

The Effect of Withdrawal Rate on the Microstructural Defects of a New Cobalt-nickel Based Directionally Solidified Superalloy

Fatemeh Abdolmaleki¹, Masumeh Seifollahi^{2*}, Sayed Mahdi Qazi mirsaeid³

1. MSc Student, Faculty of Material and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran.
2. Assistant Professor, Faculty of Material and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran.
3. MSc, Researcher, Faculty of Material and Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran, Iran.

*Corresponding Author's Email: m_seifollahi@mut.ac.ir (M. Seifollahi)

Paper History:

Received: 2023-06-21

Revised: 2023-08-21

Accepted: 2023-12-02

Keywords:

New Cobalt-Nickel Base,
Superalloy,
Withdrawal Rate Mold,
Eutectic,
Microporosity,
Segregation Elements

Abstract: The microstructure of new cobalt-nickel-based superalloys contains γ' precipitates. Withdrawal rate and temperature gradient are two important parameters affecting the formation of defects such as segregation, microporosity, and eutectic zones. This research discusses the impacts of the withdrawal rate on these defects. To this end, Bridgman furnace was used for directional growth of the samples under a vacuum at the withdrawal rates of 1.5, 3, and 6 mm/min. Upon increasing the speed of the withdrawal rate mold, segregation of the elements is reduced due to the shorter diffusion time. Co and W elements tend to segregate in the dendritic core while Al, Ti, and Ta tend to segregate in the inter-dendritic regions. Throughout the study, the size of microporosity decreased from 14.3 to 9.5 μm while increasing the withdrawal rate from 1.5 up to 6 mm/min. This decrease in the size of micropores resulted from the lack of melt feeding in the inter-dendritic areas. Moreover, the size of the eutectic zones decreased from 14.6 to 8.9 μm upon increasing the withdrawal rate from 1.5 up to 6 mm/min, mainly due to the smaller melt pools in the final stage of solidification.



<https://doi.org/10.30501/jamt.2023.396693.1278>

URL: https://www.jamt.ir/article_184326.html

1. INTRODUCTION

The microstructure of new cobalt-based superalloys shares similarity with that of the nickel-based superalloys and contains γ' phase distributed in γ austenite matrix. The γ' phase is an intermetallic ordered phase with an L_{12} lattice of A_3B stoichiometry, where A-sites occupy the $\{1/2, 1/2, 0\}$ face-centered positions, and B-sites occupy the $\{0, 0, 0\}$ corner positions. Here, γ' precipitates include the chemical composition of $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{M})$, where M can be tantalum, tungsten, titanium, niobium, etc. The dissolution temperature, volume fraction, precipitate strength, and lattice mismatch parameter of γ' depend on the chemical composition of this phase (Pandey et al., 2019). Superalloys gained widespread use in aircraft engines and industrial gas turbines owing to their excellent properties, good microstructural stability at high temperatures, and high resistance to oxidation and corrosion (Zhou et al., 2020).

Lian et al. (Lian et al., 2022) investigated the segregation coefficients of elements in the solidification microstructures of Co-Ni base superalloy single crystals with different withdrawal rates. The research results confirmed an almost uniform distribution of Co and Ni in the dendritic core and inter dendritic areas. The segregation coefficients of W and Cr elements are higher than one, indicating their tendency to separate in the dendrite core. On the contrary, the segregation coefficients of Ti, Ta, and Al elements are less than,

indicating their distribution in the inter-dendritic regions. The segregation of these elements increases with an increase in their withdrawal rates, as per the relation $(\Delta T/GV)$, where the diffusion time depends on the diffusion of elements at lower withdrawal rates. To be specific, a shorter diffusion time increases the likelihood of the segregation of alloy elements. Porosity is inherent in most cast parts that results in shrinkage caused by the local decrease in melt volume fraction during solidification. Throughout the directional solidification process, as the mold moves, melt confinement occurs in the inter-dendritic areas. The solidification and shrinking of the melt in these areas cannot compensate for the decrease in volume, hence creation of small holes in these areas. This type of shrinkage hole is one of the most common defects in directional solidification superalloys (Anton et al., 1985). Due to the formation of eutectic γ/γ' in the last stage of solidification, nucleation sites and growth space are limited by the solidifying dendrites. An increase in the withdrawal rate creates a finer dendritic structure and consequently, smaller eutectic regions. The eutectic volume fraction depends on the remaining melt after the formation of the dendritic arms. At higher rates, the amount of eutectic decreases, hence more uniform distribution in the structure (Liu et al., 2010).

The purpose of this research is to investigate the effect of the withdrawal rate on the segregation rate of elements, micro-porosity, and eutectic zones. While



previous articles have explored the impact of the withdrawal rate on the size of eutectic zones and microporosity in new cobalt-nickel-based single crystal superalloys, no research has yet addressed the directional solidification of new cobalt-nickel-based superalloys.

2. MATERIALS AND METHODS

This study utilized a cobalt-nickel-based superalloy with the chemical composition given in Table 1. Alloying and casting of the primary ingot were conducted in a VIM furnace under a vacuum of 10-3 mbar. The directional solidification process was carried out in a laboratory Bridgman furnace under vacuum inside a cylindrical aluminum mold on a copper cooling plate cooled by a water jet system. The withdrawal rates of the samples were obtained as 1/5, 3, and 6 mm/min. The diameter and length of the samples are 14 mm and 200 mm, respectively. Followed by casting, the samples were cut longitudinally and transversely to examine their structure. In order to study the microstructure, the samples were polished and etched in 10 mL HCl:1 mL HNO₃:10 mL H₂O₂ solution. The microstructure was examined using Olympus optical microscope and FE-SEM VEGA3 TESCAN microscopy equipped with EDS analysis.

Table 1. The nominal composition of the new cobalt-nickel superalloy used in this research (wt%).

Cr	W	Al	Ni	Co
8	17/1	3/4	22/7	41/55
C	Mo	Nb	Ta	Ti
0/055	1/48	1/43	2/8	1/48

3. RESULTS AND DISCUSSION

Figures 1 (a and b) show the changes in the segregation coefficients of the alloy elements with the withdrawal rate. The segregation coefficient is defined as the ratio of the chemical composition (weight percentage) of the desired element in the dendritic core to the inter-dendritic area. In this study, titanium, tantalum, and niobium elements were separated in the inter-dendritic regions (segregation coefficient less than 1) while tungsten was strongly distributed in the core of the dendrite (the segregation coefficient is greater than one). The concentration of cobalt and chromium is higher in the dendritic core than that in the interdendritic region. However, the segregation coefficient of cobalt is somewhat close to unity at different rates and is much lower than that of tungsten. The value of the segregation coefficient of aluminum, nickel, and molybdenum elements is also close to unity and has not changed considerably with a change in the withdrawal rate. With an increase in the withdrawal rate from 1.5 up to 6 mm/min, the segregation coefficients of aluminum and molybdenum increased following a relatively uniform trend until they reached the unit value. In other words, the intensity of its segregation decreased, showing a uniform distribution in the casting structure. The segregation coefficients of titanium, tantalum, and niobium move away from the unit value with an increase in the withdrawal rate. In general, it seems that followed

by an increase in the rate of withdrawing, thermal gradient, and enhanced cooling rate, an optimal distribution of alloy elements will be achieved, with the exception of titanium and niobium.

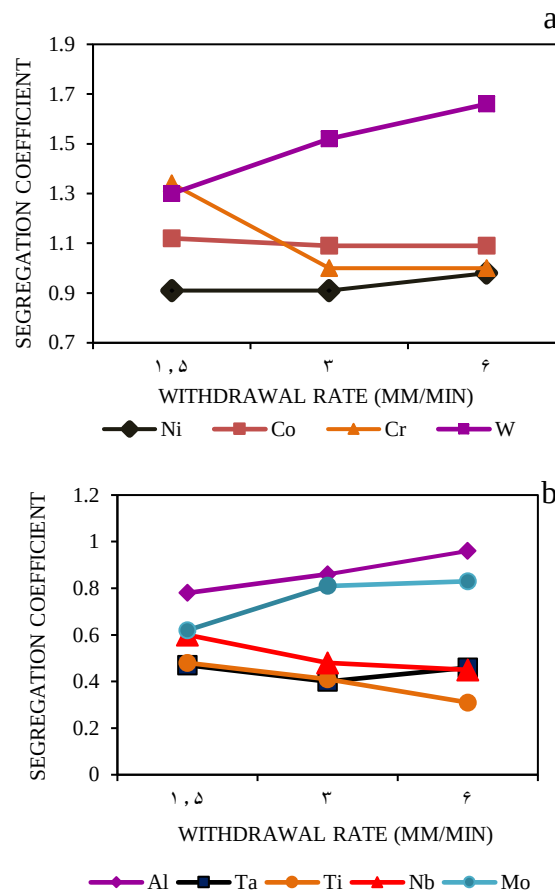


Figure 1. Segregation behavior of alloy elements (l) Ni, Co, Cr, and W; (b) Ti, Mo, Ta, Nb, and Al with withdrawal rate in directional solidification process.

Increasing the withdrawal rate leads to a decrease in the distance between the primary and secondary dendritic arms. In addition, increasing the withdrawal rate leads to an elevation in the cooling rate, as a result of which, more heat transfer occurs that provides the required conditions for the formation of more grains. Given that eutectic regions are formed in the final stages of solidification, the nucleation sites and their growth are limited by dendrites. In fact, increasing the withdrawal rate leads to a finer rate ranging from 1.5 to 6 mm/min while the average size of the eutectic islands decreased from 14.6 to 8.9 μm . This decrease seems to be caused by the reduction in the distance of the dendritic arms and consequently, in the size of the melt pools in the final stage of solidification. However, with an increase in withdrawal rate from 1.5 up to 6 mm/min, the surface percentage of the eutectic islands decreased from 2.8 to 1.2 due to the finer dendritic structure and more eutectic nucleation sites at a high withdrawal rate.

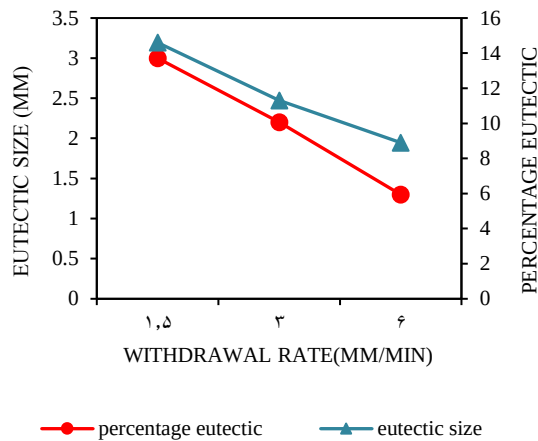


Figure 2. Diagram of eutectic size and volume percentage at different withdrawal rate.

Since the volume fraction of microporosity plays a significant role in alloy failure, microporosity in different areas of the directional solidified samples was examined using an optical microscope, and their average percentage was calculated using the withdrawal rate. These values are reported in Table 2. Followed by increasing the withdrawal rate from 1.5 up to 6 mm/min, the size of microporosity decreased from 14.3 to 9.5 μm . However, increasing the withdrawal rate from 1.5 up to 3 mm/min led to a decrease in the porosity percentage from 0.26 to 0.23. Upon further increasing the withdrawal rate, the porosity will increase up to 0.16% in 6 mm/min.

Table 2. The behavior of microporosity with withdrawal rate.

withdrawal rate (mm/min)	1/5	3	6
Porosity percentage	0/26	0/23	0/16
The number of porosity in each section	130	137	155
Pore diameter (μm)	14/3	12/8	9/5

4. CONCLUSION

Upon increasing the withdrawal rate from 1.5 up to 6 mm/min, the percentage of porosity decreases from 0.26 to 0.16. Tungsten and cobalt tend to segregate in the dendrite core while aluminum, titanium, and tantalum tend to segregate in the inter-dendritic areas. In addition, the segregation coefficients of nickel, chromium, and molybdenum are close to one. Once the withdrawal rate increases from 1.5 up to 6 mm/min, the average size of eutectic islands will decrease from 14.6 to 8.9 μm .

5. ACKNOWLEDGEMENT

I feel it necessary to express my gratitude to my supervisor and faculty of Malik Ashtar University of Technology who assisted me in carrying out this research.

REFERENCES

1. Anton, D., & Giamei, A. (1985). Porosity distribution and growth during homogenization in single crystals of a nickel-base superalloy. *Materials Science and Engineering*, 76, 173-180. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(85\)90091-6](https://doi.org/10.1016/0025-5416(85)90091-6)
2. Lian, Y., Gao, L., Hu, P., Yin, Q., Wang, X., Wen, Z., & Wang, J. (2022). Effect of withdrawal rate on the microstructure and mechanical properties of a novel monocrystalline CoNi-based superalloy. *Materials Today Communications*, 30, 103053. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.103053>
3. Liu, C., Shen, J., Zhang, J., & Lou, L. (2010). Effect of withdrawal rates on microstructure and creep strength of a single crystal superalloy processed by LMC. *Journal of Materials Science & Technology*, 26(4), 306-310. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(10\)60050-3](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(10)60050-3)
4. Pandey, P., Makineni, S. K., Samanta, A., Sharma, A., Das, S. M., Nithin, B., Srivastava, C., Singh, A. K., Raabe, D., & Gault, B. (2019). Elemental site occupancy in the L12 A3B ordered intermetallic phase in Co-based superalloys and its influence on the microstructure. *Acta Materialia*, 163, 140-153. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.09.049>
5. Zhou, X., Fu, H., Xue, F., Zhang, Y., & Xie, J. (2020). Abnormal precipitation of the μ phase during solution treatment of γ' -strengthened Co-Ni-Al-W-based superalloys. *Scripta Materialia*, 181, 30-34. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.02.010>



مقاله کامل پژوهشی

اثر سرعت بیرون کشی قالب در فرایند انجماد جهت دار در عیوب ریز ساختاری سوپرآلیاژ پایه کبالت - نیکل نسل جدید

فاطمه عبدالملکی^۱، معصومه سیف اللهی^{۲*}، سید مهدی قاضی میرسعید^۳

^۱ دانشجوی کارشناسی ارشد، مجتمع مواد و فناوری های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

^۲ استادیار، مجتمع مواد و فناوری های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

^۳ کارشناس ارشد، استادیار، مجتمع مواد و فناوری های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

تاریخچه مقاله:

ثبت اولیه: ۱۴۰۲/۰۳/۳۱

بازنگری: ۱۴۰۲/۰۵/۳۰

پذیرش قطعی: ۱۴۰۲/۰۹/۱۱

کلیدواژه ها:

سوپرآلیاژ پایه کبالت - نیکل نسل جدید،
سرعت بیرون کشی قالب،
یوتکتیک، میکروتخلخل،
جدایش عناصر

چکیده ساختار سوپرآلیاژهای پایه کبالت - نیکل نسل جدید حاوی رسوبات γ' است. سرعت بیرون کشی قالب و گرادیان دمایی از پارامترهای مهم تأثیرگذار در عیوبی نظیر جدایش عناصر آلیاژی، تشکیل میکروتخلخل ها و مناطق یوتکتیک هستند. در این پژوهش، به تأثیر سرعت بیرون کشی قالب در این عیوب پرداخته شده است. بدین منظور، از کوره بریچمن برای رشد جهت دار نمونه ها، تحت خلأ در سرعت های بیرون کشی قالب ۱/۵، ۳ و ۶ mm/min استفاده شد. با افزایش سرعت بیرون کشی قالب، جدایش عناصر آلیاژی به دلیل کوتاه تر بودن زمان نفوذ کاهش می یابد. عناصر W و Co تمایل به جدایش در هسته دندریت و عناصر Al، Ti و Ta تمایل به جدایش در نواحی بین دندریتی دارند. همچنین، اندازه میکروتخلخل ها با افزایش سرعت بیرون کشی از ۱/۵ تا ۶ mm/min از ۱۴/۳ به ۹/۵ μm کاهش یافته است. کاهش اندازه میکروتخلخل ها می تواند ناشی از عدم تغذیه مذاب در نواحی بین دندریتی باشد. اندازه مناطق یوتکتیک نیز با افزایش سرعت بیرون کشی از ۱/۵ تا ۶ mm/min از ۱۴/۶ به ۸/۹ μm کاهش می یابد که می تواند به دلیل کوچک تر شدن حوضچه های مذاب در مرحله نهایی انجماد باشد.



<https://doi.org/10.30501/jamt.2023.396693.1278>

URL: https://www.jamt.ir/article_184326.html

۱- مقدمه

در دمای بالا و مقاومت عالی در برابر اکسیداسیون و خوردگی، کاربرد گسترده ای در موتورهای هواپیما و توربین های گاز صنعتی دارند (Zhou et al., 2020). فرایند انجماد جهت دار باعث منظم شدن آرایش دانه ها و قرارگیری آن ها در جهت مشخص می شود. جهت دار شدن به بهبود خواص فیزیکی و مکانیکی منجر خواهد شد. به منظور دستیابی به انجمادی پیوسته و ریزساختاری با آرایش منظم و جهت دار، بهتر است گرادیان دمایی (G) در نمونه های ریختگی کنترل شود. گرادیان دمایی در مذاب جلوی فصل مشترک جامد - مایع (G_L) نیز پارامتر کلیدی است که کنترل آن به انجماد پیوسته در راستای محور نمونه منجر شده و از ایجاد دانه های هم محور (که در مناطق تحت مادون انجماد ترکیبی قرار گرفته ایجاد می شوند) جلوگیری می کند.

ساختار سوپرآلیاژهای پایه کبالت نسل جدید مشابه ساختار سوپرآلیاژهای پایه نیکل حاوی فاز γ' است و رسوبات مکعبی γ' داخل زمینه آستنیت γ توزیع شده اند. فاز γ' فاز منظم شده بین فلزی است که شبکه $L1_2$ با استوکیومتری A_3B را تشکیل می دهد، A موقعیت های $\{1/2, 1/2, 0\}$ و B موقعیت های گوشه $\{0, 0, 0\}$ را اشغال می کنند. رسوبات γ' دارای ترکیب شیمیایی $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{M})$ است که M می تواند عناصر فلزی نظیر تانتالیم، تنگستن، تیتانیم و نایوبیم یا ترکیبی از این عناصر باشد. با تغییر ترکیب شیمیایی فاز γ' ، دمای انحلال، کسر حجمی، استحکام رسوبات، پارامتر عدم انطباق شبکه و انرژی نقص چیدمان تغییر می کنند (Pandey et al., 2019). سوپرآلیاژها، به دلیل خواص عالی در دمای بالا، پایداری ریزساختاری خوب

*عهده دار مکاتبات: معصومه سیف اللهی

نشانی: مجتمع مواد و فناوری های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

پیام نگار: m_seifollahi@mut.ac.ir

تخلخل در بیشتر قطعات ریختگی به صورت ذاتی وجود دارد و حاصل انقباض ناشی از کاهش موضعی حجم مذاب است که در حین انجماد رخ می‌دهد. در حین حرکت قالب در فرایند انجماد جهت‌دار، حبس مذاب در نواحی بین‌دندریتی اتفاق می‌افتد. هنگام انجماد و انقباض مذاب در این نواحی، امکان تغذیه مجدد به منظور جبران کاهش حجم وجود ندارد. لذا، حفره کوچکی در این مناطق ایجاد می‌شود. این نوع حفرات انقباضی از رایج‌ترین عیوب موجود در سوپرآلیاژهای انجماد جهت‌دار شده هستند (Anton & Giamei, 1985).

به دلیل تشکیل یوتکتیک γ/γ' در مرحله آخر انجماد، مکان‌های جوانه‌زنی و فضای رشد توسط دندریت‌های انجماد یافته محدود می‌شود. افزایش سرعت بیرون‌کشی باعث ایجاد ساختار دندریتی ریزتر و در نتیجه نواحی یوتکتیک کوچک‌تر می‌شود. کسر حجمی یوتکتیک به میزان مذاب باقی‌مانده پس از تشکیل بازوهای دندریتی وابسته است. در سرعت بالاتر، میزان یوتکتیک کاهش می‌یابد و به شکل یکنواخت‌تری در ساختار توزیع می‌شود (Liu et al., 2010).

هدف از انجام این پژوهش بررسی تأثیر سرعت بیرون‌کشی در میزان جدایش عناصر آلیاژی، میکروتخلخل‌ها و مناطق یوتکتیک است. پیش‌ازین، درباره تأثیر سرعت بیرون‌کشی در اندازه مناطق یوتکتیک و میکروتخلخل در سوپرآلیاژهای تک‌بلور پایه کبالت - نیکل نسل جدید مقالاتی ارائه شده است، ولی درخصوص انجماد جهت‌دار سوپرآلیاژهای پایه کبالت - نیکل نسل جدید مقاله‌ای نوشته نشده است.

۲- روش تحقیق

در این تحقیق، از سوپرآلیاژ پایه کبالت - نیکل با ترکیب شیمیایی مطابق با جدول ۱ استفاده شده است. برای اندازه‌گیری ترکیب شیمیایی از دستگاه کوانتومتری مدل lab Vario شرکت Benek استفاده شد. فرایند آلیاژسازی و ریخته‌گری شمش اولیه در کوره VIM تحت خلأ 10^{-3} mbar انجام شد. فرایند انجماد جهت‌دار در کوره بریجمن آزمایشگاهی تحت خلأ و درون یک قالب آلومینایی استوانه‌ای روی یک صفحه مبرد مسی خنک شونده با سیستم آبگرد انجام شد. حدود ۲ ساعت پس از بارریزی مذاب به داخل قالب و پایدار شدن مذاب، مجموعه

به‌علاوه، سرعت رشد (V) نیز به همراه گرادیان دمایی در ریخت‌شناسی، عیوب بلوری، خواص مکانیکی تأثیرگذار خواهد بود (Liu et al., 2010).

طی چند دهه گذشته، تحقیقات گسترده انجام‌شده درباره ریزجدایش در سوپرآلیاژهای ریختگی انجماد جهت‌دار شده و تک‌بلور نشان داده که رفتار جدایش عناصر آلیاژی به پارامترهای فرایند و عناصر آلیاژی بستگی دارد. ونگ (Wang et al., 2014) نشان داده که گرادیان حرارتی بیشتر، در جبهه انجماد، تا حد زیادی به کاهش جدایش منجر می‌شود. طبق گزارش برخی مراجع (YU et al., 2010)، با افزایش سرعت بیرون‌کشی، میزان جدایش ابتدا افزایش و سپس کاهش می‌یابد. برخی پژوهشگران (Caldwell et al., 2004) نیز گزارش داده‌اند که افزودنی‌های آلیاژی تأثیر بسزایی در میزان جدایش حین انجماد دارد. ضریب جدایش عبارت است از نسبت ترکیب شیمیایی در ناحیه بین‌دندریتی به مغز دندریت. در نتیجه، عناصری که طی انجماد به مغز دندریت‌ها جدایش می‌یابند دارای ضریب جدایش کوچک‌تر از واحد هستند. ضریب جدایش بزرگ‌تر به معنی میزان جدایش بیشتر به ناحیه بین‌دندریتی است (YU et al., 2010).

لیان و همکاران (Lian et al., 2022) ضرایب جدایش عناصر آلیاژی در ریزساختارهای انجماد تک‌بلور سوپرآلیاژ پایه Co-Ni با سرعت‌های بیرون‌کشی گوناگون را بررسی کردند. نتایج پژوهش نشان‌دهنده توزیع تقریباً یکنواخت Co و Ni در هسته دندریت و نواحی بین‌دندریتی است. ضریب جدایش عناصر W و Cr نیز بیشتر از یک است که نشان می‌دهد این عناصر بیشتر تمایل به جدایش در هسته دندریت را دارند. از طرفی، ضریب جدایش عناصر Ti, Ta و Al از یک کمتر است که جای‌گیری این عناصر در نواحی بین‌دندریتی را نشان می‌دهد. جدایش عناصر آلیاژی با افزایش سرعت بیرون‌کشی افزایش می‌یابد. طبق رابطه ۱، زمان نفوذ در نفوذ عناصر با سرعت‌های بیرون‌کشی کمتر مؤثر است. درواقع، هر چقدر زمان نفوذ کوتاه‌تر باشد، احتمال جدایش عناصر آلیاژی بیشتر است.

$$\left(\frac{1}{GV}\right) \sim \Delta T \quad (\text{معادله ۱})$$

ΔT زمان نفوذ، G گرادیان دمایی و V سرعت بیرون‌کشی است.

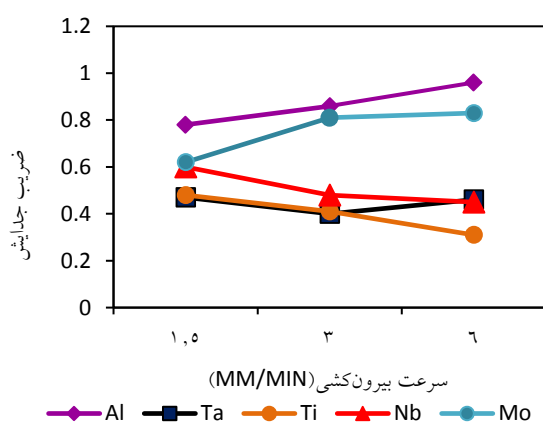
به منظور بررسی میکروتخلخل ها، پس از سنباده زنی از مش ۸۰ تا ۳۰۰۰ و پولیش، تصاویر میکروسکوپی به کمک میکروسکوپ نوری مدل Olympus BX51 تهیه شد. همچنین، برای بررسی مناطق یوتکتیک، از محلول اچ 10 mL HCl:1 mL HNO_3 :10 mL H_2O_2 با زمان متغیر به مدت ۵ تا ۸ دقیقه استفاده شد. بررسی جدایش عناصر آلیاژی به روش آنالیز نقطه ای EDS توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی FE-SEM مدل VEGA3 TESCAN انجام شد.

قالب و صفحه مبرد آبرگرد، با سرعت پایین، از ناحیه گرم با دمای ۱۴۵۰ درجه سلسیوس به ناحیه سرد حرکت داده شدند. قطر نمونه ها ۱۴ میلی متر و طول آن ها ۲۰۰ میلی متر است. سرعت بیرون کشی نمونه ها ۳،۱/۵ و ۶ mm/min در نظر گرفته شد. نمونه ها پس از ریخته گری برای بررسی ساختاری در راستای طولی و عرضی برش داده شده اند.

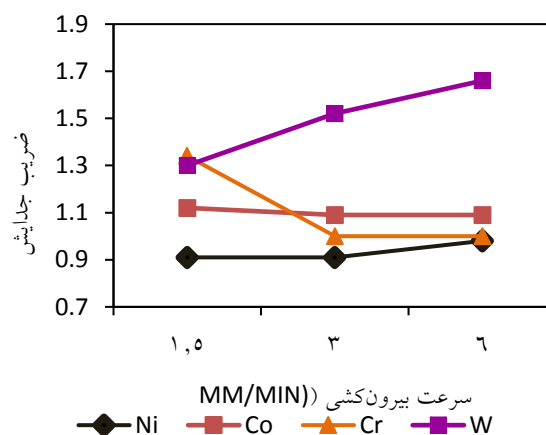
جدول ۱. ترکیب اسمی سوپرآلیاژ پایه کبالت - نیکل نسل

جدید مورد استفاده در این پژوهش (wt%)

Cr	W	Al	Ni	Co
۸	۱۷/۱	۳/۴	۲۲/۷	۴۱/۵۵
C	Mo	Nb	Ta	Ti
۰/۰۵۵	۱/۴۸	۱/۴۳	۲/۸	۱/۴۸



ب



الف

شکل ۱. رفتار جدایش عناصر آلیاژی (الف) Ni، Co، Cr و W (ب) Ti، Mo، Ta، Nb و Al با سرعت بیرون کشی در فرایند انجماد جهت دار

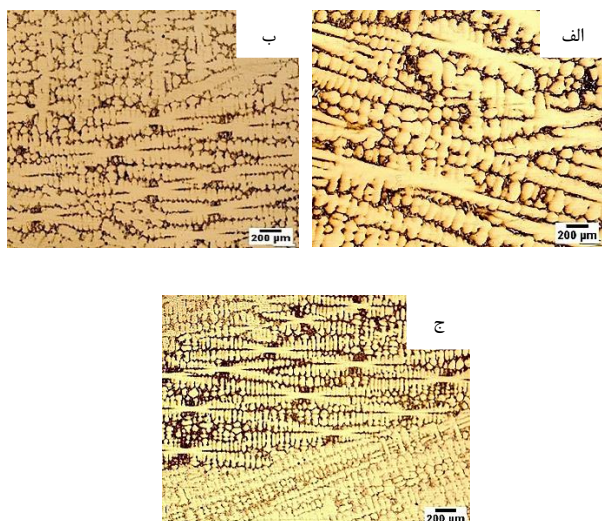
توجه به نتایج به دست آمده و تعریف ضریب جدایش، عناصر تیتانیم، تانتالیم و نیوبیم در نواحی بین دندریتی (ضریب جدایش کمتر از ۱) جدایش یافته اند، در حالی که تنگستن به شدت در هسته دندریت (ضریب جدایش بیشتر از یک) توزیع شده است. غلظت کبالت و کروم در هسته دندریت بیشتر از ناحیه بین دندریتی است. با این حال، ضریب جدایش کبالت تا حدودی در سرعت های گوناگون به مقدار واحد نزدیک است و بسیار کمتر از ضریب جدایش تنگستن است. مقدار ضریب جدایش عناصر آلومینیم، نیکل و مولیبدن نیز به واحد نزدیک بوده و، با تغییر سرعت بیرون کشی، تغییر چندانی نیافته است. با افزایش سرعت

۳- نتایج و بحث

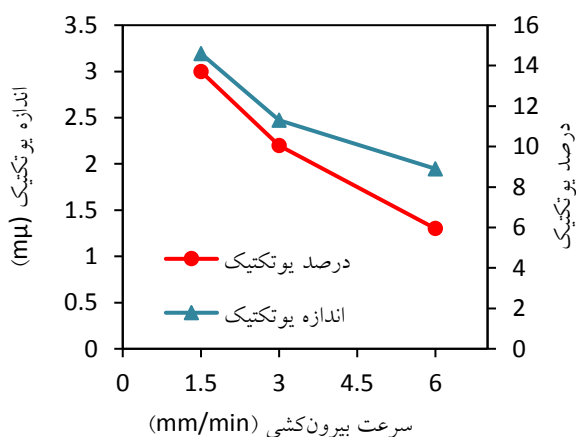
۳-۱- جدایش میکروسکوپی

شکل های ۱ (الف و ب) تغییرات ضریب جدایش عناصر آلیاژی با سرعت بیرون کشی را نشان می دهند. ضریب جدایش در برخی منابع به عنوان نسبت ترکیب شیمیایی عنصر مورد نظر در هسته دندریت به ناحیه بین دندریتی تعریف شده است (Ding et al., 2014)، در حالی که در برخی دیگر، به صورت عکس است. با این حال، به منظور تحلیل نتایج این پژوهش، ضریب جدایش به صورت نسبت ترکیب شیمیایی (درصد وزنی) عنصر مورد نظر در هسته دندریت به ناحیه بین دندریتی تعریف شده است. با

بیشتری اتفاق می‌افتد و شرایط برای تشکیل تعداد دانه‌های بیشتر فراهم می‌شود. با توجه به این‌که مناطق یوتکتیک در مراحل نهایی انجماد تشکیل می‌شوند، مکان‌های جوانه‌زنی و رشد توسط دندریت‌ها محدود می‌شود. درواقع، افزایش سرعت بیرون‌کشی به ساختار دندریتی ظریف‌تر می‌انجامد. در پژوهش حاضر، اندازه و کسر حجمی یوتکتیک در تصاویر میکروسکوپی نوری از نواحی گوناگون نمونه‌های انجماد جهت‌دار شده محاسبه شده است. سپس، میانگین مقادیر حاصل در نمودار شکل ۳ ارائه شده است. شکل ۴ تصویری از جزیره یوتکتیک را برای نمونه جهت‌دار شده با سرعت بیرون‌کشی متفاوت نشان می‌دهد.



شکل ۲. فاصله بازوهای دندریتی براساس سرعت بیرون‌کشی (الف) ۱/۵ mm/min، (ب) ۳ mm/min و (ج) ۶ mm/min



شکل ۳. نمودار اندازه و درصد حجمی یوتکتیک در سرعت‌های بیرون‌کشی گوناگون

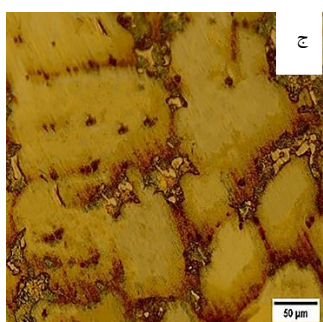
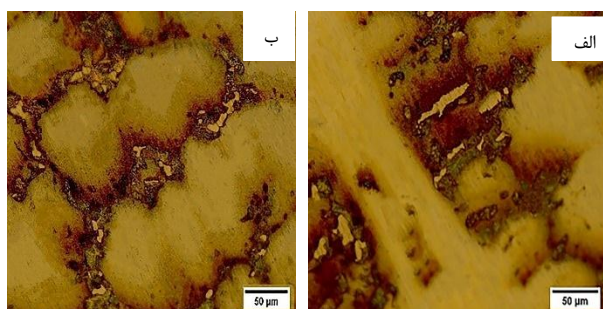
بیرون‌کشی از ۱/۵ تا ۶ mm/min، ضریب جدایش آلومینیم و مولیبدن با روندی نسبتاً یکنواخت افزایش یافته و به مقدار واحد نزدیک شده است. به عبارتی، شدت جدایش آن کاهش یافته است که نشان‌دهنده پراکندگی یکنواخت این عناصر در حالت ریختگی است. عناصر تیتانیم و تانتالیم و نیوبیم با افزایش سرعت بیرون‌کشی از مقدار واحد بیشتر فاصله می‌گیرند. انجماد دندریتی باعث تغییر در ترکیب شیمیایی یعنی ایجاد جدایش عناصر آلیاژی بین هسته دندریت و مناطق بین‌دندریتی می‌شود. این عمل از طریق پس‌زده شدن عناصر حل‌شونده به درون مذاب در حین رشد رخ می‌دهد. بنابراین، میزان جدایش با توجه به مقدار عنصر حل‌شونده تغییر می‌کند. از آنجاکه خواص مکانیکی سوپرآلیاژها بستگی شدیدی به جزئیات ساختار میکروسکوپی آن دارد، میزان جدایش عناصر آلیاژی ناشی از انجماد جهت‌دار، در شرایط گوناگون، تأثیر شدیدی در سازوکارهای استحکام‌بخشی آن‌ها خواهد گذاشت.

به‌طور کلی، به نظر می‌رسد که با افزایش سرعت بیرون‌کشی و در نتیجه گرادیان حرارتی و، به تبع آن، افزایش سرعت سرد شدن، توزیع بهینه‌ای از عناصر آلیاژی به‌استثنای تیتانیم و نیوبیم حاصل شده است. درواقع، شدت جدایش عناصر آلیاژی کمتر شده است. طبق گزارش برخی منابع (Liu et al., 2010; Zhuhuan et al., 2010)، با افزایش سرعت سرد شدن، میزان جدایش ابتدا افزایش و سپس کاهش می‌یابد. همچنین، در گزارشی (Wang et al., 2014) آمده است که، با افزایش سرعت بیرون‌کشی، میزان جدایش کاهش می‌یابد. زمانی که این ضریب برابر با یک باشد، عناصر کاملاً همگن در ساختار توزیع می‌شوند. اگر ضریب جدایش از مقدار واحد انحراف داشته باشد، به این معنی است که عناصر ترجیحاً به سمت مرکز دندریت یا مناطق بین‌دندریتی در حین انجماد نفوذ می‌کنند. هر چه انحراف از مقدار واحد بیشتر باشد، شدت جدایش عنصر نیز بیشتر خواهد بود.

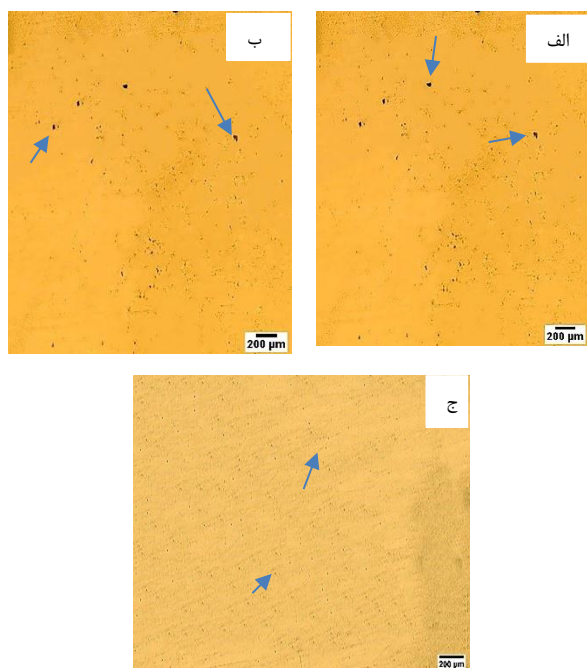
۲-۳- مناطق یوتکتیک

شکل ۲ دندریت‌های اولیه و ثانویه در سرعت‌های بیرون‌کشی گوناگون را نمایش می‌دهد. همان‌طور که در بخش مقدمه گفته شد، افزایش سرعت بیرون‌کشی موجب کاهش فاصله بازوهای دندریتی اولیه و ثانویه می‌شود. افزایش سرعت بیرون‌کشی به افزایش سرعت سرد شدن منجر می‌شود و در نتیجه انتقال حرارت

خلا، امکان تشکیل تخلخل های گازی به مراتب کمتر از تخلخل های انقباضی خواهد بود.



شکل ۴. تصویر میکروسکوپ نوری از جزایر یوتکتیک نمونه جهت دار شده تحت سرعت بیرون کشی قالب (الف) ۱/۵mm/min، (ب) ۳mm/min و (ج) ۶mm/min



شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزتخلخل های موجود در نمونه های انجماد جهت دار شده (الف) سرعت بیرون کشی ۱/۵mm/min، (ب) سرعت بیرون کشی ۳mm/min و (ج) سرعت بیرون کشی ۶mm/min

با افزایش سرعت بیرون کشی از ۱/۵ تا ۶mm/min، میانگین اندازه جزایر یوتکتیک از ۱۴/۶ تا ۸/۹ μm کاهش یافته است. به نظر می رسد که این کاهش اندازه یوتکتیک ناشی از کاهش فاصله بازوهای دندریتی و، به تبع آن، کاهش اندازه حوضچه های مذاب در مرحله نهایی انجماد باشد. از طرفی، با افزایش سرعت بیرون کشی از ۱/۵ تا ۶mm/min، درصد سطحی جزایر یوتکتیک از ۲/۸ به ۱/۲ کاهش یافته است. دلیل این امر می تواند ریز شدن ساختار دندریتی و افزایش مکان های جوانه زنی یوتکتیک (مذاب نهایی بین دندریتی) در سرعت های بالای بیرون کشی باشد (Rajabi Nejad et al., 2022).

۳-۳- بررسی ریزتخلخل ها

از آنجایی که کسر حجمی ریزتخلخل موجود در تمام نواحی قطعات نهایی نقش بارزی در شکست آن ها دارد، ریزتخلخل در نواحی گوناگون نمونه های انجماد جهت دار شده توسط میکروسکوپ نوری بررسی و میانگین درصد آن ها برحسب سرعت بیرون کشی محاسبه شد. این مقادیر در جدول ۲ گزارش شده اند. همچنین، در شکل ۵، تصاویری از ریزتخلخل موجود در نمونه های انجماد جهت دار شده نمایش داده شده است. ملاحظه می شود که، با افزایش سرعت بیرون کشی از ۱/۵ تا ۶mm/min، اندازه ریزتخلخل ها از ۱۴/۳ تا ۹/۵ μm کاهش یافته است. با این حال، افزایش سرعت بیرون کشی از ۱/۵ تا ۳mm/min به کاهش درصد تخلخل از ۰/۲۶ تا ۰/۲۳ منجر شده است. با این حال، با افزایش بیشتر سرعت بیرون کشی، میزان تخلخل تا ۰/۱۶ درصد در ۶mm/min افزایش یافته است. برخی تخلخل ها با فلش بر روی شکل ۶ نشان داده شده اند. ریزتخلخل ها یکی از مهم ترین عوامل گسیختگی خزشی و شکست خستگی در سوپرآلیاژهای انجماد جهت دار شده است. بیشتر آن ها در حین انجماد مذاب بین دندریتی در مرحله پایانی انجماد به دلیل عدم تغذیه مذاب ایجاد می شوند که به حفرات انقباضی یا حفرات انجمادی موسوم هستند. علاوه بر این، امکان ایجاد تخلخل های پراکنده گازی در ساختار وجود دارد (Yue et al., 2017). با این حال، با توجه به انجام فرایند انجماد جهت دار تحت

- Caldwell, E., Fela, F., & Fuchs, G. (2004). The segregation of elements in high-refractory-content single-crystal nickel-based superalloys. *JOM*, 56, 44-48. <https://doi.org/10.1007/s11837-004-0200-9>
- Ding, X., Mi, T., Xue, F., Zhou, H., & Wang, M. (2014). Microstructure formation in γ - γ' Co-Al-W-Ti alloys during directional solidification. *Journal of Alloys and Compounds*, 599, 159-163. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.02.068>
- Lian, Y., Gao, L., Hu, P., Yin, Q., Wang, X., Wen, Z & Wang, J. (2022). Effect of withdrawal rate on the microstructure and mechanical properties of a novel monocrystalline CoNi-based superalloy. *Materials Today Communications*, 30, 103053. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.103053>
- Liu, C., Shen, J., Zhang, J., & Lou, L. (2010). Effect of withdrawal rates on microstructure and creep strength of a single crystal superalloy processed by LMC. *Journal of Materials Science & Technology*, 26(4), 306-310. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(10\)60050-3](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(10)60050-3)
- Pandey, P., Makineni, S. K., Samanta, A., Sharma, A., Das, S. M., Nithin, B., Srivastava, C., Singh, A. K., Raabe, D., & Gault, B. (2019). Elemental site occupancy in the L12 A3B ordered intermetallic phase in Co-based superalloys and its influence on the microstructure. *Acta Materialia*, 163, 140-153. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.09.049>
- Rajabi Nejad, S., Seifollahi, M., Abbasi, S. M., & Ghazi Mirsaeed, S. M. (2022). Influence of Withdrawal Rate on As-Cast Microstructure and Stress-Rupture Life of Directionally Solidified Rene80 Superalloy. *Journal of Advanced Materials and Processing*, 10(2), 29-38. [20.1001.1.2322388.2022.10.2.4.9](https://doi.org/10.1001/1.2322388.2022.10.2.4.9)
- Wang, F., Ma, D., Zhang, J., Bogner, S & Bührig-Polaczek, A. (2014). A high thermal gradient directional solidification method for growing superalloy single crystals. *Journal of Materials Processing Technology*, 214(12), 3112-3121. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.07.020>
- YU, Z.-h., Lin, L., ZHAO, X.-b., ZHANG, W.-g., ZHANG, J., & FU, H.-z. (2010). Effect of solidification rate on MC-type carbide morphology in single crystal Ni-base superalloy AM3. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 20(10), 1835-1840. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(09\)60382-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(09)60382-4)
- Yue, Q., Liu, L., Yang, W., Huang, T., Zhang, J., Fu, H., & Zhao, X. (2017). Influence of withdrawal rate on the porosity in a third-generation Ni-based single crystal superalloy. *Progress in Natural Science: Materials International*, 27(2), 236-243. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2017.02.008>
- Zhou, X., Fu, H., Xue, F., Zhang, Y., & Xie, J. (2020). Abnormal precipitation of the μ phase during solution treatment of γ' -strengthened Co-Ni-Al-W-based superalloys. *Scripta Materialia*, 181, 30-34. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.02.010>
- Zhuhuan, Y., Lin, L., Xinbao, Z., Weiguo, Z., Jun, Z., & Hengzhi, F. (2010). Effect of solidification parameters on the microstructures of a single crystal Ni-based superalloy AM3. *China Foundry*, 7(3), 217-223. [10.1016/j.proeng.2011.12.570](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2011.12.570)

جدول ۲. رفتار ریزتخلخل‌ها با سرعت بیرون‌کشی

سرعت بیرون‌کشی (mm/min)	۱/۵	۳	۶
درصد تخلخل	۰/۲۶	۰/۲۳	۰/۱۶
تعداد تخلخل در هر مقطع	۱۳۰	۱۳۷	۱۵۵
قطر تخلخل (μm)	۱۴/۳	۱۲/۸	۹/۵

۴- نتیجه‌گیری

با افزایش سرعت بیرون‌کشی از ۱/۵ تا ۶mm/min، درصد تخلخل‌ها از ۰/۲۶ به ۰/۱۶ کاهش می‌یابد. درواقع، با افزایش سرعت بیرون‌کشی، سرعت رشد جبهه انجماد افزایش می‌یابد و ساختار ریزتر می‌شود (فاصله بین بازوهای دندردیتی اولیه و ثانویه کاهش می‌یابد). به همین دلیل، ریزتخلخل‌ها ریزتر و دارای توزیع بهتری خواهند بود.

رفتار جدایش عناصر آلیاژی به شکلی است که تنگستن و کبالت تمایل به جدایش در هسته دندردیت و آلومینیم و تیتانیم و تانتالیم تمایل به جدایش در نواحی بین‌دندردیتی دارند. همچنین، نیکل، کروم و مولیبدن دارای ضریب جدایش نزدیک به یک هستند. به‌طورکلی، با افزایش سرعت بیرون‌کشی، ضریب جدایش عناصر آلیاژی به مقدار واحد نزدیک شده‌اند. افزایش سرعت بیرون‌کشی و در نتیجه گرادیان حرارتی و، به تبع آن، افزایش سرعت سرد شدن توزیع بهینه‌ای از عناصر آلیاژی را فراهم می‌کنند. از طرفی، ضریب جدایش نیویم و تیتانیم با افزایش سرعت بیرون‌کشی از مقدار واحد فاصله گرفته‌اند.

با افزایش سرعت بیرون‌کشی از ۱/۵ تا ۶mm/min، میانگین اندازه جزایر یوتکتیک از ۱۴/۶ تا ۸/۹ μm کاهش می‌یابد. کاهش اندازه جزایر یوتکتیک ناشی از کاهش فاصله بازوهای دندردیتی و، به تبع آن، کاهش اندازه حوضچه‌های مذاب در مرحله نهایی انجماد است.

۵- سپاسگزاری

بر خود لازم می‌دانم از استاد راهنما و مجموعه دانشگاه صنعتی مالک اشتر، که بنده را در انجام این پژوهش یاری کرده‌اند، کمال قدردانی و تشکر را به عمل آورم.

مراجع

- Anton, D., & Giamei, A. (1985). Porosity distribution and growth during homogenization in single crystals of a nickel-base superalloy. *Materials Science and Engineering*, 76, 173-180. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(85\)90091-6](https://doi.org/10.1016/0025-5416(85)90091-6)