

**Founding Research Journal** 

# The Effect of Precipitation Hardening on Microstructural Characteristics of Directionally Solidified Nickel-Based Superalloy GTD-111

### Parastoo Fallah<sup>1\*</sup>, Amir Kebriyaei<sup>2</sup>, Naser Varahram<sup>3</sup>

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

2. PhD Student, Materials Engineering, Materials and Energy Research Center, Iran

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

#### Abstract:

Received 16 February 2018	The Ni-based superalloy GTD-111 possesses excellent hot corrosion resistance, oxidation
Accepted 04 April 2018	resistance and high strength at elevated temperature; accordingly, the alloy is used in
	manufacturing of the first stage blades of powerful gas turbines. In this study, the effect of
	homogenization treatment, partial dissolution with two different cooling rates (air and water)
	along with aging on the microstructure and micro hardness of directionally solidified GTD-111
	were studied. To this end, cylindrical specimen (diameter of 10 mm and height of 40 mm) with
	columnar-grained structure were produced under growth rate of 6mm/min using Bridgman
	technique. The macro-structural studies of the DS GTD-111 specimen show that the columnar
	grains along the longitudinal direction of specimen were provided by temperature gradient in
	liquid metal. Microstructural analyses illustrate that homogenization treatment led to dissolution
	of a portion of primary $\gamma'$ precipitates. Furthermore, the primary $\gamma'$ precipitates in the specimen
	that was cooled in water after partial solution treatment, were spherical and cubic with curved
	corner. However, the primary $\gamma'$ precipitates were angular cubic in the specimen which was
	cooled in air after partial solution treatment. Since the $\gamma$ matrix became supersaturated during
Keywords:	the homogenization and partial solution treatment, aging process was effective on nucleation
Directional	and growth of secondary $\gamma'$ precipitates. This was especially more substantial in the specimen
Solidification,	which was cooled in water after partial solution. Hardness of the DS specimen was reduced after
Nickel-based super-alloy,	homogenization. While, aging resulted in increasing the hardness of the DS specimen due to the
Bridgman Technique,	improvement of morphology, size and distribution of $\gamma'$ .
Partial Solution,	
Gamma Prime.	

Journal homepage: www.foundingjournal.ir

#### Please cite this article using:

Fallah P., Kebriyaei A., Varahram N., The Effect of Precipitation Hardening on Microstructural Characteristics of Directionally Solidified Nickel-Based Superalloy GTD-111, in Persian, Founding Research Journal, 2017, 1(2) 109-120. DOI: 10.22034/frj.2018.119582.1025

\* Corresponding Author: Parastoo Fallah, Master of Science Address: Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology, E-mail: p935f@yahoo.com



فصلنامه علمى پژوهشى

یژوهشنامه ریختهگری

# بررسی اثر رسوب سختی بر ریزساختار انجماد جهتدار یافته سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111

پرستو فلاح<sup>۱</sup>، امیر کبریایی <sup>۲</sup> \*، ناصر ورهرام <sup>۳</sup>

۱- کارشناس ارشد، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، p935f@yahoo.com (نویسنده مکاتبه کننده) ۲- دانشجوی دکترا، دانشکده مهندسی مواد، پژوهشگاه مواد و انرژی، amirkebriyaei@gmail.com ۳- دانشیار، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، naserv@sharif.edu

# دریافت: ۱۳۹۶/۱۱/۲۷ چکیده:

-	•
وپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111 به دلیل مقاومت به خوردگی داغ و اکسیداسیون عالی و استحکام مکانیکی مناسب در دمای	پذیرش: ۱۳۹۷/۰۱/۱۵ س
لا در ساخت پرههای ردیف اول توربینهای گازی نیروگاهی کاربرد دارد. در این تحقیق تأثیر عملیات همگنسازی، انحلال	<i>/</i> lı
زئی با دو نرخ سرمایش (آب و هوا) و پیرسازی بر ساختار و سختی سوپرآلیاژ جهتدار شده GTD-111 بررسی شد. به این	<i></i>
یظور نمونه استوانهای با دانهبندی جهتدار به قطر ۱۰ میلیمتر و ارتفاع ۴۰ میلیمتر به روش بریجمن با سرعت کشش	من
لب ۶ میلیمتر بر دقیقه تهیه شد. مشاهدات درشتساختاری نمونه جهتدار، حضور دانههای کشیده شده در راستای طولی	قا
ونه را به علت اعمال گرادیان دمایی در مذاب تأیید کرد. همچنین بررسیهای ریزساختاری نشان داد که عملیات همگن-	نم
ازی باعث انحلال بخشی از رسوبات گاماپرایم اولیه در زمینه شد. بعلاوه، رسوبات گاماپرایم اولیه در نمونه سرد شده در آب	ىب
دمای انحلال جزئی دارای مورفولوژی کروی و مکعبی با گوشههای پخدار و در نمونه سرد شده در هوا بصورت مکعبی	از
وشهدار بود. عملیات پیرسازی نیز به دلیل فوق اشباعیت زمینه از عناصر آلیاژی در حین فرآیند همگنسازی و انحلال	واژەھاى كليدى: گر
زئی، تأثیر عمدهای روی جوانهزنی و رشد رسوبات گاماپرایم ثانویه داشت که این اثر برای نمونههای سرد شده در آب از	انجماد جهتدار، ج
ِحله انحلال جزئی چشم گیرتر بود. نتایج سختی سنجی کاهش میزان سختی را پس از عملیات همگنسازی نشان داد. بعد	سوپر آلياژ پايه نيکل، مر
فرآیند پیرسازی نیز به دلیل بهبود مورفولوژی، اندازه و توزیع رسوبات افزایش سختی در نمونهها ملاحظه شد.	روش بريجمن، از
	انحلال جزئي،
	گامايرايم.
	1 24

#### ۱– مقدمه

سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی به علت استحکام خزشی مناسب، مقاومت به خوردگی داغ و اکسیداسیون عالی در تولید پرههای توربین گازی کاربرد عمده دارند [۱]. از جمله سوپرآلیاژهای پایه نیکل، آلیاژ GTD-111 با قابلیت رسوبسخت شوندگی است که در دهه هفتاد میلادی طراحی شد و در دهه هشتاد در ساخت پرههای ردیف اول توربینهای گازی نیروگاهی به کار گرفته شد [۲]. با توجه به بالا بودن دمای سرویس قطعات ساخته شده از این سوپرآلیاژ، بحث مقاومت به خزش آنها از اهمیت به سزایی برخوردار است. آنجا که مرزدانهها در دمای بالا در اثر مکانیزمهای مختلف باعث کاهش مقاومت به خزش میشود، لذا می توان با استفاده از انجماد جهتدار و ایجاد

ساختار ستونی با دانههای جهت گیری شده به موازات محور تنش، کارایی آن را تا حد زیادی افزایش داد. به طور کلی سوپرآلیاژهای جهتدار شده نسبت به ساختارهای هممحور خواص خزشی بهتر، مقاومت در برابر خستگی حرارتی و کاهش در پراکندگی خواص مکانیکی را از خود نشان میدهند [۳].

برای دستیابی به ساختار انجمادی جهتدار، کنترل گرادیان دمایی در مذاب جلوی فصل مشترک جامد/مایع (G) و سرعت حرکت قالب (R) اهمیت دارد. با کاهش نسبت G/R رشد فصل مشترک به ترتیب از حالت صفحهای به سلولی، دندریت درشت، دندریت ظریف، دندریت-سلول بسیار ظریف و هم محور تبدیل می شود [۴].

یکی از راهکارهای تولید ساختارهای جهتدار، روش بریجمن است. در این روش قالب سرامیکی ته باز پس از اتصال روی مبرد آب گرد، درون کوره تک منطقهای قرار می گیرد. پس از بارریزی مذاب در قالب به منظور دستیابی به ساختار انجمادی جهتدار، یک گرادیان دمایی مناسب به ساختار ایجاد شده و در جهت مشخص به صورت ثابت در مذاب ایجاد شده و در جهت مشخص به صورت ثابت نگه داشته می شود. نهایتاً انجماد جهتدار از طریق پایین کشیدن قالب از کوره و یا بالا کشیدن کوره انجام می شود [۵، ۶].

در حالت کلی، سوپرآلیاژهای پایه نیکل اعم از آلیاژهای رسوب سختشونده یا غیر آن، نیاز به عملیات حرارتی دارند تا با تغییر ریزساختار خود، خواص مکانیکی مطلوب برای استفاده در ساخت قطعات را بدست آورند [۷]. همچنین جدایشهایی که در حین انجماد اتفاق میافتد، منجر به فازهای ثانویه در فضاهای بین دندریتی شود. این اثرات حتی زمانی که ذرات مورد بحث گاماپرایم باشد، میتواند مضر باشد [۱]. بنابراین راهحل مورد نظر استفاده از عملیات حرارتی همگنسازی است که منجر به کاهش و یا حذف

جدایش عناصر آلیاژی و انحلال رسوبات می شود [۸، ۹]. بازه دمایی عملیات حرارتی انحلالی از نظر تئوری بوسیله دماهای حد حلالیت و سالیدوس آلیاژ مربوطه تعریف می شود [۱]. بر اساس گزارش های Trexler و همکارانش می شود [۱]، بهترین دمای حل سازی رسوبات گاماپرایم در سوپر آلیاژ GTD-111 جهت دار، ۲۰۰۰ است که با سه روش دیلاتومتری، عملیات حرارتی/ متالو گرافی و همچنین آنالیز حرارتی افتراقی DTA بدست آمده است.

رسوبات گاماپرایم اولیه حاصل از عملیات همگنسازی معمولاً درشت و از مورفولوژی غیر یکسان برخوردارند و خواص مکانیکی خوبی ایجاد نمیکنند. در نتیجه یک عملیات حرارتی انحلالی جزئی نیز انجام میشود. هدف از این مرحله بهینهسازی اندازه رسوبات گاماپرایم، مورفولوژی و کسر حجمی آنها با انحلال جزئی گاماپرایمهای اولیه است. انتخاب دمای انحلال جزئی به میزان تمایل آلیاژ به تشکیل فازهای مضر TCP بستگی دارد. دمای انحلال جزئی رسوبات در آلیاژ TIT-GTD حدود ۲۰۵۲ تعیین شده

عملیات حرارتی رسوب سختی، استحکام آلیاژهای پیر سخت شونده را به دلیل رسوب یک یا چند فاز در زمینه فوق

اشباع (ایجاد شده بعد از عملیات حرارتی انحلالی) افزایش میدهد. عوامل مؤثر بر انتخاب یا تعداد مراحل پیرسخت کردن و زمان و دمای رسوبگذاری شامل نوع و تعداد فازهای رسوبی، اندازه رسوب، ترکیب استحکام و انعطاف پذیری مورد نظر است [۷].

در این پژوهش، یک نمونه جهتدار استوانهای به قطر ۶mm/min به روش بریجمن با سرعت کشش قالب ۶mm/nin تولید شد. در ادامه پس از بررسی ساختار انجمادی آن، اثر عملیات حرارتی همگنسازی، عملیات حرارتی انحلال جزئی و پیرسازی بر مورفولوژی، اندازه، کسر حجمی و توزیع رسوبات گاماپرایم در ساختار بررسی شد.

# ۲- مواد و روش تحقیق ۲-۱- ماده اولیه

در این پژوهش از شمش سوپرآلیاژ پایه نیکل GTD-111 برای ذوب و سپس ریخته گری جهتدار استفاده شد. ترکیب شیمیایی این آلیاژ توسط طیف نگار نشر اتمی تعیین شد که نتایج آن در جدول (۱) ارائه شده است. همان طور که ملاحظه می شود، آنالیز عنصری شمش مورد استفاده با ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ GTD-111 ارائه شده در منابع [۲] مطابقت دارد.

عنصر	Ni	Cr	Co	Ti
/وزنى	Bal.	١٣/٨٤	٩/٣٢	٤/٤٩
عنصر	W	Al	Та	Mo
/وزنى	٤/٣٢	٣/٣١	7/17	1/28

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلیاژ GTD-111 مورد استفاده

### ۲-۲- فرآیند انجماد جهتدار

فرآیند انجماد جهتدار در یک کوره بریجمن آزمایشگاهی تحت خلأ به میزان Tor <sup>۲۰</sup>۰۲ انجام شد. به این منظور از یک قالب آلومینایی با درجه خلوص ۹۹/۹۹ ٪ جهت ذوب شمشها و یک استوانه گرافیتی با انتهای بسته به نام ساسپتور در اطراف قالب به منظور ایجاد انتقال حرارت یکنواخت به بوته سرامیکی محتوی مذاب استفاده شد. مدت زمان ۱۰ دقیقه (پس از آغاز ذوب) به منظور پایداری و یکنواختی دمای مذاب آلیاژ در نظر گرفته شد. سپس مجموعه قالب و ساسپتور توسط سیستم الکترومکانیکی با سرعت mm/min و تحت گرادیان دمایی مذاب Ma

از ناحیه داغ کوره با دمای C°۲۰۰۰ به سمت ناحیه سرد حرکت داده شدند. پس از اتمام عملیات ریخته گری و انجماد، نمونه استوانهای جهتدار به قطر ۱۰mm و طول ۴۰mm

# ۲-۳- عملیات حرارتی

نمونه جهتدار ریختگی در کوره مقاومتی تحت یک سیکل عمليات حرارتي شامل سه مرحله همگنسازي، انحلال جزئی و پیرسازی قرار گرفت. در مرحله همگنسازی به منظور حذف جدایشهای ساختاری، نمونه از دمای محیط تحت اتمسفر کنترل شده گاز آرگون و با نرخ گرمایش ۲۰۱۵ °C/min تا دمای C° ۱۲۰۰ حرارت داده شده و پس از نگهداری به مدت ۲ ساعت در این دما از کوره خارج و در هوا خنک شد. سپس عملیات انحلال جزئی روی آن صورت گرفت و به منظور بررسی تأثیر سرعت سردکردن بعد از انحلال جزئی بر ریزساختار، دو نمونه توسط برش با سیم (وایرکات) از نمونه همگن شده تهیه شد. به این ترتیب در این مرحله، نمونهها از دمای محیط تحت اتمسفر گاز آرگون و با نرخ C/min° ۱۸ تا دمای C°۱۱۲۰ حرارت داده شده و به مدت ۲ ساعت در این دما نگهداری شد. پس از آن یک نمونه در هوا و دیگری در آب خنک کاری شد. در ادامه این نمونه ها تحت عملیات پیرسازی قرار گرفتند.

در مرحله پیرسازی، هر دو نمونه از دمای محیط با نرخ ۲۰ مرحله پیرسازی، هر دو نمونه از دمای ۲۵۰ رگون حرارت داده شد و به مدت ۲۴ ساعت در این شرایط نگهداری شد و سپس تا دمای محیط در هوا خنک شد. دبی گاز آرگون در تمامی مراحل cm<sup>3</sup>/min ۵ تنظیم گردید.

۲-۴- مشخصهیابی ریزساختاری و سختیسنجی

برای بررسی درشت ساختاری در مقطع طولی، نمونه استوانهای جهتدار ریختگی قبل از اعمال هرگونه عملیات حرارتی، توسط دستگاه برش با سیم در راستای طولی به دو نیمه مساوی برش داده شد. به ابن ترتیب نمونه طولی تحت عملیات سنبادهزنی از مش ۸۰ تا ۲۰۰۰ و سپس میقل کاری توسط خمیر الماسه ۶ و ۱ میکرومتری قرار گرفت. نمونه پس از آمادهسازی سطح، توسط محلول اچ ماکرو با ترکیب ۵ یا ۲۸۰ یا ۱۰۲۲ و زمان غوطهوری ۲۵

ثانیه حکاکی شد. در نهایت مشاهده ساختار دانهای و جهتگیری آن توسط استریو میکروسکوپ مدل SEM - SZH10 صورت گرفت. مطالعات SEM با هدف بررسی مورفولوژی، اندازه و کسر حجمی رسوبات گاماپرایم در نمونههای ریختگی جهتدار و پس از هر مرحله از سیکل عملیات حرارتی اعمالی انجام شد. به مرحله از سیکل عملیات حرارتی اعمالی انجام شد. به مریا از میکل عملیات دارتی اعمالی انجام شد. به الکتروشیمیایی حکاکی شدند. بررسیها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) مدل MIRA3

در هر مرحله جهت تعیین کسر حجمی و اندازه رسوبات گاماپرایم و همچنین محاسبه فاکتور کرویت نیز از نرم افزار آنالیز تصویری Clemex استفاده گردید.

در نهایت به منظور بررسی پروفیل سختی در راستای طولی نمونه ریختگی جهتدار و همچنین نحوه اثر گذاری عملیات حرارتی همگنسازی و پیرسازی بر سختی آن، از آزمون سختیسنجی میکرو ویکرز مطابق با استاندارد INI ASTM E92-82 [۱۱] و تحت نیروی ۱۰۰ گرم و زمان نگهداری ۲۵ ثانیه به کار گرفته شد. مدل دستگاه سختیسنجی مورد استفاده Leitz wetlar بود.

جدول ۲- شرایط حکاکی الکترو شیمیایی

زمان (ثانیه)	ولتاژ (ولت)	محلول
١.	۲/۵	۱۰ گرم اسید اگزالیک+ ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر

# ۳- نتايج و بحث

۳-۱- درشت ساختار نمونه ریختگی جهتدار

شکل (۱) دانهبندی نمونه شمش پلی کریستال مورد استفاده جهت ذوب و نمونه ریختگی جهت دار تولید شده با سرعت رشد mm/min را نشان می دهد. همان طور که در شکل (۱-الف) مشاهده می شود، ساختار نمونه پلی کریستال حاوی دانه های هم محور و بدون جهت گیری خاصی است. در حالی که می توان کشید گی دانه ها را در مقطع طولی نمونه جهت دار در شکل (۱–ب) مشاهده کرد که نشان از انتقال حرارت یک طرفه در حین فرآیند انجماد جهت دار دارد. با دور شدن از ابتدای قالب، تعداد دانه ها کاهش و اندازه آن ها افزایش می یابد. علت این موضوع، مکانیزم رشد

رقابتی بین دانههای جهتدار است. از آنجا که جهت رشد ترجیحی دانهها در ساختار کریستالی مکعبی وجه مرکزدار <۰۰۱> است [۱۲]، دانههایی که شرایط مناسبی از نظر جهتگیری برای رشد دارند و جهت <۰۰۱> آنها حداقل انحراف را نسبت به راستای انتقال حرارت سیستم دارد، بیشترین سرعت رشد را داشته و نسبت به سایر دانهها فرا رشد خواهد داشت [۱۳].



شکل۱- تصاویر استریوگرافی از ساختار دانهای: الف) نمونه پلیکریستال و ب) نمونه جهتدار با سرعت رشد ۶mm/min . فلش جهت رشد را نشان میدهد.

# ۲-۳- ریزساختار نمونه ریختگی جهتدار

شکل (۲)، رسوبات گاماپرایم در ابتدا (آغاز انجماد) و انتهای (پایان انجماد) نمونه ریختگی جهتدار را نشان میدهد. لازم به ذکر است که منظور از ابتدا یا پایین نمونه جهتدار قسمتی از نمونه است که شروع انجماد در آن رخ داده است و منظور از انتها یا بالای نمونه جهتدار نیز قسمتی از نمونه است که خاتمه انجماد به وقوع پیوسته است.

در ریخته گری سوپر آلیاژهای پایه نیکل یکی از پارامترهای ریز ساختاری مؤثر بر عملکرد سوپر آلیاژ در حین سرویس، اندازه فاز گاماپرایم است. تغییرات اندازه این فاز رسوبی به سرعت سرمایش حین انجماد وابسته است. از ین رو کاهش اندازه فاز گاماپرایم میتواند بر افزایش عملکرد آلیاژ در دماهای بالا مؤثر باشد [۱۴]. بررسی فاز رسوبی گاماپرایم در ابتدا و انتهای نمونه جهت دار نشان داد که میانگین اندازه این فاز رسوبی در پایین نمونه به خاطر کمتر بودن نرخ سرمایش نسبت به بالای آن، بزر گتر است. به طوری که انجام محاسبات نشان داد که با ثابت ماندن کسر حجمی

رسوبات گاماپرایم اولیه در انتهای نمونه نسبت به ابتدای آن، تعداد این ذرات رسوبی در واحد سطح افزایش و اندازه آنها کاهش مییابد. نتایج به طور خلاصه در جدول (۳) آورده شده است.



شکل۲- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از رسوبات گاماپرایم در نمونه ریختگی جهتدار: الف) پایین نمونه و ب) بالای نمونه

جدول ۳- نتایج بررسیهای کمی رسوبات گاماپرایم اولیه در بالا و
پایین نمونه ریختگی جهتدار

تعداد در واحد سطح (μm -2)	اندازه گاماپرایم اولیه(nm)	کسر حجمی گاماپرایم اولیه(/)	مکان
١/۵٧	837/77±41/V	۶۳/۸±۴	پايين نمونه
۲/۴۲	۴۴۳/۱۷±۵۸/۶	۵٩/۶±۶	بالای نمونه

انجماد در ابتدای نمونه از طریق انتقال حرارت به قالب آلومینایی و سپس ساسپتور گرافیتی صورت گرفته و به محض تشکیل پوسته جامد و انقباض ناشی از انجماد، یک فاصله هوایی بین قالب و نمونه ایجاد می شود که انتقال حرارت را از این طریق کاهش میدهد. با افزایش طول قسمت منجمد شده، خروج حرارت ناشی از انجماد مذاب جلوی فصل مشترک مذاب/جامد از طریق هدایت به فلز منجمد شده پایینی صورت می گیرد. نرخ خروج حرارت در این شرایط بیشتر بوده و شرایط برای جوانهزنی بیشتر گاماپرایم اولیه فراهم است. زیرا با افزایش نرخ سرمایش، دمای رسوب گذاری گاماپرایم کاهش و میزان تحت تبرید AT افزایش مییابد. تشکیل رسوبات گاماپرایم در زمینه گاما یک استحاله تحت کنترل نفوذ بوده و شامل سه مرحله جوانهزنی، رشد و درشتشدن ذرات میباشد [۴]. مطابق با تئوری جوانهزنی كلاسيك با افزايش تحت تبريد، نيروى محركه مؤثر جوانه-زنی افزایش و شعاع بحرانی جوانهزنی کاهش مییابد [۱۶و۱۵]. بنابراین نرخ جوانهزنی رسوبات گاماپرایم اولیه در بالای نمونه نسبت به پایین نمونه بیشتر خواهد بود. همچنین بررسیهای مورفولوژیکی نشان داد که رسوبات گاماپرایم در پایین نمونه جهتدار (شکل ۲-الف) به صورت پروانهای (Butterfly) و در بالای آن (شکل ۲-ب) مکعبی نامنظم است. در حالت کلی مورفولوژی رسوبات تابع انرژی فصل مشترک و انرژی کرنشی رسوب با زمینه است [۱۶]. از آنجا که رسوبات کروی کمترین میزان سطح به حجم (کمترین میزان انرژی سطحی در واحد حجم) را داشته و با زمینه نیز کوهیرنت است، رسوبات در اندازههای کوچک به شکل کروی خواهند بود. با رشد رسوبات و افزایش اندازه آنها، مساحت فصل مشترک رسوب با زمینه در واحد حجم کاهش یافته و عدم انطباق آن با زمينه افزايش مى يابد. اين موضوع منجر به تبدیل رسوبات کروی به مکعبی شده که در سرعتهای سرد شدن آهسته انرژی کرنشی را کاهش میدهد [۱۵]. در توضیح علت ایجاد مورفولوژی پروانهای بر اساس منابع [۱۷] ارائه شده است که در حین سرد شدن آهسته با کاهش بیشتر دما و افزایش فوق اشباع زمینه، رسوبات کروی رشد کرده و بیشتر از یک اندازه بحرانی ناپایدار می گردد. به طوری که یک سری برآمدگی (Protrusion) روی رسوبات ایجاد می شود و مورفولوژی موسوم به پروانهای تشکیل خواهد شد [۱۸]. لازم به ذکر است که علاوه بر درجه فوق اشباع زمینه، چگالی جوانهزنی کم و نفوذپذیری کافی بین رسوبات و زمینه

فاکتورهای لازم دیگر جهت رشد نامنظم در سوپرآلیاژهای پایه نیکل است [۱۷]. این یافتهها در تطابق کامل با نتایج تحقیقات Doherty [۱۹] و ۲۰۵ [۲۰] بوده است. بنابراین انتظار میرود که در پایین نمونه که سرعت سرمایش نسبت به بالای نمونه کمتر است، رسوبات درشتتر با مورفولوژی پروانهای تشکیل شود و در بالای نمونه که سرعت سرمایش بیشتر است رسوبات مکعبی و ریزتر مشاهده شود.

# ۳-۳- تأثیر عملیات همگنسازی

شکل (۳)، تصاویر رسوبات گاماپرایم را در ابتدا و انتهای نمونه ریختگی جهتدار بعد از عملیات همگنسازی نشان میدهد. همان طور که از شکل (۳) و نتایج بدست آمده در





شکل۳- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از رسوبات گاماپرایم در نمونه ریختگی جهتدار بعد از عملیات همگنسازی الف) پایین نمونه و ب) بالای نمونه

شکل (۴) برمی آید، اندازه میانگین رسوبات گاماپرایم در بالا و پایین نمونه ریختگی جهتدار بعد از عملیات همگنسازی به واسطه انحلال جزئی آنها در زمینه، کوچکتر از اندازه آنها نسبت به حالت ریختگی شده است. همچنین کسر حجمی رسوبات بعد از همگنسازی حدود ۱۰٪ کاهش یافته است. زیرا با توجه به گزارش سایر محققین [۹، ۲۱]، زمان مورد نیاز برای رسوبگذاری مجدد از دمای عملیات همگنسازی کمتر می شود.



شکل ۴- نمودار هیستوگرام مربوط به مقایسه اندازه میانگین رسوبات گاماپرایم اولیه در نمونه جهتدار قبل و بعد از عملیات همگنسازی در موقعیتهای مختلف نمونه

# ۳-۴- تأثیر عملیات انحلال جزئی

شکل (۵)، رسوبات گاماپرایم در ریزساختار نمونه جهتدار را در موقعیت بالای نمونه پس از سرد شدن از دمای انحلال جزئی در هوا و آب نشان می دهد. از آنجا که تفاوت ریزساختاری از نظر مورفولوژی، توزیع و اندازه ذرات گاماپرایم در بالا و پایین نمونه جهتدار بعد از عملیات انحلال جزئی مشاهده نشد، از آوردن تصاویر الکترونی ناحیه پایین نمونه صرف نظر شده و از این پس بررسیهای میکروسکوپی به ناحیه بالای نمونه معطوف می شود.

آنچه که از عملیات انحلالی مورد انتظار است، ایجاد محلول جامد فوق اشباع از فاز زمینه است که دربردارنده عناصر تشکیل دهنده فاز رسوبی است. لذا با توجه به فوق اشباع بودن محلول جامد، سرعت سرد کردن پس از عملیات انحلال جزئی (به علت نقش داشتن در میزان جوانهزنی و



شکل ۵- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از رسوبات گاماپرایم در بالای نمونه جهتدار بعد از عملیات انحلال جزئی و سرد شده در محیط الف) آب و ب) هوا

رشد فاز رسوبی) سهم به سزایی در اندازه، کسر حجمی و مورفولوژی فاز رسوبی دارد. در نتیجه خواص مکانیکی تحت تأثیر سرعت سرد کردن تغییر میکند. بنابراین اندازه ذرات  $\gamma$  ثانویه رسوبی ناشی از سرد شدن از دمای عملیات انحلال جزئی تابعی از سرعت سرد شدن بوده و از دمای پیرسازی بعدی کمتر تبعیت میکند. البته در سرعتهای سرد کردن زیاد مثل آب یا روغن، اندازه فاز رسوبی  $\gamma$  تابع مرحله پیرسازی است. زیرا سرعت سرد کردن شدید مانع رسوبگذاری  $\gamma$  ثانویه در حین سرمایش بعد از عملیات انحلال میگردد.

جدول (۴)، اندازه، کسر حجمی و فاکتور کرویت رسوبات گاماپرایم را در نمونههای انحلال جزئی یافته و سپس سرد شده در دو محیط آب وهوا ارائه میکند. همان طور که مشهود است، علاوه بر کاهش اندازه و کسر حجمی رسوبات

1.0	آب	محيط سرمايش نمونه بعد	
منوا		از عمليات انحلال جزئي	
۳89±۲۰	31±+47	اندازه (μm)	
۴۷±۴	47/7±7	کسر حجمی(٪)	
۲۳/۱±۱/۹	۹۶/۵±۱/۳	فاكتور كرويت(/)	

جدول ۴- مقادیر اندازه، کسر حجمی و فاکتور کرویت رسوبات بعد از انحلال جزئی و سرمایش در دو محیط آب و هوا

نسبت به نمونههای همگنسازی شده، می توان نتیجه گرفت که اندازه و کسر حجمی رسوبات در نمونه سرد شده در آب نسبت به نمونه سرد شده در هوا کمتر است.

در مرحله انحلال جزئی، رسوبات 'γ اولیهای که در طی سرد شدن از دمای همگنسازی ایجاد شدند، تا حدودی مجدداً حل سازی شده و در هنگام سرد شدن از دمای عملیات انحلال جزئی در آب و هوا مورفولوژیهای متفاوتی از خود نشان دادند. از آنجا که نرخ سرمایش در آب بسیار زیاد است، رسوبات 'γ اولیه به همان صورتی که در دمای عملیات انحلال جزئی شکل گرفتند در دمای محیط باقی میمانند. ملاحظه میشود که رسوبات به شکل تقریباً کروی و یا مکعبی با گوشههای پخدار است (شکل۵–الف).

به نظر می رسد که در مرحله انحلال جزئی برای کلیه ذرات تمایل به مورفولوژی کروی وجود داشته است. این موضوع برای ذرات مکعبی با حل شدن گوشههای رسوبات در زمینه، برای ذرات کروی با کاهش اندازه و حفظ مورفولوژی و برای ذرات با شکلهای نامنظم با انحلال وجوه گوشهدار پدید آمده است. در واقع گوشههای رسوبات تنش موضعی بالاتری داشته و تعداد نابجایی در این نواحی بیشتر است. بنابراین به عنوان مسیرهای کوتاه و آسان جهت نفوذ عمل کرده و در مرحله عملیات انحلال تمایل بیشتری به حل شدن در زمینه دارد. اما آنچه که در مورفولوژی ذرات پس از سرد شدن در هوا نسبت به سرمایش در آب اختلاف ایجاد نموده است، نرخ سرمایش است. چرا که نرخ سرمایش كمتر در هوا به علت افزایش زمان مورد نیاز جهت نفوذ عناصر آلیاژی، باعث کاهش کوهیرنسی رسوبات شده و امکان رشد ذرات در حین سرمایش وجود دارد. این موضوع به این مفهوم است که در حین انحلال جزئی و با انحلال بخشی از رسوبات، ترکیب شیمیایی زمینه در اطراف رسوبات غنی از عنصر آلیاژی شده است در طی سرمایش و به دلیل فراهم شدن فوق اشباع، مستعد تشکیل فاز جدید

یا رشد ذره رسوبی است که جزئاً در زمینه حل شده است. این موضوع وجود مخلوطی از مورفولوژیهای مکعبی و نامنظم گاماپرایم اولیه در شکل (۵-ب) را توجیه میکند. بیشتر بودن مقدار فاکتور کرویت برای نمونه انحلال جزئی و سرد شده در آب ( $//7/1\pm 0/9$ ) نسبت به نمونه انحلال جزئی و سرد شده در هوا ( $//9/1\pm 1/9$ ) نیز مؤید توضیحات ارائه شده در رابطه با مورفولوژی گاماپرایم اولیه پس از عملیات انحلال جزئی است.

در رابطه با حضور و یا عدم حضور رسوبات گاماپرایم ثانویه پس از سرد شدن از دمای انحلال جزئی در دو محیط آب و هوا لازم است علاوه بر تئوری جوانه زنی کلاسیک، جنبههای سینتیکی فرآیند جوانهزنی را نیز در نظر گرفت. سرعت سرمایش بالا در محیط آب منجر به افزایش تحت تبرید و انرژی محرکه جوانهزنی مؤثر شده و شعاع بحرانی تبرید و انرژی محرکه جوانهزنی مؤثر شده و شعاع بحرانی از سرد شدن نمونه از دمای عملیات انحلال جزئی در آب، رسوبات گاماپرایم ثانویه با نرخ جوانهزنی زیاد تشکیل شود. اما باید توجه داشت که علاوه بر فاکتور ترمودینامیکی کافی برای تشکیل جوانه جزو ملزومات جوانهزنی است. شکل (۶) نیز نشان میدهد که نرخ جوانهزنی در یک تحت تبرید میانی حداکثر مقدار خود را دارد و در دماهای پایین-تبرید میانی حداکثر مقدار خود را دارد و در دماهای پایین-

بنابراین می توان نتیجه گرفت که در سرد شدن در محیط آبی با وجود اینکه فاکتورهای ترمودینامیکی جهت کاهش شعاع بحرانی جوانهزنی و افزایش نرخ جوانهزنی فراهم است، اما زمان کافی جهت نفوذ عناصر آلیاژی برای تشکیل ذرات گاماپرایم ثانویه وجود ندارد. بنابراین پس از سرد شدن نمونه از دمای عملیات انحلال جزئی در آب گاماپرایم ثانویه مشاهده نمی شود و زمینه همچنان فوق اشباع باقی میماند. این در حالی است که طی سرد شدن نمونه از دمای انحلال جزئی در هوا، علاوه بر فراهم بودن فاکتورهای ترموديناميكي جهت جوانەزني زمان نسبتاً كافي جهت نفوذ عناصر آلياژی وجود داشته است. بنابراين انتظار میرود رسوبات گاماپرایم ثانویه در ریزساختار پس از سرد شدن نمونه در هوا مشاهده شود و فوق اشباع شدن زمینه نسبت به حالت کوئنچ در آب، کمتر باشد. اما چون این رسوبات با اندازههای بسیار کوچک در ساختار تشکیل شدهاند، مشاهده آنها با میکروسکوپ الکترونی روبشی مقدور نبود.



شکل ۶- تغییرات نرخ جوانهزنی بر حسب میزان تحت تبرید [۱۶]

۳-۵- تأثیر عملیات پیرسازی

شکلهای (۷) و (۸)، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار نمونه جهتدار را نشان می دهد که پس از عملیات همگنسازی و انحلال جزئی و سپس سرد شدن در دو محیط آب و هوا، تحت عملیات پیرسازی قرار گرفته است. مطابق با شکلهای (۷) و (۸)، مورفولوژی رسوبات گاماپرایم اولیه بعد از پیرسازی نسبت به حالت بعد از که برای نمونه سرد شده در آب (شکل ۷)، رسوبات گاماپرایم اولیه شکل کروی و یا مکعبی با گوشههای پخ دار را در حالت پیر شده دارد. در حالی که مورفولوژی ذرات گاماپرایم اولیه برای نمونه سرد شده در هوا (شکل ۸) را در حالت پیر شده دارد. در حالی که مورفولوژی ذرات گاماپرایم اولیه برای نمونه سرد شده در هوا (شکل ۸) با می مورت نامنظم باقی مانده است. مطابق با نتایج ارائه شده در جدول (۵)، فاکتور کرویت برای همه نمونههای سرد شده در آب و هوا، بعد از انحلال جزئی و بعد از پیرسازی تقریباً یکسان است.

از آنجاکه با مقایسه جداول (۴) و (۵) تغییرات چندانی در اندازه ذرات و کسر حجمی گاماپرایم اولیه به وجود نیامده است، لذا با فرض ثابت بودن مورفولوژی ذرات گاماپرایم اولیه نسبت به حالت قبل از پیرسازی میتوان نتیجه گرفت که این عملیات به طور مؤثری بر تشکیل و یا رشد رسوبات گاماپرایم ثانویه اثر گذار بوده است. همچنین انحلال بخشی از ذرات بزرگ گاماپرایم اولیه در حین فرآیند انحلال جزئی، زمینه اطراف را از عناصر آلیاژی تشکیل دهنده گاماپرایم غنی نموده و شرایط را برای جوانهزنی فاز جدید گاماپرایم ثانویه فراهم مینماید.



شکل ۷- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه جهتدار همگنسازی شده که پس از عملیات انحلال جزئی در آب سرد شده و تحت عملیات پیرسازی قرار گرفته است.



شکل ۸- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه جهتدار همگنسازی شده که پس از عملیات انحلال جزئی در هوا سرد شده و تحت عملیات پیرسازی قرار گرفته است.

کرویت رسوبات در	حجمى و فاكتور	ادیر اندازه، کسر	جدول۵- مق
پیرسازی	زئی یافته پس از	نههای انحلال جز	نمو

هوا	آب	محیط سرمایش بعد از انحلال جزئی نمونه پیرشده
2774714	۳۷۳±۹	اندازه (μm)
48/8±4	۴۳/۷±۲	کسر حجمی(٪)
۲۲/۶±۱/۸	۹۵/V±۱/۵	فاكتور كرويت(٪)

از طرفی تأثیری که سرعت سرد کردن بعدی میتواند داشته باشد معطوف به جوانهزنی گاماپرایم ثانویه در حین سرمایش است که وابسته به نرخ سرد کردن و فعال بودن پارامترهای سینتیکی است. به این معنی که سرد کردن از دمای انحلال جزئی در هوا به دلیل اعمال تحت تبرید مناسب و همین طور فراهم بودن شرایط سینتیکی، امکان جوانهزنی فاز گاماپرایم ثانویه را پدید میآورد. لذا در صورت حضور این جوانهها در ریزساختار، در مرحله پیرسازی با فعال شدن نفوذ به رشد خود ادامه خواهند داد.



شکل ۹- نمودار سختی بر حسب فاصله از پایین نمونه جهتدار ریختگی



ریختگی پس از همگن سازی

شکل (۱۱)، نمودار هیستوگرام سختی برای نمونه پیرسازی شدهای که بعد از عملیات انحلال جزئی در آب و یا هوا سرد شده است را نشان میدهد. همان طور که مشاهده می-شود، سختی در نمونهای که بعد از انحلال جزئی در آب سرد شده است، نسبت به نمونهای که در هوا سرد شده بیشتر است. زیرا افزایش سرعت سردکردن منجر به ریزتر شدن رسوبات گاماپرایم ثانویه پس از پایان مرحله پیرسازی شده و افزایش سختی را به همراه دارد [۲۲].

به طور کلی، سختی نمونه پیرسازی شده به واسطه بهبود مورفولوژی رسوبات گاماپرایم اولیه، افزایش کوهیرنسی آنها با زمینه و تشکیل رسوبات گاماپرایم ثانویه به طور چشم گیری نسبت به حالت ریختگی جهتدار افزایش یافته است. برای نمونههای سرد شده در آب پس از عملیات انحلال جزئی، زمینهی غنی از عناصر آلیاژی تشکیل دهنده گاماپرایم در مرحله پیرسازی مستعد جوانهزنی و رشد فازهای جدید گاماپرایم ثانویه است. با توجه به فوق اشباعیت بالاتر نمونههای سرد شده در آب نسبت به هوا این گمان وجود دارد که رسوبات گاماپرایم ثانویه تشکیل شده در مرحله پیرسازی برای نمونههای سرد شده در آب پس از انحلال جزئی ریزتر و چگالتر باشد. به طوری که تصویر بزرگنمایی شده در شکل (۷) نسبت به همان تصویر در شکل (۸)، این موضوع را نشان میدهد.

## ۳-۶- سختی سنجی

شکل (۹)، نتایج آزمون سختی سنجی بدست آمده از نمونه ریختگی جهت دار را نشان می دهد. در مقاطع عرضی به فواصل ۱۰، ۲۰ و ۳۰ میلی متر از ابتدای نمونه، ۱۰ عدد میکرو سختی سنجی به عمل آمد. حداکثر و حداقل مقدار سختی در هر مقطع حذف شد و میانگین ۸ عدد سختی باقیمانده در هر مقطع محاسبه شد. سپس پروفیل سختی از ابتدا تا انتهای نمونه رسم شد.

مطابق شکل (۹)، مشاهده می شود که سختی از ابتدا تا انتهای نمونه جهتدار ریختگی روند افزایشی دارد. از آنجا که کسر حجمی رسوبات گاماپایم اولیه در ابتدا و انتهای نمونه تقریباً برابر است، بنابراین می توان نتیجه گرفت که کاهش اندازه رسوبات گاماپرایم اولیه در بالای نمونه نسبت به پایین آن منجر به افزایش سختی در این ناحیه شده است.

شکل (۱۰)، نیز نتایج سختی سنجی نمونه جهت دار پس از همگن سازی بر حسب فاصله از ابتدای نمونه را نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود، سختی در سرتاسر نمونه بعد از عملیات همگن سازی در مقایسه با قبل از آن به واسطه کاهش کسر حجمی رسوبات گاماپرایم اولیه کاهش یافته است. همچنین تفاوت مقادیر سختی در کاهش یافته است. همچنین تفاوت مقادیر سختی در سرتاسر نمونه کمتر شده است. در واقع تفاوت سختی از ابتدا تا انتهای نمونه همگن سازی شده (شکل ۱۰) نسبت به قبل از آن (شکل ۹) کمتر شده است. این موضوع تأثیر به سزای این مرحله را روی یکنواختی و به بود ریز ساختار و سختی نشان می دهد.

- مراجع
- [1] Durand-Charre M., The microstructure of superalloys, CRC press, 1998.
- [2] Sajjadi S. A., Nategh S., Guthrie R. I., Study of microstructure and mechanical properties of high performance Ni-base superalloy GTD-111, Materials Science and Engineering: A, 2002, 325(1) 484-489.
- [3] Zhang X., et al., Effect of solidification rate on grain structure evolution during directional solidification of a Ni-based superalloy, Journal of Materials Science & Technology, 2013, 29(9) 879-883.

[۴] قنبری حقیقی م.، شبیهسازی عددی و فیزیکی فرآیند انجماد

جهتدار به روش بریجمن به منظور رشد تکبلورسوپر آلیاژ پایه نیکل، پایان نامه دکترا؛ دانشگاه علم و صنعت ایران؛ ۱۳۹۳.

[۵] کرمانپور ۱.، مدلسازی و شبیهسازی فرآیند انجماد جهتدار پرههای

توربين گازى صنعتى، پاياننامه دكترا؛ دانشگاه صنعتى شريف؛

.1771

- [6] Miller J. D., Pollock T. M., The effect of processing conditions on heat transfer during directional solidification via the Bridgman and liquid metal cooling processes, Metallurgical and Materials Transactions A, 2014, 45(1) 411-425.
- [7] Donachie M.J., Donachie S.J., Superalloys: A Technical Guide, ASM international, 2002.
- [8] 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(1) 376-381.
- [9] Dadkhah A., Kermanpur A., On the precipitation hardening of the directionally solidified GTD-111 Nibase superalloy: Microstructures and mechanical properties, Materials Science and Engineering: A, 2017, 685, 79-86.
- [10] Trexler M., Church B., Sanders T., Determination of the Ni<sub>3</sub> (Ti, Al) dissolution boundary in a directionally solidified superalloy, Scripta Materialia, 2006, 55(6) 561-564.
- [11] ASTM E92-82, Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, 2003.
- [12] 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(5) 1327-1334.

[۱۳] قنبری حقیقی م.، شبستری س.، ابوطالبی م.، بررسی تجربی و عددی ایجاد دانههای سرگردان در فرآیند رشد تک بلور سوپرآلیاژ پایه

نیکل، مهندسی متالورژی و مواد، ۱۳۹۶، ۲۸(۲) ۱۳–۲۶.

[۱۴] بابائی م.، عباسی م.، قاضی میرسعید م.، مصطفایی م.، اثر قطر

قالب بر ساختار انجماد جهتدار یافته سوپرآلیاژ GTD-111 در روش

بریجمن، ریخته گری، ۱۳۹۶، ۳۶ (۱۱۴) ۲-۸.

- [15] Zhang Y., Huang Y., Yang L., Li J., Evolution of microstructures at a wide range of solidification cooling rate in a Ni-based superalloy, Journal of Alloys and Compounds, 2013, 570 70-75.
- [16] Porter D.A., Easterling K. E., Sherif M., Phase Transformations in Metals and Alloys, CRC Press, 2009.
- [17] Masoumi F., Shahriari D., Jahazi M., Cormier J., Devaux A., Kinetics and Mechanisms of  $\gamma'$



شکل ۱۱– نمودار سختی برای نمونه انحلال جزئی یافته و سرد شده در دو محیط خنککاری مختلف بعد از عملیات پیرسازی

۴- نتیجه گیری

- ۱-میانگین اندازه رسوبات گاماپرایم اولیه در پایین نمونه ریختگی جهتدار در یک کسر حجمی ثابت نسبت به بالای نمونه، بزرگتر و تعداد آن در واحد سطح کمتر است. علت این موضوع مدل انتقال حرارت حاکم بر فرآیند انجماد جهتدار و در واقع بیشتر بودن نرخ سرمایش در بالای نمونه نسبت به پایین آن است. عملیات همگنسازی منجر به کاهش اندازه و کسر حجمی رسوبات گاماپرایم اولیه شد.
- ۲-رسوبات گاماپرایم اولیه در حین سرمایش از دمای انحلال جزئی در هوا دارای مورفولوژی مکعبی گوشهدار و نامنظم بود. در حالی که مورفولوژی این رسوبات پس از سرد شدن در آب از دمای انحلال جزئی، بصورت کروی یا مکعبی با گوشههای پخدار است. علت این موضوع تفاوت در نرخ سرمایش محیط خنککاری است.
- ۳-تأثیر عمده مرحله پیرسازی در جوانهزنی و رشد رسوبات گاماپرایم ثانویه است.
- ۴-سختی نمونه ریختگی جهتدار از پایین تا بالای آن بواسطه کاهش اندازه رسوبات گاماپرایم اولیه افزایش یافت. پس از عملیات همگنسازی، شیب سختی در سرتاسر نمونه جهتدار کمتر شد. عملیات پیرسازی نیز باعث افزایش سختی نمونه نسبت به حالت ریختگی و یا بعد از همگنسازی شد. به طوری که سختی نمونه سرد شده در آب بعد از انحلال جزئی، که تحت پیرسازی قرار گرفت بیشتر از نمونه سرد شده در هوا بود.

Reprecipitation in a Ni-based Superalloy, Scientific Reports, 2016, 28650.

- [18] Mullins W.W., Sekerka R.F., Morphological stability of a particle growing by diffusion or heat flow, Journal of Applied Physics, 1963, 34(2) 323-329.
- [19] Doherty R., Role of interfaces in kinetics of internal shape changes, Metal Science, 1982, 16(1) 1-14.
- [20] Yoo Y., Morphological instability of spherical  $\gamma'$  precipitates in a nickel base superalloy, Scripta Materialia, 2005, 53(1) 81-85.
- [21] He L.Z., Zheng Q., Sun X.F., Guan H.R., Hu Z.Q., Tieu A.K., Lu C., Zhu H.T., Effect of heat treatment on microstructures and tensile properties of Ni-base superalloy M963, Materials Science and Engineering: A, 2005, 398(1) 128-136.
- [22] Jackson M.P., Reed R.C., Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties, Materials Science and Engineering A, 1999, 259(1) 85-97.