاد حدود 400 nm است. به طور کلی با افزایش سرعت کشش، جوانه‌های اولیه افزایش یافته و فواصل بین گاما پرایم اولیه کاهش می‌یابد. این موضوع منجر به کاهش فوق اشباعیت زمینه شده و کسر حجمی ذرات گاما پرایم ثانویه کاهش می‌یابد.

۴- نتیجه‌گیری

نتایج بررسی ریزساختار و درشت‌ساختار سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111 جهت دار یافته به روش بریجمن تحت سرعت‌های کشش 1 mm/min و 10 mm/min به شرح زیر است:

- [12] Seifollahi M., Abbasi M., Tavakoli M., Ghazi Mir Saeed, M., Effects of temperature and time of secondary solution heat treatment on γ' phase distribution of GTD-111 polycrystalline superalloy, *Metallurgical Engineering*, 2019, 22, 42-51.
- [13] Schilke P.W., Foster A.D., Pepe J.L., Beltran A.M., Advanced materials propel progress in land-based gas turbines, *Advanced Materials & Processes*, 1992, 4, 22-30.
- [14] Gündüz M., Çadırlı E., Directional solidification of aluminium-copper alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 2002, 327, 167-185.
- [15] Spear R., Gardner G., Dendrite cell size, *AFS Transactions*, 1963, 71, 209-215.
- [16] Schneider M.C., Gu J.P., Beckermann C., Boettinger W.J., Kattner U.R., Modeling of micro-and macrosegregation and freckle formation in single-crystal nickel-base superalloy directional solidification, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1997, 28, 1517-1531.
- [17] Zhou Y., Sun X., Effect of solidification rate on competitive grain growth in directional solidification of a nickel-base superalloy, *Science China Technological Sciences*, 2012, 55, 1327-1334.
- [18] Walton D., Chalmers U.B., The origin of the preferred orientation in the columnar zone of ingots, *Transactions of the American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers*, 1959, 215, 447-457.
- [19] Zhou Y., Volek A., Green N., Mechanism of competitive grain growth in directional solidification of a nickel-base superalloy, *Acta Materialia*, 2008, 56, 2631-2637.
- [20] Milenkovic S., Rahimian M., Sabirov I., Maestro L., Effect of solidification parameters on the secondary dendrite arm spacing in MAR M-247 superalloy determined by a novel approach, *EUROSUPERALLOYS, 2nd European Symposium on Superalloys and their Applications*, EDP Sciences, 2014, 14, 13004.
- [21] Weiguo Z., Lin L., Taiwen H., Xinbao Z., et al, Influence of directional solidification variables on primary dendrite arm spacing of Ni-based superalloy DZ125, *China Foundry*, 2009, 6(4) 300-304.
- [22] Zhang Y., Huang B., Li J., Microstructural evolution with a wide range of solidification cooling rates in a Ni-based superalloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2013, 44, 164-1644.
- [23] Elliot A.J., Tin S., King W.T., Huang S.C., Gigliotti M.F.X., and et al, Directional solidification of large superalloy castings with radiation and liquid-metal cooling: A comparative assessment, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004, 35, 3221-3231.
- [24] Dadkhah A., Kermanpur A., On the precipitation hardening of the directionally solidified GTD-111 Ni-base superalloy: Microstructures and mechanical properties, *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 685, 79-86.
- [25] Porter D.A., Easterling K.E., Phase transformations in metals and alloys, 3d Ed., CRC Press, New York, 2009, 189-195.
- [26] Liu L., Huang T., Qu M., and et al, High thermal gradient directional solidification and its application in the processing of nickel-based superalloys, *Journal of Materials Processing Technology*, 2010, 210, 159-165.
- [27] Singh A.R.P., Nag S., Hwang J.Y., Viswanathan G.B., Influence of cooling rate on the development of multiple generations of γ' precipitates in a commercial nickel base superalloy, *Materials Characterization*, 2011, 62, 878-886.
- [28] Masoumi F., Shahriari D., Jahazi M., Cormier J., Devaux A., Transient liquid phase bonding of aerospace single crystal Rene-N5 superalloy, *Scientific Reports*, 2016, 6, 1-16.
- جوانه‌زنی کلاسیک از $711 \mu\text{m}$ به $604 \mu\text{m}$ کاهش می‌یابد. اگرچه اندازه میانگین گاماپرایم در بالای نمونه جهت‌دار نسبت به ناحیه پایین آن به واسطه مکانیزم انتقال حرارت حاکم بر فرآیند، کوچکتر است.
- ۴- ذرات گاماپرایم اولیه در نواحی بالا و پایین نمونه جهت‌دار دارای مورفولوژی نامنظم و گستردگی اندازه نسبی به خصوص در ناحیه پایین نمونه جهت‌دار است زیرا سرعت سرمایش حین فرآیند انجماد در این ناحیه کمتر است.
- ۵- بهترین ریزساختار مربوط به بالای نمونه جهت‌دار با سرعت کشش بالاتر (10mm/min) است که دارای گاماپرایم کوچک‌تر (حدود 420 میکرومتر) با توزیع همگن و مورفولوژی منظم است. این موضوع منجر به خواص مکانیکی مناسب‌تر نظیر سختی بالاتر و مقاومت خزشی بهتر می‌شود.

مراجع

- [1] Sajjadi S.A., Zebarjad S.M., Guthrie R.I.L., Isac, M., Microstructure evolution of high-performance Ni-base superalloy GTD-111 with heat treatment parameters, *Journal of Materials Processing Technology*, 2006, 175, 376-381.
- [2] Szczotok A., Richter J., Cwajna J., Stereological characterization of γ' phase precipitation in CMSX-6 monocrystalline nickel-base superalloy, *Materials Characterization*, 2009, 60, 1114-1119.
- [3] Rahimian M., Milenkovic S., Sabirov I., Microstructure and hardness evolution in MAR-M247 Ni-based superalloy processed by controlled cooling and double heat treatment, *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, 550, 339-344.
- [4] Geddes B., Leon H., Huang X., Superalloys: alloying and performance, ASM International, 2010.
- [5] Zhang X., Zhou Y., Jin T., Sun X., Liu L., Effect of solidification rate on grain structure evolution during directional solidification of a Ni-based superalloy, *Journal of Materials Science & Technology*, 2013, 29, 879-883.
- [6] Flemings M.C., Solidification processing, *Metallurgical Transactions*, 1974, 5, 2121-2134.
- [7] Wang F., Ma D., Zhang J., Liu L., Hong J., Bogner S., Bührig-Polaczek A., Effect of solidification parameters on the microstructures of superalloy CMSX-6 formed during the downward directional solidification process, *Journal of Crystal Growth*, 2014, 389, 47-54.
- [8] Zhao X., Liu L., Yu Z., Zhang W., Zhang J., Fu H., Influence of directional solidification variables on the microstructure and crystal orientation of AM3 under high thermal gradient, *Journal of Materials Science*, 2010, 45, 6101-6107.
- [9] Xu C., Zhou L.Z., Guo J.T., Yang G.X., Effect of withdrawal rate on microstructures and mechanical properties of directionally solidified superalloy DZ445, *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2011, 21, 757.
- [10] Dadkhah A., Kermanpur A., On the precipitation hardening of the directionally solidified GTD-111 Ni-base superalloy: Microstructures and mechanical properties, *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 685, 79-86.
- [11] Fallah P., Kebriyaei A., Varahram N., The effect of precipitation hardening on microstructural characteristics of directionally solidified nickel-based superalloy GTD-111, *Founding Research Journal*, 2017, 1(2) 109-120.



IRANIAN FOUNDRYMEN'S
SOCIETY

Founding Research Journal

Research Paper:

The Effect of Withdrawal Rate on the Microstructure of Ni-based Superalloy GTD-111 Through the Directional Solidification

Parastoo Fallah^{1*}, Amir Kebriyaei², Nasser Varahram³

1. M.Sc., Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology, Tehran, Iran.

2. Ph.D. Student, Materials and Energy Research Center, Tehran, Iran.

3. Associate Professor, Materials Science and Engineering Department, Sharif University of Technology, Tehran, Iran.

* **Corresponding Author:** E-mail: parastoo.fallah@alum.sharif.edu

Paper history:

Received: 26 March 2021

Accepted: 29 April 2021

Abstract:

Effects of withdrawal rate on the structure of directionally solidified GTD-111 Ni-based superalloy were investigated. To this end, DS specimens were first obtained by the Bridgman Furnace (equipped with a graphite cooling zone) at withdrawal rate of 1 and 10 mm/min. Then, structural investigation was carried out by optical microscopy and field emission scanning electron microscopy at longitudinal and transverse sections with respect to solidification direction at the bottom (location of starting solidification) and top (location of finishing solidification) zone of specimens. The results showed that the polycrystalline grain zone at bottom of the specimen enlarged with increasing the withdrawal rate. Furthermore, with increasing withdrawal rate from R=1mm/min to R=10mm/min, the primary and secondary arm spacing decreased from 445 μ m to 252 μ m and from 110 μ m to 60 μ m, respectively. The γ' size also decreased from 468 μ m to 421 μ m at top of specimens and from 711 μ m to 604 μ m at bottom of specimens with increasing the withdrawal rate from R=1mm/min to R=10mm/min. In addition, due to the direction of heat transfer during directional solidification at a constant withdrawal rate, the bottom zone of specimen was exposed to heat output from top zone. This led to increase the γ' size at bottom zone (711 μ m at R=1mm/min and 604 μ m at R=10mm/min) compared to the top zone (468 μ m at R=1mm/min and 421 μ m at R=10mm/min) of specimen. The best microstructure belonged to the top zone of DS specimen with withdrawal rate of 10mm/min which has a small gamma-prime average size, homogenous distribution, and regular morphology.

Keywords:

GTD-111 superalloy,
Directional solidification,
Withdrawal rate,
 γ' particles.

Please cite this article using:

Parastoo Fallah, Amir Kebriyaei, Nasser Varahram, The Effect of Withdrawal Rate on the Microstructure of Ni-based Superalloy GTD-111 Through the Directional Solidification, in Persian, Founding Research Journal, 2021, 4(4) 237-246. DOI: 10.22034/FRJ. 2021.278477.1134

Journal homepage: www.foundingjournal.ir