



پژوهش‌نامه ریخته‌گری

مقاله پژوهشی:

اثر فرایند انجماد جهت‌دار بر ریزساختار و خواص مکانیکی سوپرآلیاژ پایه نیکل CMSX-4 نسل دوم

علی‌رضا میرک^{۱*}، احمد کرمانپور^۲

۱- دانشیار، پژوهشکده مواد فلزی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر تهران
۲- استاد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان
* نویسنده مکاتبه کننده: Email: mirak@iust.ac.ir

چکیده:

سوپرآلیاژ پایه نیکل CMSX-4 بعنوان یکی از آلیاژهای نسل دوم تک-کریستال، از دهه ۱۹۹۰ میلادی در توربین‌های گازی مختلف مورد استفاده قرار گرفته است. نمونه‌ها در این پژوهش از شمش ریختگی سوپرآلیاژ CMSX-4 که توسط روش VIM و VAR ساخته شده بود استفاده شد. کروت‌های تک‌کریستال سوپرآلیاژ فوق توسط فرایند انجماد جهت‌دار در کوره خلا به روش بریجمن ساخته شدند. سپس نمونه‌ها تحت عملیات حرارتی حل‌سازی و پیرسختی یکسان قرار گرفتند. ریزساختار ریختگی سوپرآلیاژ تک‌کریستال شامل دندریت‌های جهت‌یافته در جهت رشد ترجیحی (۰۰۱) به همراه مقداری فاز یوتکتیک γ/γ' است. در شرایط عملیات حرارتی، ریزساختار تک‌کریستال شامل فازهای منظم مکعبی γ' در زمینه آستنیتی به همراه مقدار کمی کاربید است. مشخصه یابی میزان انحراف از جهت مرجح رشد دندریت توسط دو روش لاه و RO-XRD حدود ۷ درجه اندازه‌گیری شد. استحکام کششی نمونه‌های عملیات حرارتی شده در شرایط دمای محیط و دمای ۸۷۰ درجه سانتیگراد به ترتیب برای ساختار ریختگی پلی‌کریستال ۱۱۶۲ و ۳۹۲ و برای نمونه تک‌کریستال ۱۱۶۶ MPa و ۱۱۶۳ بدست آمد. مشاهدات تصاویر SEM نشان داد که افزایش استحکام گرم سوپرآلیاژ تک‌کریستال به واسطه حذف مرز دانه و تغییر مورفولوژی γ' در دمای بالا است.

دریافت: ۱۳۹۸/۰۸/۲۴

پذیرش: ۱۳۹۸/۱۰/۰۲

واژه‌های کلیدی:

سوپرآلیاژ پایه نیکل CMSX-4، انجماد تک‌کریستال، عملیات حرارتی پیرسختی، استحکام کششی گرم.

ارجاع به این مقاله:

علی‌رضا میرک، احمد کرمانپور، اثر فرایند انجماد جهت‌دار بر ریزساختار و خواص مکانیکی سوپرآلیاژ پایه نیکل تک‌کریستال نسل دوم CMSX-4، پژوهش‌نامه ریخته‌گری، زمستان ۱۳۹۸، جلد ۳، شماره ۴، صفحات ۱۸۷-۱۹۹.
شناسه دیجیتال (DOI): 10.22034/FRJ.2019.208846.1109

۱- مقدمه

پایداری فازی خوب، همراه با مقاومت زیاد در برابر خوردگی و اکسیداسیون داغ برای کاربرد در توربین‌های گازی را فراهم کرده است. این سوپرآلیاژ پایه نیکل از عناصر مختلفی نظیر Co، Ta، Cr، Al، Re، W و Hf تشکیل شده است. ریزساختار این سوپرآلیاژ عمدتاً شامل فاز زمینه آستنیتی و فاز استحکام بخش گاما پرایم و میزان کمی کاربید و یوتکتیک است [۱-۳].

سوپرآلیاژ CMSX-4 به عنوان یکی از سوپرآلیاژهای پایه نیکل نسل دوم در ساخت انواع پره‌های توربین‌های گازی هوایی و زمینی تک‌کریستال مورد استفاده قرار می‌گیرد. ترکیب شیمیایی تنظیم شده برای این سوپرآلیاژ که در واقع توسعه یافته سوپرآلیاژ CMSX-2 است، دامنه‌ای از خواص مطلوب شامل استحکام خزشی و خستگی مکانیکی و حرارتی بالا،

CMSX-4Plus نزدیک به آلیاژ CMSX-10 از سوپرآلیاژهای نسل سوم تک کریستال بوده و عمر آلیاژ CMSX-8 تا دمای ۱۰۱۰ درجه سانتی‌گراد مشابه هم خانواده قبلی خود یعنی CMSX-4 است. نقشه راه سوپرآلیاژهای نسل چهار تا شش تک کریستال نشان می‌دهد که بجای عنصر رنیم از عنصر روتنیم استفاده شده است [۹].

تحقیقات نشان داد که ریزجدایش و پراکنده شدن عناصر دیرگدازی نظیر تنگستن و رنیم که در سوپر آلیاژهای تک کریستال استفاده می‌شود منجر به افزایش کسر حجمی یوتکتیک و عدم یکنواختی ترکیب شیمیایی می‌شود. در نتیجه عملیات حرارتی آلیاژهای تک کریستال به عنوان یک چالش مهم تبدیل شده است. برای از بین بردن مغزه‌ای بودن و ناهمگنی ترکیب شیمیایی آلیاژ باید از عملیات حرارتی انحلالی استفاده کرد. محدوده عملیات انحلالی سوپرآلیاژ CMSX-4 بین خطوط دمایی سالیدوس و سالوس است که از ۱۲۰۰ تا ۱۳۴۰ درجه سانتی‌گراد گزارش شده است. همچنین حل شدن کامل یوتکتیک نیز از اهداف عملیات انحلالی است. یوتکتیک مورفولوژی بلوکی و ضخیم دارد که با نسبت سطح به حجم کم کند حل می‌شود و این تأخیر ممکن است باعث ایجاد ذوب منطقه‌ای در آلیاژ بشود [۱۰]. تحقیقات نشان می‌دهد که استحکام کششی سوپرآلیاژ تک کریستال CMSX-4 تا دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به حداکثر خود می‌رسد. مدول الاستیک این آلیاژ در دمای اتاق ۱۳۴ GPa اندازه‌گیری شده است. گزارش شده است که در بالاتر از این دما تنش تسلیم توسط فرایند صعود نابجایی‌ها کنترل می‌گردد. در دمای کمتر از ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، سخت شدن حرارتی فعال شده و غالب می‌گردد، در حالی که در دمای بیشتر از ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد، نرم‌شدگی فعال می‌شود [۱۱-۱۳]. تعداد دیگری از پژوهشگران، پدیده‌های مشابهی در دیگر سوپرآلیاژهای پایه نیکل را گزارش کرده‌اند. استحکام کششی در دمای بالا به دلیل پیرشدگی کرنشی دینامیکی بدون از دست رفتن انعطاف‌پذیری ارتقاء می‌یابد. استحکام کششی و تسلیم سوپرآلیاژ تک کریستال CMSX-4 با افزایش دما افزایش می‌یابد. دلیل این امر ویژگی ساختار گاما پرایم است که با افزایش دما موجب افزایش استحکام می‌شود [۱۴].

در پژوهش حاضر دو نمونه از سوپرآلیاژ CMSX-4 در شرایط پلی کریستال و تک کریستال به ترتیب از طریق تکنولوژی ذوب و آلیاژسازی در کوره القایی خلا و فرایند انجماد تک کریستال در کوره آزمایشگاهی بریجمن تحت اتمسفر خلا

از آنجا که مرز دانه‌ها اصولاً نقاط ضعیف آلیاژ در دماهای کاری بالا محسوب می‌شوند، بنابراین ساختارهای پلی کریستال به دلیل حضور مرزدانه، معمولاً در دمای بالا از خواص مکانیکی پایینی برخوردارند. استحکام خزشی نمونه‌های با دانه‌های ستونی به مراتب بهتر از ساختارهای هم‌محور هستند. در دهه ۱۹۸۰ کارخانه پرت اند ویتنی اولین تک کریستال فلزی را با استفاده از سوپرآلیاژ PWA 1422 تولید کرد [۴]. در ابتدا ساختار تک کریستال انتظارات لازم را برآورده نکرد. اما این شرکت در سال‌های بعد با بهینه‌سازی ترکیب شیمیایی آن به نسل اول سوپرآلیاژها با نام PWA 1480 دست یافت. تولید پره‌های تک کریستال انقلاب جدیدی را در صنعت توربین گازی نیروگاه‌های برق و موتورهای جت به وجود آورد و خواص مکانیکی و متالورژیکی مورد انتظار آنها را به طور چشم‌گیری افزایش داد.

سوپرآلیاژهای پایه نیکل معمولاً با استفاده از تکنیک هسته گذاری و اسپیرال (انتخاب کننده دانه) به روش بریجمن به صورت تک کریستال تولید می‌شوند. در این روش، مذاب سوپرآلیاژ پایه نیکل در یک گرادیان حرارتی مشخص با سرعت معینی از منطقه حرارتی کوره بیرون کشیده می‌شود. ساختار بدست آمده از این روش در صورتی که از انتخاب گر دانه استفاده شده باشد به صورت تک بلور رشد یافته در جهت مرجح رشد دندریتی (۰۰۱) خواهد بود. پارامترهای انجماد جهت‌دار شامل گرادیان دمایی موجود در فصل مشترک مذاب-جامد و سرعت سرد شدن، تأثیر به‌سزایی روی ریزساختار سوپرآلیاژ تک کریستال دارد [۵]. وجود عناصر آلیاژی دیرگداز مانند تنگستن، رنیم و تانتالم و عدم حضور عناصر استحکام بخش مرزدانه‌ها مانند بور، کربن و زیرکونیم، تأثیر مثبتی روی بهبود خواص مکانیکی به ویژه مقاومت در برابر خستگی حرارتی دارد. همچنین اندازه و توزیع رسوبات گاما پرایم می‌تواند اثر قابل توجهی بر ویژگی‌های مکانیکی دمای محیط سوپرآلیاژهای پایه نیکل بگذارد [۶، ۷].

اخیراً کارخانه کانن ماسکگون، سه سوپرآلیاژ جدید شامل CMSX-4Plus حاوی ۴/۸ درصد وزنی عنصر رنیم، CMSX-8 حاوی تنها ۱/۵ درصد وزنی عنصر رنیم و CMSX-7 فاقد عنصر رنیم را ارائه کرده است [۸]. این سوپرآلیاژها در واقع از مشتقات CMSX-4 هستند. نتایج تحقیقات نشان می‌دهد که عمر تنش گسیختگی آلیاژ

خلا، حرارت را به مجموعه قالب و شارژ منتقل می‌کند. در هر سیکل ابتدا قالب سرامیکی روی مبرد قرار داده شد و شارژ مورد نظر داخل مخزن تغذیه قالب قرار می‌گیرد. پس از کنترل کلیه اتصالات خلاء، پمپ‌های خلاء روشن شده و فشار محفظه به ۴-۱۰ میلی‌متر جیوه رسانده شد. جریان آب مبرد آنگرد برقرار شده و منبع تغذیه سیستم روشن شد. با توجه به برنامه مورد نظر با افزایش تدریجی توان منبع تغذیه، دمای منطقه حرارتی به حدود ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد رسید و به منظور یکنواخت شدن دمای شارژ، برای مدت زمان حدود ۱۰ دقیقه در آن دما نگهداری شد تا مذاب به طور کامل داخل قالب وارد شود. پس از گذشت زمان اولیه، قالب حاوی مذاب با سرعت سه میلی‌متر بر دقیقه به‌طور پیوسته توسط یک سیستم حرکت دهنده از منطقه حرارتی کوره به بیرون کشیده شد. با خارج شدن قالب از بخش گرم کوره، منبع تغذیه قطع شده و سیستم خلاء خاموش شد. پس از سرد شدن کامل سیستم، محفظه باز شده و با شکستن قالب، کروت تک کریستال از قالب خارج شد.

۲-۳- عملیات حرارتی

برای حذف جدایش‌های حاصل از ریخته‌گری و تولید فاز گاماپرایم به مقدار مناسب، نمونه‌های پلی‌کریستال و تک‌کریستال تهیه شده از سوپرالیاژ CMSX-4 تحت عملیات حرارتی رسوب‌سختی شامل مراحل آنیل انحلالی و پیرسازی مطابق جدول ۳ قرار گرفتند. برای این منظور از کوره عملیات حرارتی لوله‌ای از نوع اتمسفر کنترل با دقت ± 2 درجه سانتی‌گراد تحت گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹ و با قابلیت برنامه‌ریزی نرخ گرم کردن استفاده شد. دماهای انتخاب شده برای فرایند انحلالی در محدوده دمای سالوس (1200°C) و دمای سالیدوس (1340°C) انتخاب شد. برای این کار ابتدا نمونه‌های کروت در در داخل منطقه حرارتی کوره قرار گرفتند پس اطمینان از ششوی داخل محفظه توسط گاز آرگون، کوره بر اساس برنامه حرارتی با نرخ ۵ درجه بر دقیقه به دمای ۱۲۷۷ رسیده و با توقف‌های پله‌ای به دمای حداکثر ۱۳۱۸ می‌رسد.

۲-۴- مشخصه یابی ساختاری

به منظور مشاهده درشت ساختار، نمونه‌ها ماکرو اچ شدند. از محلول اچ شامل ۱۰۰ میلی‌لیتر کلرید آهن حاوی ۲۵ گرم

به روش مارپیچ انتخاب کننده دانه و تحت شرایط سرعت کشش ۳ میلی‌متر بر دقیقه ساخته شد. ریزساختار سوپرالیاژ در شرایط عملیات حرارتی شده توسط میکروسکوپ نوری و الکترونی و خواص استحکامی دمای محیط و گرم سوپرالیاژ در هر دو شرایط بررسی و تحلیل شدند.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- ذوب و آلیاژسازی

در این پژوهش ابتدا شمش سوپرالیاژ پایه نیکل نسل دوم CMSX-4 به روش ذوب القائی در خلاء (VIM) به ظرفیت ۱۵ کیلوگرم انجام شد و به منظور همگن‌سازی و اکسیژن‌زدایی در سیستم VAR برای اولین بار در کشور ساخته شد. در این پژوهش از مواد اولیه با خلوص بسیار بالا و آمیزان‌های پایه نیکل استفاده شد. پس از شمش ریزی ترکیب شیمیایی این شمش توسط روش طیف‌سنجی پلاسمای جفت شده القائی (ICP) اندازه‌گیری شد. عناصر اصلی در جدول (۱) و عناصر کم مقدار در جدول (۲) آورده شده است. همچنین برای تعیین میزان کربن و گوگرد از روش‌های ذوبی تحت گاز خنثی (لکو کربن-گوگرد) بر طبق استاندارد ASTM E1019-11 و برای مشخص کردن میزان O، N و H از روش لکو استفاده شده است. مطابق این جدول، تمام عناصر اصلی نمونه‌های ریخته شده در محدوده استاندارد آلیاژ است.

۲-۲- آزمایش انجماد تک کریستال

برای تولید سوپرالیاژ CMSX-4 در کلاس تک کریستال، از یک قالب سرامیکی پایه آلومینایی بر اساس ویژگی‌های مورد نیاز به روش ریخته‌گری دقیق استفاده شد. از ویژگی‌های مهم این قالب سرامیکی، شوک‌پذیری مناسب و پایداری حرارتی خوب در دمای بالا است. ابتدا مدل مومی اجزا قالب شامل آغازگر، اسپیرال و کروت مطابق شکل (۱-الف) ساخته شد، سپس با روش غوطه‌وری یک قالب سرامیکی از ۹ تا ۱۲ لایه دیرگداز ساخته شد. مدل مارپیچ انتخاب‌گر دانه از جنس پلیمر ABS و توسط روش چاپ سه‌بعدی ساخته شد. ابعاد مدل کروت استوانه‌ای به قطر ۱۵ و ارتفاع ۱۱۰ میلی‌متر بود. برای انجماد جهت‌دار از یک کوره بریجمن آزمایشگاهی با مکانیزم خنک‌کاری توسط صفحه آنگرد مسی استفاده شد (شکل ۱-ب). منطقه گرم کوره به دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد می‌رسد که توسط تشعشع گرافیت گرم شده در

جدول ۱- آنالیز شیمیایی عناصر اصلی مورد استفاده در سوپرآلیاژ CMSX-4 بر حسب درصد وزنی

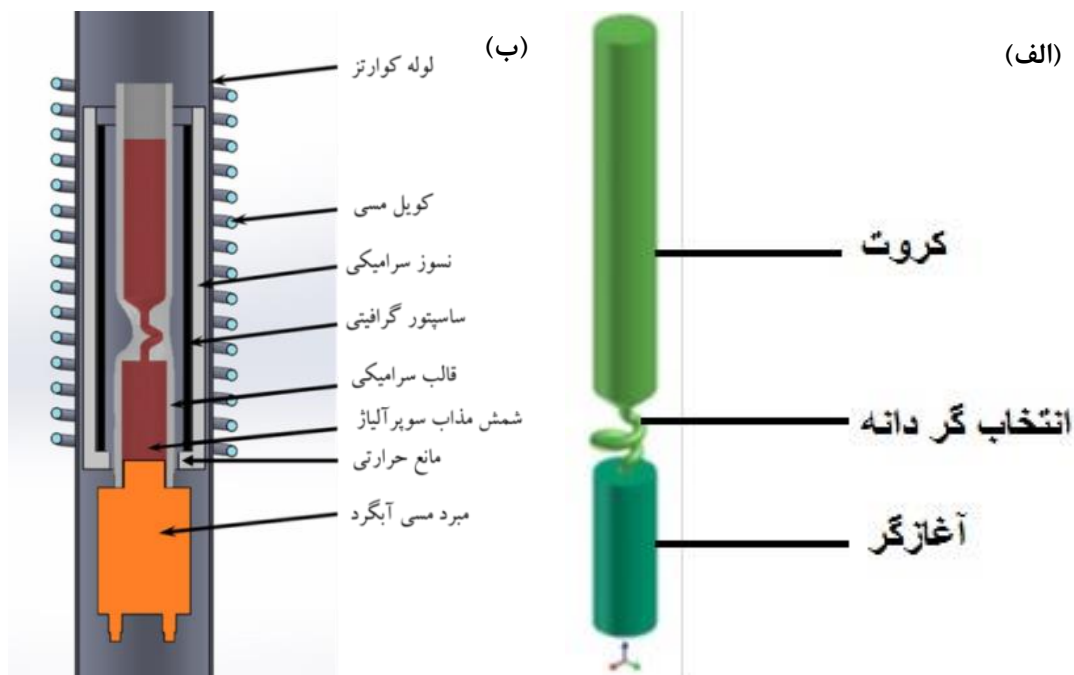
Mo	Ta	Re	Co	W	Hf	Cr	Al	Ti	Ni		
۰/۵	۶/۳	۲/۸	۹/۳	۶/۲	۰/۰۷	۶/۴	۵/۴۵	۰/۹	Base	حداقل	استاندارد
۰/۷	۶/۷	۳/۱	۱۰/۰	۶/۶	۰/۱۲	۶/۶	۵/۷۵	۱/۱	Base	حداکثر	
۰/۵۹	۶/۴۸	۲/۹۲	۹/۴۵	۶/۳۵	۰/۱۱	۶/۵۱	۵/۵۸	۰/۹۸	Base	بومی‌سازی شده	

جدول ۲- آنالیز شیمیایی عناصر کم مقدار سوپرآلیاژ CMSX4 مورد استفاده بر اساس درصد وزنی و ppm

N	O	S	C	P	Mn	Fe	Si		
Yppm	۱۰ ppm	۵ ppm	۸۰ ppm	۵۰ ppm	۰/۰۷	۰/۱۵	۰/۰۴	استاندارد	
۷	۱۸	۳	۳۰	۷۰	۰/۰۵	۰/۱۳	۰/۰۴	بومی‌سازی شده	

جدول ۳- سیکل عملیات حرارتی اعمال شده

سیکل حرارتی	فرایند
۱۲۷۷°C/۴h, ۱۲۸۷°C/۲h, ۱۲۹۶°C/۳h, ۱۳۰۴°C/۳h, ۱۳۱۳°C/۲h, ۱۳۱۶°C/۲h, ۱۳۱۸°C/۲h, GFC*	آنیل انحلالی
۱۱۴۰°C/۶h, AC**; ۸۷۱°C/۲۰h, AC**	پیرسازی
* سرد شدن با دمش گاز خنثی در داخل کوره ** سرد شدن در هوا	



شکل ۱- شمای (الف) اجزاء مدل کروت تک کریستال و (ب) اجزا سیستم کوره بریجمن تحت خلاء.

به این دو پیک خواهد بود. جهت آماده‌سازی نمونه‌ها برای تهیه الگوی پراش پرتو ایکس، ابتدا مقطع عرضی نمونه تا سنباده ۲۴۰۰ صیقلی شد. در ادامه، سطح مورد نظر با استفاده از سیستم پراش پرتو ایکس با آند Cu-K α به روش RO-XRD بررسی شد.

۲-۶- مشخصه یابی مکانیکی

برای ارزیابی خواص استحکام کششی نمونه‌ها، از آزمون‌های کشش دمای محیط و دما بالا استفاده شد. به این منظور، ابتدا دو میله به قطر حدود ۶/۵ mm در راستای طولی از هر کدام از کروت‌ها توسط روش برش با سیم، تهیه شد. نمونه‌های کشش بر اساس استانداردهای ASTM E8/E8M و ASTM E21 مطابق مدل 4D ماشین‌کاری شدند و در دماهای محیط و ۸۷۰ °C با سرعت فک ۰/۲ mm/min توسط دستگاه کشش مدل سنتام مورد آزمون قرار گرفتند. به منظور از اطمینان از عدم وجود مک در داخل نمونه‌های آزمایش کشش، تمامی نمونه‌ها قبل از انجام آزمون، به روش تصویربرداری X-ray مورد ارزیابی قرار گرفتند.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- ارزیابی ریزساختاری

شکل (۲-الف) تصویر درشت ساختار حاصل از شمش ریختگی سوپرآلیاژ CMSX-4 را نشان می‌دهد. ریزساختار از دانه‌های نسبتاً درشت با اندازه تقریباً یک میلی متر تشکیل شده است. شکل (۲-ب) تصویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار ریختگی سوپرآلیاژ فوق را نشان می‌دهد که شامل زمینه دندریتی فاز آستینیتی و یوتکتیک‌های گاما/گاما پرایم با رنگ روشن در فضاهای بین دندریتی است. ذرات درشت و تیره رنگ موجود نیز فازهای کاربیدی را نشان می‌دهند که به صورت ناهمگن در داخل دانه و نیز در مرزدانه‌ها پراکنده شده‌اند.

شکل (۳) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سوپرآلیاژ ریختگی CMSX-4 در شرایط عملیات حرارتی شده را در بزرگنمایی‌های مختلف نشان می‌دهد. مرزهای بزرگ زاویه در ساختار ریختگی در شکل (۳-الف) مشاهده می‌شود. مورفولوژی ذره‌های فازهای کاربیدی در شکل (۳-ب) نشان داده شده است. مورفولوژی تقریباً مکعبی شکل گاما پرایم در شکل (۳-ت) مشاهده می‌شود. جدول (۴) آنالیز EDS از نقاط A، B و C در شکل (۳-پ) و (۳-ت) را نشان می‌دهد.

FeCl₃ جامد، ۲۷ میلی لیتر اسید 32% HCl و آب مقطر استفاده شد. همچنین برای مشاهده ریزساختار دندریتی مقطع عرضی نمونه‌ها پس از صیقل کاری بوسیله پودرهای ۰/۲ تا ۰/۵ میکرومتر اکسید آلومینیم پولیش شد و از محلول اچ ماربل جهت مشاهده ریزساختار استفاده شد. ساختار میکروسکوپی نمونه‌ها با استفاده از میکروسکوپ نوری مدل Nikon EPISHOT 300 مجهز به دوربین SONY و میکروسکوپ‌های الکترونی SEM PHILIPS XL30 و FE-SEM TESCAN MIRA3 مورد ارزیابی قرار گرفت.

۲-۵- جهت یابی کریستالی

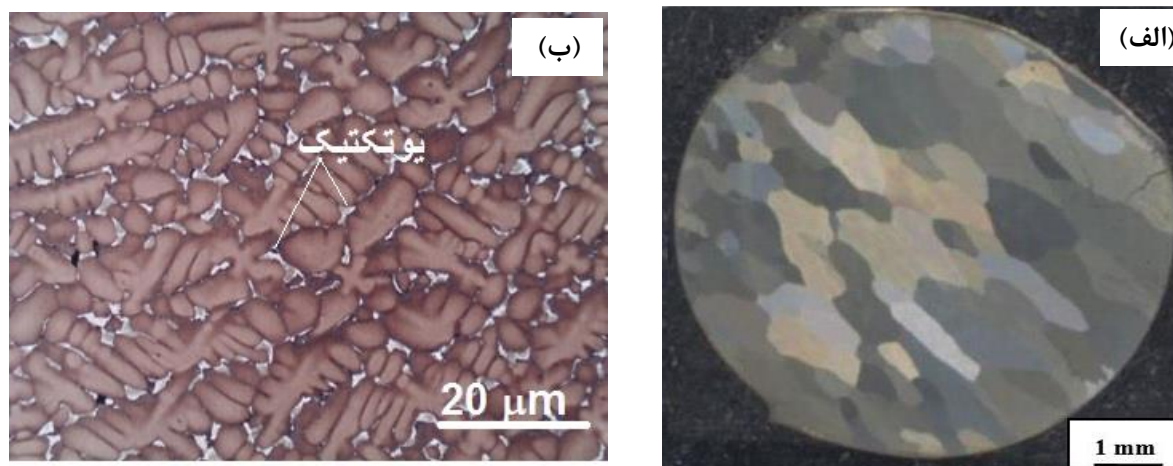
جهت‌یابی کریستالی نمونه‌ها توسط دو روش لاه و پراش پرتو ایکس با جهت‌گیری چرخشی به شرح ذیل انجام شد: الف) در روش بلورشناسی به روش لاه در حالت بازگشتی، با استفاده از دستگاه پرتو ایکس بر روی نمونه‌های تک‌کریستال توسط دستگاه لاه انجام شد. در حین آنالیز، نمونه ثابت و تغییرات طول موج پرتو ایکس به صورت پیوسته در محدوده ۰/۵ تا ۲/۵ انگستروم تعیین شد. فاصله سطح نمونه تا فیلم (دوربین لاه) بین ۲/۴ تا ۳ سانتی‌متر و ثابت نگه داشته شده و الگوهای لاه گرفته شده از بلورهای مورد نظر با الگوهای استاندارد تطبیق داده شود. ورودی پارامترهای شبکه (ثابت‌های شبکه و گروه فضایی) به منظور تحلیل نتایج الگوی لاه از نمونه‌های مورد نظر شامل موارد ذیل هستند:

$$a=b=c=3.52$$

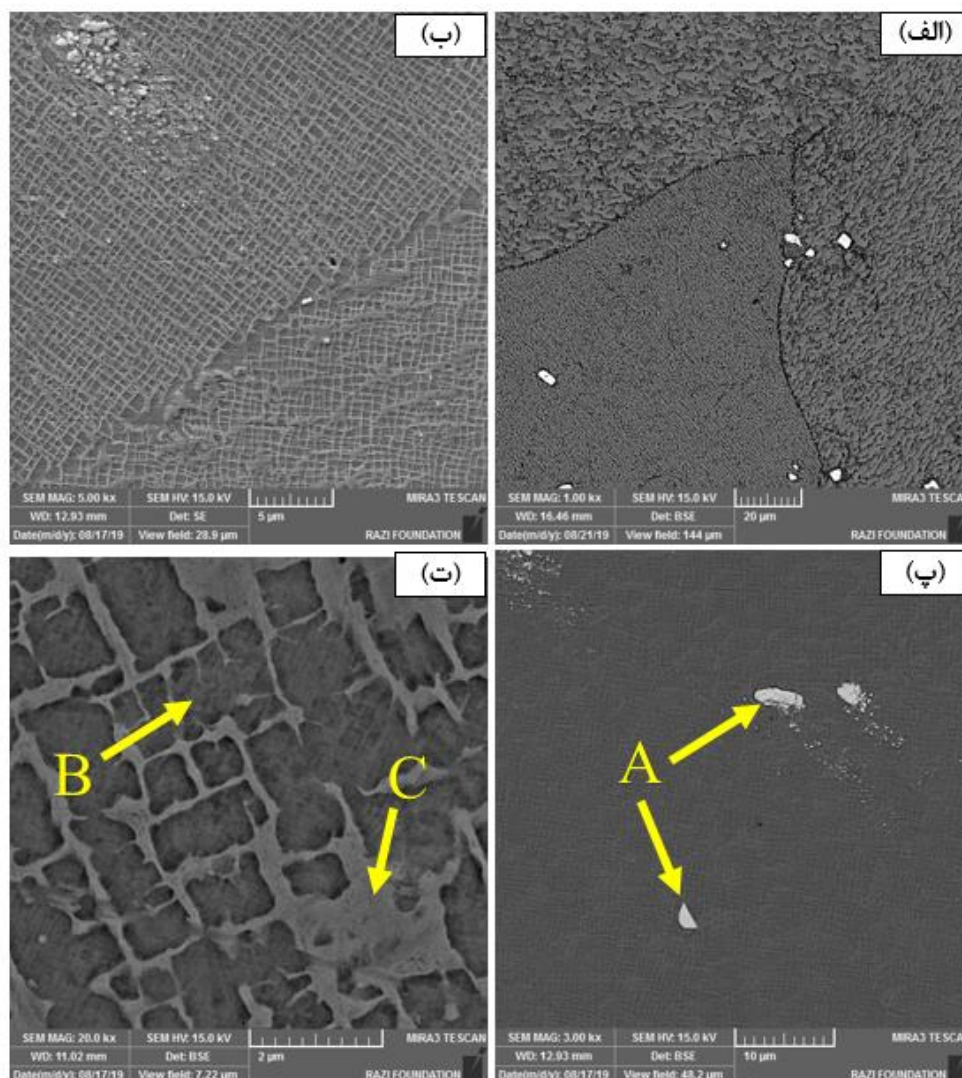
$$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$$

Space group: Fm - 3m (225).

ب) در روش RO-XRD ابتدا یک طیف پراش پرتو ایکس معمولی از سطح نمونه تهیه می‌شود، سپس در مرحله دوم طیف پراش پرتو ایکس نمونه در حالتی که نمونه تحت زاویه ثابت مطابق با بزرگترین پیک طیف مرحله اول قرار داده شده بدست می‌آید. در این مرحله نمونه حین اسکن حول محور نرمال سطح با سرعتی معادل ۳۰ rpm چرخش می‌نماید. چنانچه نمونه تک‌کریستال دارای انحراف کریستالی نسبت به راستای مورد نظر باشد، در الگوی پراش آن دو پیک شاخص بدست می‌آید که به آن الگوی پروانه‌ای گفته می‌شود. بر اساس محاسبات انجام شده، میزان انحراف جهت‌گیری تک‌کریستال معادل نصف تفاضل زوایای مربوط



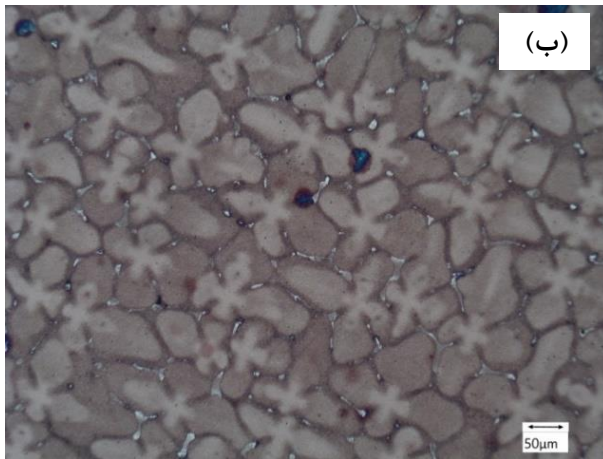
شکل ۲- تصویر (الف) درشت ساختار و (ب) ریزساختار نوری از شمش ریختگی سوپر آلیاژ CMSX-4.



شکل ۳- تصویر SEM سوپر آلیاژ CMSX-4 در شرایط عملیات حرارتی شده (الف) و (ب) در محل تقاطع مرز دانه در بزرگنمایی متفاوت، (پ) مورفولوژی کاربید و (ت)؛ تصویر BSE از فازهای γ' و γ'' .

جدول ۴- آنالیز EDS نقاط مشخص شده در شکل ۳ (پ) و (ت) بر اساس درصد وزنی

Ni	Al	Ti	Cr	Co	W	Ta	Re	C	نقطه موقعیت
۵/۰۴	-	۴/۸۰	-	-	-	۸۰/۲۴	-	۹/۹۳	A
۵۷/۴۴	۵/۸۳	۰/۹۷	۵/۲۴	۹/۷۲	۶/۵۴	۹/۶۵	۴/۶۱	-	B
۶۳/۵۸	۵/۴۳	۰/۷۷	۵/۷۷	۹/۵۶	۶/۲۵	۷/۴۸	۱/۱۶	-	C



شکل ۴- تصویر میکروسکوپ نوری (الف) ساختار اچ نشده و (ب) ریزساختار ریختگی اچ شده از نمونه سوپرآلیاژ تک کریستال CMSX-4.

اندازه‌گیری شد. فازهای یوتکتیکی سفید رنگ در فضای بین دندریتی قابل رویت است. آنالیز نرم‌افزاری نشان می‌دهد که مقدار یوتکتیک در حدود ۴ درصد است. تحقیقات مشابه دیگر نیز نشان داده است که میزان یوتکتیک ساختار ریختگی سوپرآلیاژ CMSX-4 در حدود ۶ درصد است که بیشتر از نتایج حاضر است. یوتکتیک به عنوان یک فاز مضر در ریزساختار سوپرآلیاژهای تک کریستال شناخته شده است [۱۶].

شکل (۵)، تصاویر ریزساختار الکترونی از سطح ریختگی نمونه تک کریستال سوپرآلیاژ پایه نیکل CMSX-4 را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود مورفولوژی فازهای گاما پرایم بصورت صفحه‌ای شکل بی نظم در زمینه آستنیتی توزیع شده‌اند. اندازه این رسوبها حدود 0.5 ± 0.3 میکرومتر و درصد حجمی آن ۴۵ درصد توسط نرم‌افزار آنالیز تصویر اندازه‌گیری شد. همچنین فازهای یوتکتیک نیز در ریزساختار مشاهده شده‌اند (شکل ۵-الف). آنالیز EDS نشان می‌دهد که در ساختار یوتکتیکی مقدار بیشتری از عناصر تانتالم و آلومینیم نسبت به زمینه آلیاژ وجود دارد. عمده عناصر تنگستن، هافنیم و رنیم در زمینه آلیاژ توزیع شده‌اند (جدول‌های ۵-الف و ۵-ب).

با توجه به آنالیز EDS نقطه A، می‌توان گزارش کرد که نقاط سفید رنگ بلوکی شکل فازهای کاربید تیتانیم و تانتالم هستند. همچنین آنالیز EDS از زمینه شامل نقاط C (فاز گاما) و B (فاز گاما پرایم) در جدول (۴) مشاهده می‌شود. شکل (۴)، تصاویر میکروسکوپی نوری از نمونه سوپرآلیاژ تک کریستال ریختگی CMSX-4 را قبل از اچ (الف) و بعد از اچ (ب) نشان می‌دهد. از آنالیز تصویری بر روی تصاویر بدون اچ مانند شکل (۴-الف)، کسر حجمی تخلخل در سوپرآلیاژ تک کریستال شده بطور میانگین بین ۰/۱ تا ۰/۱۵ درصد بدست آمد. تحقیقی دیگر در زمینه ساخت سوپرآلیاژ تک کریستال CMSX-4 نشان داد که کسر حجمی حفره‌ها در محدوده ۰/۱ الی ۰/۳ است و شرایط بهینه در محدوده کمتر از ۰/۲ می‌باشد [۱۵]. تصویر (۴-ب) ساختار دندریتی سوپر آلیاژ تک کریستال در مقطع عرضی عمود بر جهت انجماد را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، تخلخل‌ها به صورت ترجیحی در مناطق بین دندریتی تشکیل شده‌اند. در این شکل فواصل بین دندریتی اولیه به وضوح قابل رویت هستند که این امر نشان‌دهنده وجود جدایش میکروسکوپی قبل از عملیات حرارتی است. میانگین فاصله بین بازوهای اولیه دندریتی در این آلیاژ در حدود $175 \mu\text{m}$

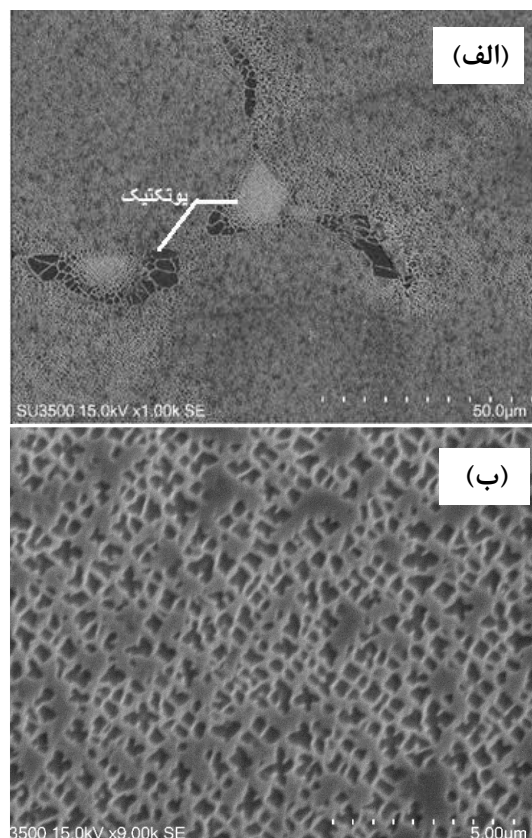
به دلیل وجود عناصر کاربیدزای قوی نظیر تانتالم و تیتانیوم، کاربیدهای این عناصر به شکل‌های MC، M_6C و $M_{23}C_6$ می‌توانند در ساختار تشکیل شوند. عموماً کاربیدهای MC در مرحله انجماد آلیاژ شکل گرفته و پس از عملیات حرارتی به انواع M_6C و $M_{23}C_6$ تبدیل می‌شوند [۱۷]. شکل (۷)، تصویر و آنالیز EDS از کاربیدهای بلوکی شکل و درشت تشکیل شده در ساختار ریختگی و پیرسازی شده نمونه تک کریستال را نشان می‌دهد. پس از عملیات حرارتی در ریزساختار پیرسازی شده، وجود عناصر تنگستن و مولیبدن در این کاربیدها علاوه بر دو عنصر اصلی تیتانیوم و تانتالم نشان می‌دهد که به احتمال زیاد از نوع M_6C است و ناشی از تجزیه کاربیدهای MC است.

با مقایسه شکل‌های (۳) و (۶) می‌توان دریافت که در نمونه سوپرآلیاژ تک کریستال، فواصل فازهای گاما پرایم از یکدیگر کمتر از شرایط پلی کریستال است و همچنین میانگین اندازه آنها نیز در آلیاژ تک کریستال کمتر از آلیاژ پلی کریستال است. جدول (۶)، فواصل بین فازهای گاما پرایم و میانگین اندازه این فازها را در حالت پلی کریستال و تک کریستال نشان می‌دهد. این کاهش فاصله بین ذرات گاما پرایم، می‌تواند عبور نابجایی‌ها از بین این ذرات را بسیار دشوار کرده و در نتیجه سبب افزایش استحکام آلیاژ در دمای بالا شود.

۳-۲- مشخصه یابی میزان انحراف از جهت رشد^۱

شکل (۸)، نتایج حاصل از آزمایش RO-XRD انجام شده بر روی مقطع عرضی نمونه تک کریستال را نشان می‌دهد. مطابق شکل به دلیل تشکیل تک پیک مشخصه، این نمونه تک کریستال بوده و میزان انحراف کریستالی در حدود ۷ درجه محاسبه شده است. این آزمایش برای اندازه‌گیری میزان انحراف از جهت رشد دندریت‌ها در نمونه‌های تک کریستال سوپرآلیاژ پایه نیکل نسل اول PW1480 انجام و اثبات شد [۱۸].

شکل (۹)، الگوی لایه نمونه تک کریستال را در راستای جهت رشد نشان می‌دهد. این الگو از سطح مقطع عرضی و بالای ناحیه اسپیرال کروت به دست آمده است. تصویر نشان می‌دهد که جهت کریستالی در راستای محور طولی و جهت ۰۰۱ است. مطابق تحلیل نرم‌افزاری دستگاه (اینجا نشان داده نشده است) زاویه انحراف کریستالی این محور با جهت مرجح



شکل ۵- تصویر الکترون بازگشتی از سطح ریختگی نمونه سوپرآلیاژ تک کریستال: (الف) نمای کلی از ریزساختار شامل فازهای یوتکتیک، (ب) نمای نزدیک‌تر شامل موفولوژی فازهای گاما پرایم.

جدول ۵- آنالیز عنصری EDS از سل یوتکتیک و فاز زمینه مشخص شده در شکل ۵- الف (درصد وزنی)

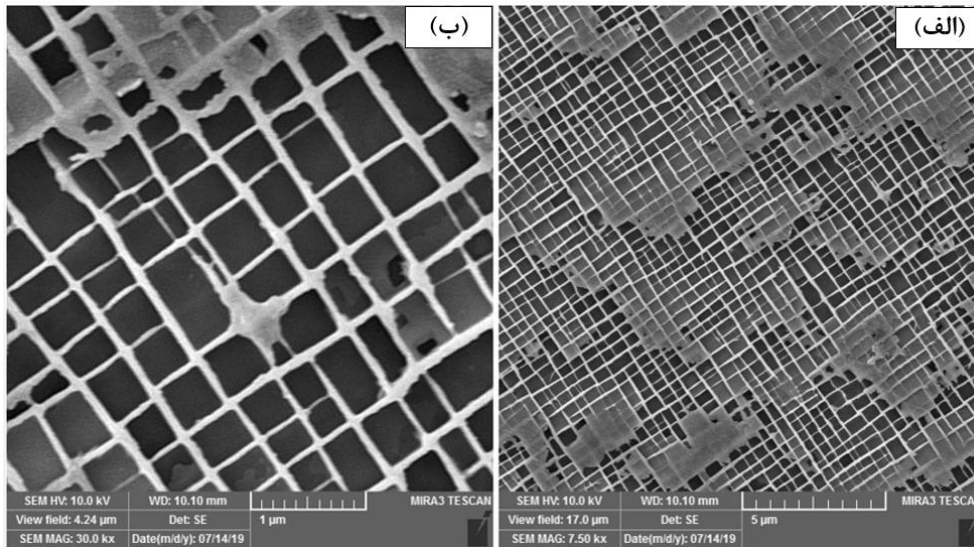
عنصر	Al	Ta	Co	Cr	Re	W
یوتکتیک	۴/۶	۱۱	۳	۰/۵	۰/۰۵	۹
فاز زمینه	۰/۸	۸	۹	۸/۲	۲/۹	۷/۶

شکل (۶)، تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از نمونه‌های تک کریستال در شرایط عملیات حرارتی انحلالی و پیرسازی شده در بزرگنمایی‌های مختلف را نشان می‌دهد. همان‌گونه که ملاحظه می‌شود، فازهای مکعبی شکل گاما پرایم به صورت کاملاً مکعبی و همگن و در فواصل بسیار کوتاه از یکدیگر در داخل فاز زمینه آستنیتی توزیع شده‌اند. آنالیز تصاویر نشان می‌دهد که اندازه این رسوب‌ها ۰/۳۵ میکرو متر است و درصد حجمی حدود ۷۰ درصد اندازه‌گیری شده است.

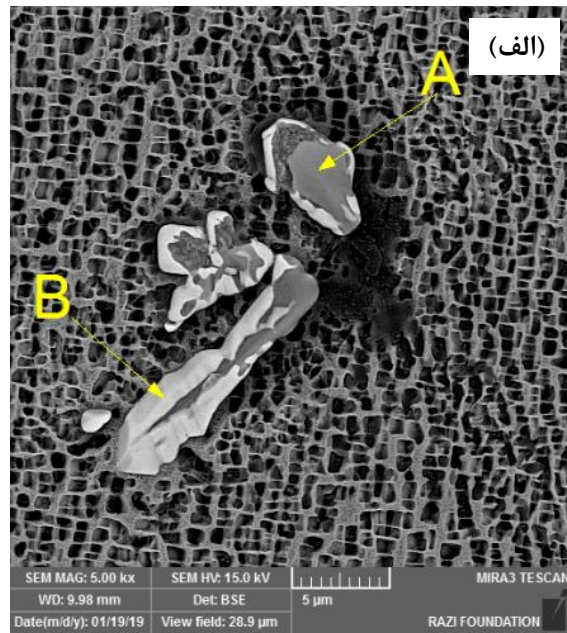
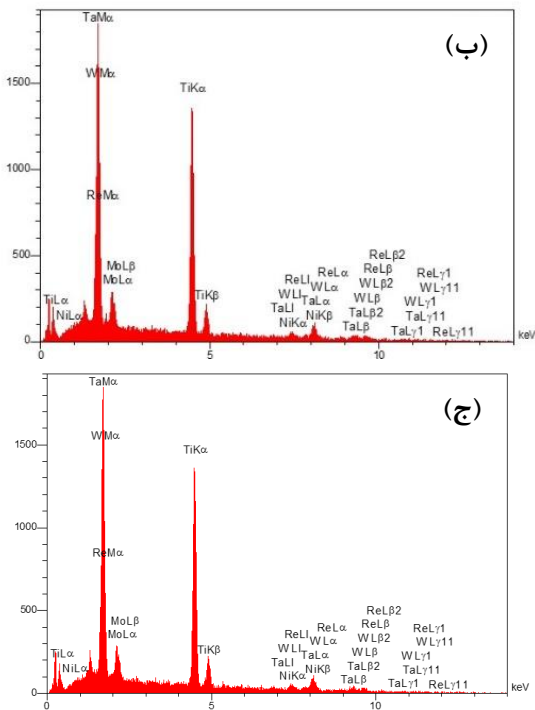
^۱ Misorientation

محور طولی الگوی لایه ثابت باقی می‌ماند و این مطلب نشان‌گر تک‌کریستال بودن کامل نمونه ریخته شده است.

۰۰۱ برابر ۶/۲۲ درجه است. این مقدار کمتر از مقدار توصیه شده برای آلیاژهای تک‌کریستال (۱۲ درجه) است [۱۹]. همچنین نتایج نشان می‌دهد که در نقاط مختلف در راستای



شکل ۶- تصاویر SEM نمونه‌های تک‌کریستال سوپرآلیاژ CMSX-4 بعد از عملیات حرارتی: (الف) نمای کلی از ریزساختار شامل زمینه آستنیتی و رسوب‌های استحکام بخش (ب) نمای نزدیک از مورفولوژی گاما پرایم.

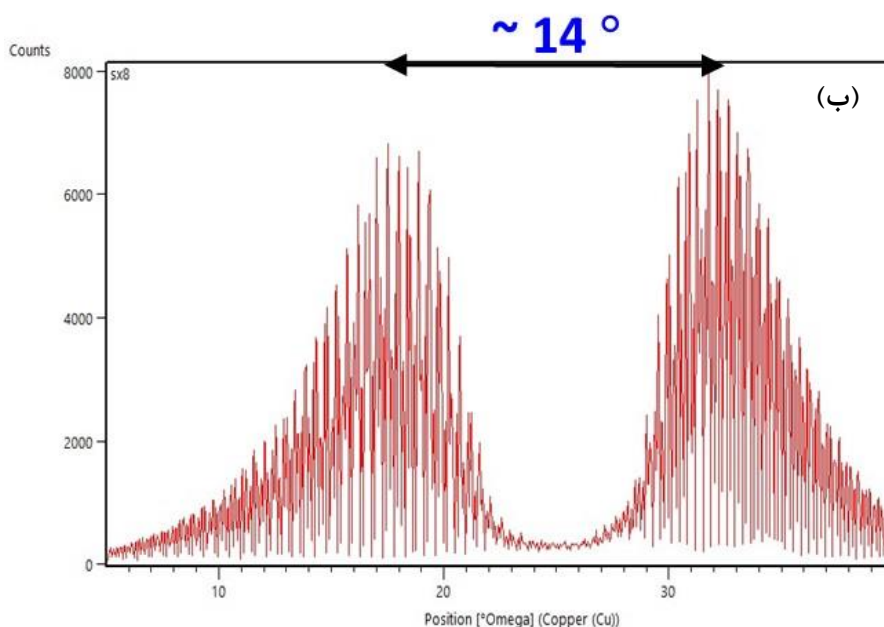
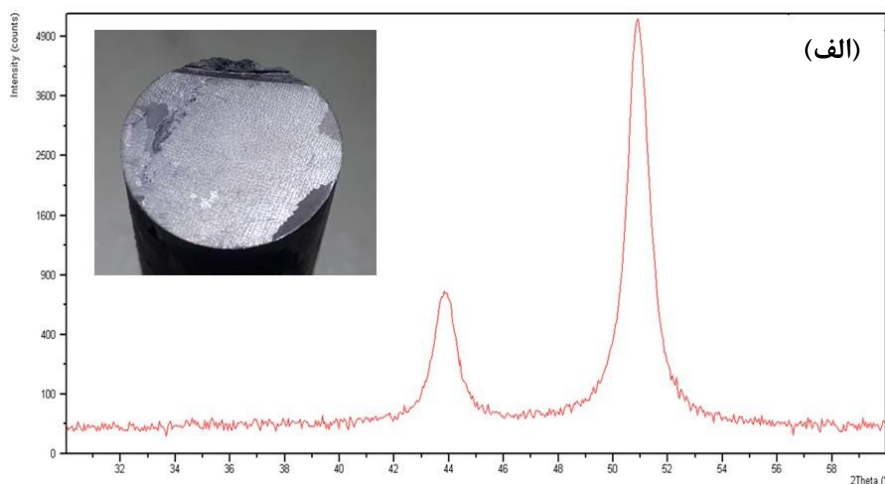


شکل ۷- تصویر میکروسکوپی الکترونی از مورفولوژی کاربید (الف) تصویر الکترونی از کاربیدهای مشاهده شده در نمونه تک‌کریستال شده،

(ب) طیف EDS از کاربید نوع A و (ج) طیف EDS از کاربید نوع B.

جدول ۶- مقایسه میانگین اندازه ذرات γ' و فواصل بین ذرات γ' در نمونه‌های تک‌کریستال و پلی‌کریستال

گريد سوپرآلیاژ CMSX-4	فاصله طولی ذرات γ' (nm)	فاصله عرضی فاز γ' (nm)	میانگین اندازه ذرات فاز γ' (nm)
پلی کریستال	۲۰۴	۹۸	۵۷۰
تک کریستال	۹۵	۵۵	۳۴۰

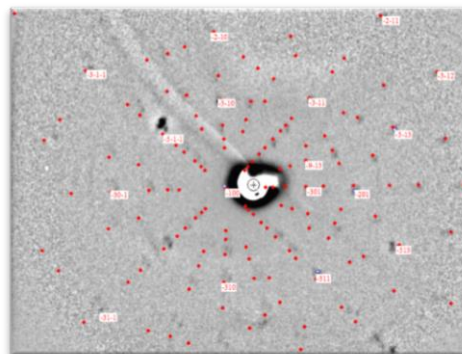


شکل ۸- طیف (الف) XRD معمولی و (ب) RO-XRD از نمونه سوپرآلیاژ CMSX-4 تک کریستال

۳-۳- بررسی استحکام کششی

جدول (۷)، خواص مکانیکی نمونه‌های سوپرآلیاژ CMSX4 را برای کلاس پلی کریستال و تک کریستال در دمای محیط نشان می‌دهد. مطابق این نتایج، استحکام نهایی نمونه تک کریستال و پلی کریستال CMSX-4 در دمای محیط بسیار نزدیک به هم است. با این حال، استحکام تسلیم نمونه تک کریستال نسبت به نمونه پلی کریستال کاهش یافته است. علاوه بر این، درصد ازدیاد طول نسبی نمونه تک کریستال نسبت به پلی کریستال افزایش یافته است.

جدول (۸)، خواص مکانیکی سوپرآلیاژهای پلی کریستال و تک کریستال را در دمای ۸۷۰ °C نشان می‌دهد. نتایج نشان



شکل ۹- الگوی لایه مربوط به نمونه تک کریستال CMSX-4 در راستای جهت رشد

اولیه با خلوص بسیار بالا ساخته شد. به واسطه مقدار کم کربن در این سوپرآلیاژ، میزان نگهداری در خلا، اثر بیشتری در کاهش میزان اکسیژن و نیتروژن داشته است. ۲- در این پژوهش کروت تک کریستال از سوپرآلیاژ نسل دوم پایه نیکل CMSX-4 به قطر ۱۵ میلی متر و طول ۱۱۰ میلی متر به روش بریچمن با استفاده از مدل انتخاب‌گر دانه ماریچ ساخته شد. نتایج آنالیزهای لاه و RO-XRD نشان داد که انحراف جهت رشد دانه انتخاب شده نسبت به جهت رشد مرجح (۰۰۱) حدود ۶ الی ۷ درجه است. ۳- تصاویر میکروسکوپ نوری نشان داد که ریزساختار ریختگی سوپرآلیاژ CMSX4 شامل دانه‌های درشت از فازهای γ ، γ' و مقدار کمی یوتکتیک γ/γ' در حدود ۴ درصد و به همراه مقدار کمی کاربید که بیشتر در مرز دانه آستنیت راسب شده‌اند، است. برای ریزساختار تک کریستال، بازوهای اولیه دندریت‌ها جهت‌یافته و یوتکتیک‌های ریز و کاربیدهای متنوع میله‌ای و بلوکی شکل است.

۴- عملیات حرارتی انحلالی موجب حذف یوتکتیک‌ها و دندریت‌های جهت یافته شد. پس از انجام عملیات پیرسازی، مورفولوژی فازهای γ' در سوپرآلیاژ تک کریستال به صورت فازهای مکعبی کاملاً منظم که به صورت همگن در زمینه γ توزیع شده اند بدست آمد در حالی که مورفولوژی فاز γ' در سوپرآلیاژ پلی کریستال به صورت ذرات مکعبی نامنظم در زمینه توزیع شده‌اند. ۵- میانگین فواصل طولی و عرضی بین ذرات γ' در سوپرآلیاژ پلی کریستال بیشتر از آلیاژ تک کریستال است. همچنین میانگین اندازه ذرات γ' در سوپرآلیاژ پلی کریستال بیشتر از آلیاژ تک کریستال است.

۶- اندازه متوسط رسوبات اولیه در ریزساختار ریختگی حدود 0.3 تا 0.5 میکرومتر و درصد حجمی این رسوب‌ها حدود ۴۵ درصد اندازه گیری شد. اندازه و درصد حجمی این رسوب‌ها در ساختار پیرسازی شده به ترتیب به مقادیر 0.35 میکرومتر و ۷۰ درصد تغییر یافت.

۷- ریزساختار پیرسازی شده نمونه تک کریستال فاقد فازهای یوتکتیکی بود، ولی درصد قابل توجهی رسوب‌های کاربیدی غنی از Ta و Ti از انواع کاربیدهای MC و M_6C در آن مشاهده شد.

۸- استحکام نهایی سوپرآلیاژ پلی کریستال و تک کریستال CMSX-4 در دمای محیط تقریباً با هم یکسان بود، لیکن

می‌دهد که استحکام نهایی نمونه تک کریستال CMSX-4 نسبت به نمونه پلی کریستال آن در دمای $870^\circ C$ بسیار بیشتر و در حدود ۳ برابر شده است. این امر به وضوح تأثیر مخرب مرزخانه‌ها را در دمای بالا نشان می‌دهد. علاوه بر این کاهش فواصل بین ذرات γ' و نیز میانگین اندازه ذرات فاز γ' که منجر به سخت تر شدن حرکت نابجایی‌ها در حین تغییر شکل پلاستیک می‌شود نیز تأثیر بسیار زیادی در این امر گذاشته است. با این حال درصد ازدیاد طول نسبی نمونه تک کریستال در دمای $870^\circ C$ نسبت به نمونه پلی کریستال قدری کاهش یافته است. همچنین با مقایسه جدول‌های (۷) و (۸) می‌توان دریافت که استحکام نهایی سوپرآلیاژ تک کریستال CMSX-4 در دمای بالا بیشتر از مقدار آن در دمای محیط است. نتیجه تحقیق بر رفتار کششی سوپرآلیاژ GTD-111 در محدوده ۲۵ تا ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد و مشاهده شد که در دماهای بالاتر از ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد تغییرات استحکام کششی با افزایش دما به صورت غیرطبیعی متغیر است و با افزایش دما تا زیر ۴۰۰ MPa کاهش می‌یابد [۲۰].

جدول ۷- نتایج خواص مکانیکی نمونه‌های سوپرآلیاژ پلی کریستال و تک کریستال CMSX-4 در دمای محیط

ازدیاد طول نسبی (%)	استحکام نهایی (MPa)	استحکام تسلیم (MPa)	گرید سوپرآلیاژ
۱	۱۰۶۲	۱۰۱۵	پلی کریستال
۶	۱۰۶۶	۹۴۰	تک کریستال

جدول ۸- نتایج خواص مکانیکی نمونه‌های سوپرآلیاژ ریختگی و تک کریستال CMSX-4 در دمای $870^\circ C$

ازدیاد طول نسبی (%)	استحکام نهایی (MPa)	استحکام تسلیم (MPa)	نوع سوپرآلیاژ
۳۳	۳۹۲	-	پلی کریستال
۲۲	۱۱۶۳	۱۱۳۰	تک کریستال

۴- نتیجه‌گیری

۱- در این پژوهش شمش سوپرآلیاژ CMSX4 توسط روش ذوب القایی در خلا و سپس ذوب مجدد در VAR از مواد

- [9] Satyanarayana D.V., Eswara N.P., Nickel-Based Superalloys, Aerospace Materials and Material Technologies, Volume 1: Aerospace Materials, N.E. Prasad and R.J.H. Wanhill (eds.), Springer, 2017, 199-228.
- [10] Paraschiv A., Matache G., Puscasu C., The effect of heat treatment on the homogenization of CMSX-4 single-crystal Ni-based superalloy, Transportation Research Procedia, 2018, 29, 303-311.
- [11] Hegde S., Kearsey R., Beddoes J., Design of solutionizing heat treatments for an experimental single crystal superalloy, in Proc. 11th. Int. Symposium on Superalloys, 2008
- [12] Reed R.C., The Superalloys- Fundamentals and Applications, Cambridge University Press, 2006.
- [13] Kawagishi K., Development of an oxidation-resistant high-strength sixth generation single-crystal superalloy TMS-238, in Superalloys 2012, E.S. Huron et al. (Eds.), TMS, September 9-13, 2012.
- [14] Wahl J., Harris K., Recent advances in cast SX superalloys, Proceedings of TMS, Orlando, Florida, USA, 2015.
- [15] Lee H., Microstructural changes by heat treatment for single crystal superalloy exposed at high temperature, Journal of Alloys and Compounds, 2013, 561, 135-141.
- [16] Ges A., Fornaro O., Palacio H., Characterization of solution and precipitation temperature in CMSX-4 superalloy, Procedia Materials Science, 2015, 8, 1127-1132.
- [17] Matuszewski K., Matysiak H., Jaroszewicz J., Nolf W., Influence of Bridgman process conditions on microstructure and porosity of single crystal Ni-base superalloy CMSX-4, International Journal of Cast Metals Research, 2014, 27, 329.
- [18] Rezaei M., Kermanpur A., Sadeghi F., Effects of withdrawal rate and starter block size on crystal orientation of a single crystal Ni-based superalloy, Journal of Crystal Growth, 2018, 485, 19-27.
- [19] Sajjadi S.A., Nategh S., Guthrie R.L., Study of microstructure and mechanical properties of high performance Ni-base superalloy GTD-111, Materials Science and Engineering A, 2002, 325, 484-489.
- [20] Szczotok A., On γ - γ' eutectic quantitative evaluation in the as-cast CMSX-4 nickel-based superalloy, Solid State. Phenomena, 2013, 197, 203-208.
- استحکام تسلیم نمونه تک‌کریستال افزایش نشان داد. همچنین درصد ازدیاد طول نسبی سوپرآلیاژ تک‌کریستال در دمای محیط نسبت به نمونه پلی‌کریستال افزایش یافت.
- ۹- هرچند درصد ازدیاد طول نسبی سوپرآلیاژ پلی‌کریستال CMSX-4 در دمای 870°C ، بیشتر از نمونه تک‌کریستال بود، ولی استحکام تسلیم و استحکام کششی نهایی سوپرآلیاژ تک‌کریستال CMSX-4 در این دما به مراتب بیشتر از نمونه پلی‌کریستال بدست آمد.

مراجع

- [1] Davis J.R., Heat Resistant Materials-ASM Specialty Handbook, ASM international, Materials Park, OH, 1997.
- [2] Prajapati A.R., Rajpurohit S.R., Formation and applications of single crystal material, Indian Journal of Scientific Research, 2017, 17(2) 53-59.
- [3] Włodzimierz B., Arkadiusz O., et. al., Characterization of as-cast single-crystal CMSX-4 superalloy turbine blades, Solid State Phenomena, 2013, 203-204, 173-176.
- [4] Dilip M., Evaluation of PWA1483 for large single crystal IGT blade application, Pratt & Whitney, TMS, 2000.
- [5] Zhang S., Zhao D., Aerospace Materials Handbook, CRC Press, Taylor & Francis, 2013.
- [6] Ramsperger M., Singer R.F., Körner C., Microstructure of the nickel-base superalloy CMSX-4 fabricated by selective electron beam melting, Metallurgical and Materials Transaction A, 2016, 47, 1469-1480
- [7] Sengupta A., Putatunda S.K., et. al., Tensile behavior of a new single crystal nickel-based superalloy (CMSX-4) at room and elevated temperatures, Journal of Materials Engineering and Performance, 1994, 3, 73-81.
- [8] Harris K., Wahl J.B., Improved single crystal superalloys, CMSX-4 (SLS) [La+Y] and CMSX-486, Superalloys, 2004, 45-52.



IRANIAN FOUNDRYMEN'S
SOCIETY

Founding Research Journal

Research Paper

Effect of Directional Solidification on the Microstructure and Mechanical Properties of a 2nd Generation Ni-Base Single Crystal Superalloy CMSX-4

Alireza Mirak*¹, Ahmad Kermanpour²

1. Associate Professor, Department of Material Engineering and Manufacturing Technologies, MUT University, Tehran, Iran.

2. Professor, Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan 84156-83111, Iran.

* **Corresponding Author:** Tel: +98 21 22936364.mirak@iust.ac.ir

Received 15 November 2019

Accepted 23 December 2019

Abstract:

Ni-base super alloy CMSX-4, as the 2nd generation of single crystal alloys, had been used since 1990 in different gas turbine blades. In this research, the samples were prepared from poly crystal ingot alloy which was made with VIM and VAR techniques. The carrot of a single crystal super alloy was made by Bridgman furnace. After casting the same solution and aging treatment were carried out. The cast microstructure of the single crystal super alloy consists of many directed dendrites toward (001) direction with some eutectic phase and a few amounts of carbides. In heat-treated microstructure, all of the γ phases ordered as the cubic shape. The misorientation was determined in order of 6 to 7 degrees by laue and RO-XRD techniques. The tensile strength of CMSX-4 alloy was determined at the temperature of 25 and 870 °C. The results showed that the UTS was 1060 and 390 MPa respectively for polycrystalline and single crystal were 1066 and 1163 MPa. SEM observations confirmed that these behaviors were affected due to grain boundaries and the precipitation's morphology at high temperatures.

Keywords:

Ni-Base super alloy CMSX-4,

Single crystal,

Ageing heat treatment,

Hot tensile strength.

Please cite this article using:

Alireza Mirak, Ahmad Kermanpour, Effect of Directional Solidification on the Microstructure and Mechanical Properties of a 2nd Generation Ni-Base Single Crystal Superalloy CMSX-4, in Persian, Founding Research Journal, 2020, 3(4) 187-199.

DOI: 10.22034/FRJ.2019.208846.1109

Journal homepage: www.foundingjournal.ir