



## بررسی مورفولوژی و اندازه ذرات رسوبی $\gamma'$ در سوپرآلیاژ پایه نیکل X-750 تحت دماهای پیرسازی متفاوت

محیا شمسیان، حسین عربی، سید محمدعلی بوترابی\*

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

**چکیده** سوپرآلیاژهای پایه نیکل، به دلیل ویژگی‌های منحصر به فرد در دماهای بالا همانند استحکام‌های کششی، خزشی و خستگی بالا، مقاوم به خوردگی و اکسیداسیون، جایگاه ویژه‌ای را در صنعت نفت و گاز، وسایل نقلیه فضایی، زیردریایی، راکتورهای هسته‌ای، موتورهای الکتریکی نظامی، کشتی‌های شیمیایی و لوله مبدل حرارتی دارند. از میان سوپرآلیاژهای پایه نیکل، اینکونل X-750 که یک آلیاژ قابل رسوب‌سختی است، تحت چرخه‌های عملیات حرارتی متفاوت، مورد بررسی قرار گرفت. ابتدا همه نمونه‌ها با ابعاد یکسان، در دمای ثابت  $1155 \pm 5$  °C، به مدت ۲ ساعت تحت عملیات انحلال قرار گرفتند و با نرخ سرمایش آهسته، در محیط کوره سرد شدند. سپس پیرسازی نمونه‌ها در چهار دمای متفاوت ۷۰۰، ۷۰۵، ۷۶۰ و ۸۴۵ °C به مدت ۲۴ ساعت انجام شد. بررسی‌های ریزساختاری به وسیله میکروسکوپ-های نوری و الکترونی نشان داد که محیط و شرایط سرمایش پس از عملیات انحلال و نیز دمای پیرسازی، بر مورفولوژی، کسر حجمی و اندازه ذرات گاما پرایم اولیه و ثانویه مؤثر است. نتایج نشان داد که با افزایش دمای عملیات پیرسازی، مورفولوژی ذرات رسوبی  $\gamma'$  از حالت کروی به مکعبی متمایل شده و درشت‌تر می‌شود و به تبع آن، درصد حجمی  $\gamma'$  کاهش می‌یابد. همچنین دمای پیرسازی، در تشکیل منطقه عاری از رسوب (PFZ) در اطراف مرزخانه‌ها، نقش مؤثری دارد. به طوری که با افزایش دما، ضخامت این منطقه افزایش می‌یابد.

### تاریخچه مقاله:

ثبت اولیه: ۱۳۹۸/۰۷/۰۶  
دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۹/۰۶/۱۲  
پذیرش قطعی: ۱۳۹۹/۰۸/۰۷

### کلیدواژه‌ها:

سوپرآلیاژ پایه نیکل، اینکونل X-750، عملیات حرارتی سوپرآلیاژهای پایه نیکل، اندازه ذرات رسوبی  $\gamma'$ ، مورفولوژی  $\gamma'$ ، ضخامت منطقه عاری از رسوب (PFZ)

<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.203179.1047>

URL: [http://www.jamt.ir/article\\_118509.html](http://www.jamt.ir/article_118509.html)

JAMT: Vol. 9, No. 2, (Summer 2020), 43-51

## Investigation of Morphology and Particle Size of $\gamma'$ in Nickel Base Superalloy X-750 under Different Aging Temperatures

Mahya Shamsian, Hossein Arabi, Mohammad Ali Boutorabi\*

Department of Science and Metallurgy, University of Iran Science and Technology, Tehran, Tehran, Iran

### Paper History:

Received: 2019-09-28  
Revised in revised form: 2020-09-02  
Accepted: 2020-10-28

**Abstract** Nickel-based superalloys, due to their unique properties such as tensile strength, creep strength and fatigue strength as well as high temperature corrosion and oxidation resistance, have a special place in the oil and gas industry, space vehicles, submarines, reactors, military electric motors, chemical ships and heat exchanger tubes. Among the nickel base alloys, Inconel X-750, a hardened sediment alloy, was investigated

\*عهده دار مکاتبات

نشانی: ایران، تهران، تهران، دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، تلفن: ۰۲۱-۷۷۲۴۰۰۷۶، دورنگار: -

پیام نگار: [boutorabi@iust.ac.ir](mailto:boutorabi@iust.ac.ir)

Please cite this article as: Shamsian, M., Arabi, H., Boutorabi, M. A., "Investigation of morphology and particle size of  $\gamma'$  in nickel base superalloy X-750 under different aging temperatures", *Journal of Advanced Materials and Technologies (JAMT)*, Vol. 9, No. 2, (2020), 43-51. (<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.203179.1047>).



**Keywords:**

Nickel Base Superalloy,  
Inconel X-750,  
Heat Treatment of Nickel Base  
Superalloys,  
Particle Size of  $\gamma'$ ,  
Morphology of  $\gamma'$ ,  
PFZ Thickness

under different heat treatment cycles. First, all samples were dissolved in the same size for 2 hours at constant temperature  $1155 \pm 5$  °C. Then they were cooled in the furnace at low cooling rates and aged at constant temperature for 24 hours at four different temperatures of 600, 705, 760 and 845 °C. In the literature, studies of microstructures by light and electron microscopy showed that both environmental and cooling conditions after solution and aging treatment affect morphology, volume fraction and particle size of primary and secondary gamma prime. As the temperature of the aging process increases, the morphology of the  $\gamma'$  will shift from a spherical to a cubic state and become larger while its volume fraction would decrease. The aging temperature also plays an important role in the formation of the precipitate free zone (PFZ) around the grain boundary which means that with the increase of the aging temperature, the thickness of PFZ would be increased.

<https://doi.org/10.30501/jamt.2020.203179.1047>

URL: [http://www.jamt.ir/article\\_118509.html](http://www.jamt.ir/article_118509.html)

**۱- مقدمه**

توسعه سوپرآلیاژهای<sup>۱</sup> پایه نیکل، ابتدا با ایجاد ذرات بین فلزی فاز دوم در زمینه ذرات سخت سرامیکی، نظیر  $Al_2O_3$  و  $Cr_2O_3$  که به صورت درجا در این آلیاژها ایجاد و از اکسیداسیون آنها در دمای بالا جلوگیری می کند، شروع شد. سپس با ایجاد پوشش های نفوذی و سد حرارتی که می تواند ماده را در برابر حرارت گازه های داغ، حتی بالاتر از  $1500$  °C عایق بندی کند، ادامه یافت [۱]. فولادهای معمولی و آلیاژهای تیتانیوم، در دماهای بالاتر از  $540$  °C دارای استحکام کافی نیستند و امکان خسارت دیدن آلیاژ در اثر خوردگی، وجود دارد. فلزات دیرگداز (نسوز) نسبت به سوپر آلیاژها، دمای ذوب بالاتری دارند ولی سایر خواص مطلوب آنها را ندارند و به همین خاطر، به طور گسترده ای مورد استفاده قرار نمی گیرند. بنابراین، چنانچه استحکام در دماهای بالا (زیر دمای ذوب که برای اکثر آلیاژها تقریباً  $1204$ – $1371$  °C است) مورد نیاز باشد، سوپرآلیاژهای پایه نیکل، مورد استفاده قرار می گیرند. به طور کلی، از جمله کاربردهای سوپرآلیاژهای پایه نیکل، استفاده از آنها در توربین های گازی و بخار، محفظه ها و سیستم های احتراق، مبدل های حرارتی، تجهیزات عملیات حرارتی، تجهیزات پتروشیمی و شیمیایی، تجهیزات و کوره های نورد، فضاپیماها، قالب های ریخته گری و ابزارهای گرمکار است [۲]. به طور کلی، سوپرآلیاژهای پایه نیکل به سه دسته آلیاژهای نیکل خالص، آلیاژهای پایه نیکل محلول جامد و آلیاژهای پایه نیکل قابل رسوب سختی، تقسیم بندی می شوند. در بین سوپرآلیاژهای پایه نیکل، آلیاژ اینکونل X-750<sup>۲</sup> یک آلیاژ نیکل-کروم قابل رسوب سختی است که به دلیل مقاومت به خوردگی

و اکسیداسیون بالا، در دمای بالا تا حدود  $704$  °C استفاده می شود. همچنین کاربرد این آلیاژ در طیف وسیعی از زمینه های صنعتی، به دلیل در دسترس بودن در تمام استانداردها، مقرون به صرفه است. به طور مثال، در پره های چرخان و چرخ ها، چفت ها و سایر قسمت های توربین های گازی، محفظه فشار موتور موشک، برگرداننده جریان خروجی فشار موتور هواپیما و سیستم های کانال هوای داغ هواپیما استفاده می شود [۳]. مهم ترین فاز رسوب کننده در آلیاژ X-750، گاما پرایم<sup>۳</sup> (فاز بین-فلزی نیکل-تیتانیوم (آلومینیوم)) با ساختار  $LI_2$  است که دارای هم سیمایی<sup>۴</sup> کامل با زمینه است. فازهای ثانویه ای که در سوپرآلیاژ X-750 وجود دارد و کنترل کننده خواص آن است، عبارتند از: کاربیدهای عناصر آلیاژی FCC از نوع MC و  $M_{23}C_6$  و فاز  $\gamma'$  با ساختار بلوری معکب و جوهره پیر (FCC). در واقع فاز  $\gamma'$  اصلی ترین فاز بین فلزی استحکام دهنده در دمای بالا است که به صورت کروی و یا مکعبی تشکیل می شود و اثر قابل توجهی بر ازدیاد استحکام تسلیم تا دمای  $800$  °C دارد [۴]. در سوپرآلیاژهای X-750، با افزایش دما بالاتر از  $704$  °C، بیشتر اثرات رسوب سختی از بین می رود اما قطعات عملیات حرارتی شده، استحکام مفیدی را تا دمای  $982$  °C نشان می دهند [۵]. در واقع عملیات حرارتی، یکی از مراحل ساخت یا بازسازی پره های توربین گازی با هدف ایجاد ساختار میکروسکوپی و خواص مورد نظر در آلیاژ و پوشش است و عدم کنترل دقیق چرخه عملیات حرارتی و اتمسفر آن، سبب ایجاد ساختار نامناسب، ایجاد ترک، افت خواص مکانیکی و اکسایش می شود. به همین دلیل، می توان با اعمال چرخه عملیات حرارتی انحلال و پیرسازی مناسب، به خواص مطلوبی دست یافت. هدف از عملیات حرارتی، انحلال رسوب های  $\gamma'$  و

<sup>۳</sup>  $\gamma'$

<sup>۴</sup> Coherency

<sup>۱</sup> Superalloys

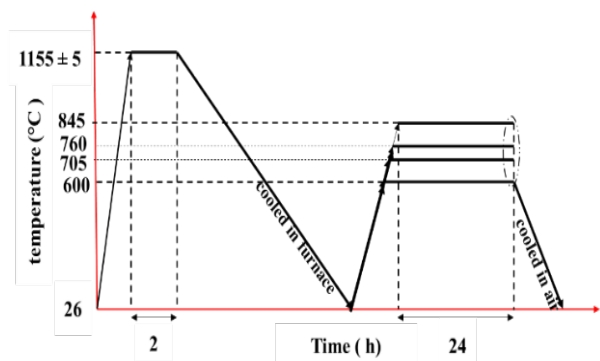
<sup>۲</sup> X-750 Inconel

ترکیب شیمیایی آن در جدول ۲ آورده شده، استفاده شده است.

جدول ۲. ترکیب شیمیایی اینکونل X-750 (بر حسب درصد وزنی)

Ni	Cr	Fe	Ti	Al	Nb	Si
72.780	14.780	7.400	2.355	0.811	0.910	0.711
Mn	Co	Cu	Mo	V	C	Sn
0.145	0.223	0.208	0.082	0.055	0.074	0.001

ابتدا شمش اولیه به نمونه‌هایی با ابعاد  $10 \times 10 \times 10/5$  میلی‌متر برش داده شد. سپس عملیات انحلال به منظور یکنواخت‌سازی ریزساختار و بعد از آن، عملیات پیرسازی برای ایجاد فاز  $\gamma'$ ، بر روی نمونه‌ها انجام شد. برای انجام چرخه عملیات حرارتی، نمونه‌ها به مدت ۲ ساعت در دمای ثابت  $1155 \pm 5$  °C قرار گرفتند و سپس در کوره با نرخ سرمایش آهسته، سرد شدند. پس از آن، پیرسازی نمونه‌ها، در دماهای ۶۰۰، ۷۰۵، ۷۶۰ و ۸۴۵ °C به مدت ۲۴ ساعت انجام شد. شکل ۱ چرخه‌های متفاوت عملیات حرارتی اعمال شده بر این سوپرآلیاژ را نشان می‌دهد.



شکل ۱. تصویر طرح‌واره چرخه‌های عملیات حرارتی اعمال شده بر اینکونل X-750

جهت تعیین و بررسی ریزساختار، نمونه‌ها پس از آماده‌سازی اولیه، با محلول اگزالیک اسید<sup>۱</sup>، الکترو اچ شدند. سپس ریزساختار آنها، توسط میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی (SEM)<sup>۲</sup> بررسی و عکس‌برداری شد. با استفاده از نرم‌افزار imageJ و mip، میانگین اندازه دانه‌های نمونه‌های مختلف سوپرآلیاژ مورد پژوهش، بعد از اعمال چرخه‌های متفاوت عملیات حرارتی اندازه‌گیری شد. برای رسیدن به نتایج

برخی کاربردهایی که در زمینه ایجاد شده‌اند و همچنین ایجاد یک تعامل بهینه، میان استحکام بین‌دانه‌ای و مرزدانه‌ای است که توسط اندازه، شکل و توزیع فازهای اصلی و فرعی، کنترل می‌شود [۲]. عملیات حرارتی که بر روی سوپرآلیاژ X-750 انجام می‌شود، شامل مراحل انحلال و پیرسازی است. به‌طور معمول، اولین گام در عملیات حرارتی سوپرآلیاژها، عملیات انحلال است. طی عملیات انحلال، تمامی فازهای رسوبی به‌جز برخی کاربردهای اولیه و فازهای نیتريد، قابلیت حل شدن دارند. شرایط عملیات انحلال سوپرآلیاژهای کار شده، محدوده دمایی ۹۰۰ تا ۱۲۰۰ °C به مدت ۱ تا ۴ ساعت و سپس سرمایش در هوا یا کوئچ در آب، روغن، پلیمر و ... است [۵]. پس از عملیات انحلال، عملیات پیرسازی انجام می‌شود که در اثر آن، زمینه آلیاژ، شامل رسوبات  $\gamma'$  و کاربیدهای  $M_{23}C_6$  و MC می‌گردد. همچنین اگر آلیاژ در دمای بالا به مدت زمان طولانی نگه داشته شود، مقدار کمی فاز مخرب اتا ( $\eta$ ) نیز تشکیل می‌شود. مقدار میانگین فازهای موجود در سوپرآلیاژ X-750 پس از عملیات انحلال و پیرسازی، در جدول ۱ آورده شده است.

متغیرهای دما و زمان عملیات حرارتی و نرخ سرمایش، تأثیرات قابل‌ملاحظه‌ای بر ریزساختار و خواص آلیاژ دارند و دانستن تأثیر این متغیرها، از اهمیت زیادی برخوردار است. بنابراین، یکی از اهداف مهم این تحقیق، بررسی تأثیر دماهای متفاوت عملیات پیرسازی بر ریزساختار سوپرآلیاژ X-750 است.

جدول ۱. فازهای موجود در سوپرآلیاژ X-750 پس از اعمال عملیات انحلال و پیرسازی [۵]

فاز	پارامتر شبکه ( $A_0$ )	ترکیبات
Matrix	3.57	71Ni, 16Cr, 8Fe, 1Nb
MC	3.59 4.35	Nb rich, some Ti or Ti rich, some Nb
TiN	4.24	Ti rich, some Nb
$\gamma'$	3.59	$Ni_3(Al_5Ti_5)$
$M_{23}C_6$	10.62	Cr rich
$\gamma''$	10.62	$Ni_3(Ti_6Al_{25}Nb_{15})$

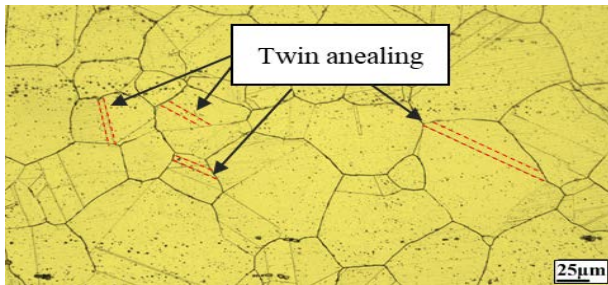
## ۲- روش تحقیق

در این تحقیق از سوپرآلیاژ کار شده پایه نیکل X-750 که

<sup>1</sup> Oxalic Acid

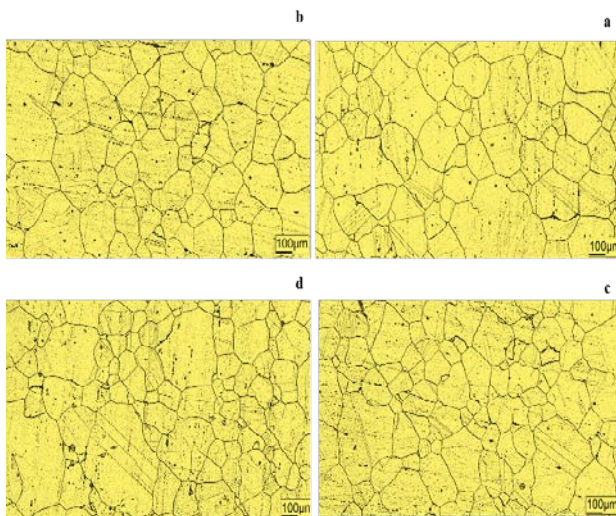
<sup>2</sup> Scanning Electron Microscope

سرمایش با نرخ آهسته، شرایط برای رشد دانه‌ها فراهم می‌شود و اندازه دانه‌ها به  $7 \pm 167$  میکرومتر افزایش می‌یابد (شکل ۳).



شکل ۳. تصویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار اینکونل X-750 تحت عملیات انحلال

سپس عملیات پیرسازی نمونه‌ها در چهار دمای ۶۰۰، ۷۰۵، ۷۶۰ و  $845^{\circ}\text{C}$  و به مدت ۲۴ ساعت انجام شد. شکل ۴، تصاویر میکروسکوپ نوری ریزساختار نمونه‌ها را بعد از عملیات پیرسازی نشان می‌دهد که دارای ساختار دوگانه (دانه‌های ریز و درشت) ولی هم محور هستند. همچنین یک مقدار فازهای رسوبی به صورت ذرات سیاه‌رنگ، در زمینه مشاهده می‌شود. با افزایش دمای عملیات پیرسازی، میانگین اندازه دانه‌ها در دماهای ۶۰۰، ۷۰۵، ۷۶۰ و  $845^{\circ}\text{C}$  به ترتیب برابر  $7 \pm 176$ ،  $7 \pm 165$ ،  $7 \pm 159$  و  $7 \pm 166$  میکرومتر می‌باشد که نشان می‌دهد اندازه دانه‌ها پس از عملیات پیرسازی نسبت به عملیات انحلال، تغییر قابل‌ملاحظه‌ای نکرده است (شکل ۴).

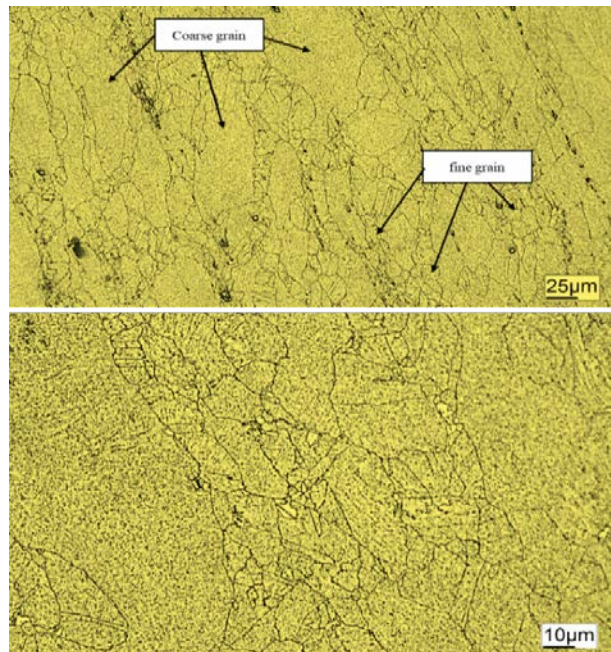


شکل ۴. تصویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار اینکونل X-750 تحت عملیات پیرسازی در دمای (a)  $600^{\circ}\text{C}$  (b)  $705^{\circ}\text{C}$  (c)  $760^{\circ}\text{C}$  (d) و  $845^{\circ}\text{C}$

دقیق‌تر، ۲۰ منطقه که دارای وضوح بیشتری بودند، از تصاویر مختلف متعلق به هر نمونه، انتخاب و میانگین اندازه دانه‌ها تعیین شد. از نرم‌افزار آنالیز تصویر Anix Mp نیز، جهت تخمین درصد فازهای موجود در آلیاژ و همچنین از آزمایش سختی سنجی برای ارزیابی سختی نمونه‌ها استفاده شد.

### ۳- نتایج و بحث

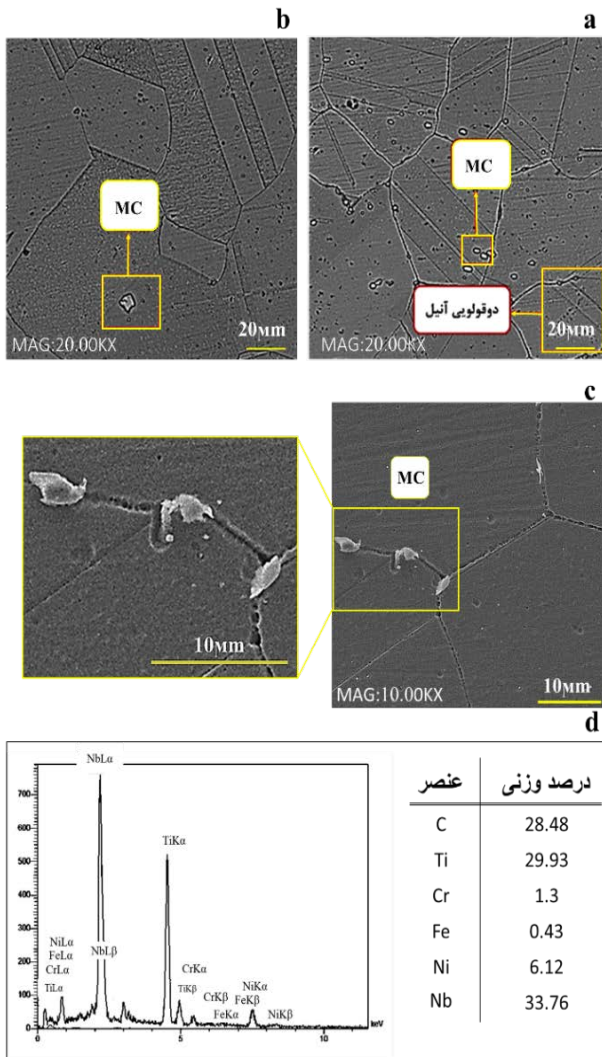
شکل ۲، تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار دو نمونه سوپرآلیاژ X-750 کارشده اولیه فاقد هرگونه عملیات حرارتی را نشان می‌دهد. ریزساختار سوپرآلیاژ X-750 کارشده، یک ساختار دوگانه از اندازه دانه‌های ریز و درشت را نشان می‌دهد که دانه‌های ریز در محدوده ۲۰ میکرومتر و دانه‌های درشت در محدوده ۱۰۰ میکرومتر قرار دارند. همچنین، علاوه بر ریزساختار دوگانه، تعداد زیادی دوقلوهای مکانیکی نیز مشاهده می‌شوند که دارای فصل مشترکی ناصاف با زمینه هستند.



شکل ۲. تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه اولیه سوپرآلیاژ X-750 کارشده

با اعمال عملیات انحلال شامل گرم کردن نمونه تا دمای  $1155^{\circ}\text{C}$ ، نگهداری در این دما به مدت ۲ ساعت و سپس سرمایش در کوره، تصویر ریزساختار حاصل با استفاده از میکروسکوپ نوری مشاهده شد که با افزایش دما و انجام

سپس سرمایش در هوا، در ریزساختار سوپرآلیاژ X-750، ذرات رسوبی  $\gamma'$  اولیه و ثانویه با میزان و اندازه متفاوت، کاربیدهای رسوبی  $M_{23}C_6$  که عمدتاً M بیانگر عنصر کروم<sup>۳</sup> است، همچنین مناطقی خالی از ذرات رسوبی  $\gamma'$  در اطراف مرزدانه‌ها، در برخی دماهای پیرسازی، مشاهده شد.



شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، (a, b, c) از کاربیدهای MC موجود در ریزساختار اینکونل X-750 تحت عملیات انحلال و (d) آنالیز طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس (EDS) کاربیدهای MC

بر اثر سرمایش در کوره که در ادامه عملیات انحلال اعمال شده است، ذرات رسوبی  $\gamma'$  به دلیل زمان بیشتری که در حین سرمایش، برای جوانه‌زنی در اختیار دارند، تشکیل می‌شوند که به آنها،  $\gamma'$  اولیه گفته می‌شود و در حین عملیات

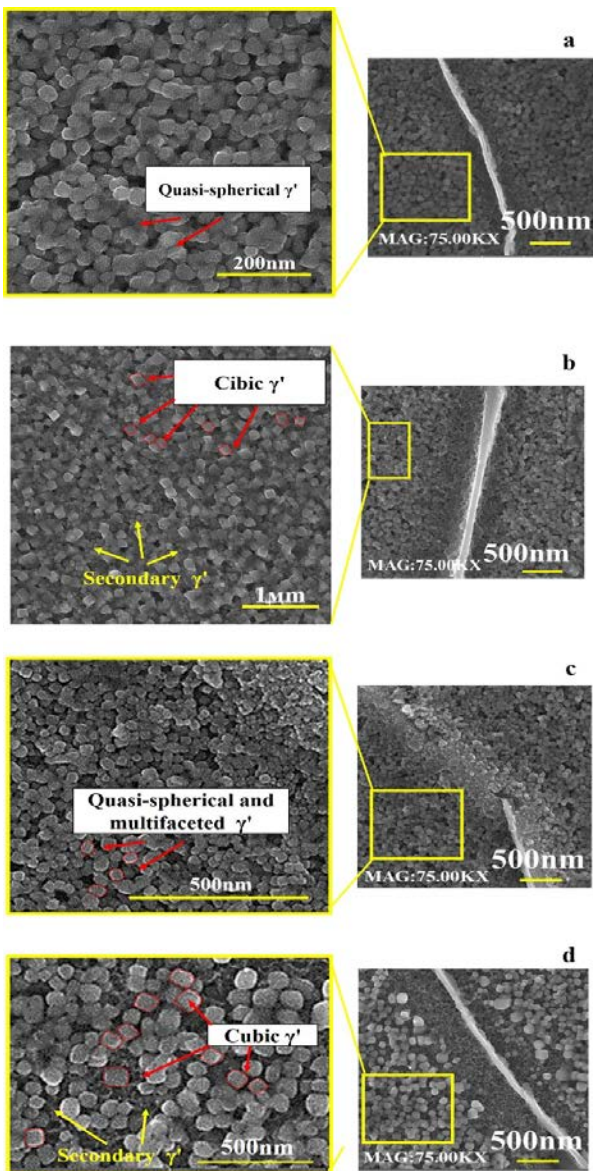
تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از نمونه تحت عملیات انحلال (شکل‌های a-5، b-5 و c-5) نشان می‌دهد که پس از قرارگیری نمونه در دمای  $1155^{\circ}C$  به مدت دو ساعت، میزان و اندازه ذرات رسوبی  $\gamma'$  و کاربیدهای درون-دانه‌ای  $M_{23}C_6$  در زمینه کاهش می‌یابد و سرانجام در آن حل می‌شود. اطلاعاتی در مورد دمای دقیق پایداری ذرات  $\gamma'$  دسترس نیست اما در اکثر آلیاژهای Ni-Al، دمای انحلال این فازهای رسوبی، بین ۸۵۵ تا ۱۲۰۰ درجه سلسیوس است [۶]. انتظار می‌رود با اعمال عملیات انحلال، تمام ذرات رسوبی  $\gamma'$  و  $M_{23}C_6$  حل شوند. با این حال، گزارشاتی در مورد وجود هر دو فاز (به ترتیب ۷/۷ درصد وزنی و کمتر از ۰/۳ درصد وزنی از کل مواد) پس از عملیات انحلال در  $1093^{\circ}C$  به مدت ۱ ساعت وجود دارد [۷]. به همین دلیل، دمای عملیات انحلال در این پژوهش، بالاتر از دمای ذکر شده یعنی  $1155^{\circ}C$  در نظر گرفته شد. همچنین حضور ۰/۹۱ درصد وزنی عنصر نایوبیم<sup>۱</sup> در سوپرآلیاژ مورد تحقیق، اغلب سبب ایجاد کاربیدهایی از نوع MC می‌شود. آنالیز طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس (EDS) از کاربیدهای MC در نمونه‌های انحلالی (شکل d-5)، حاکی از آن است که این کاربیدها، غنی از عناصر نایوبیم و تیتانیوم<sup>۲</sup> است و به صورت بلوکه‌های زاویه‌دار (شکل b-5 و c-5) و کروی (شکل a-5) در تعدادی از مرزدانه‌ها و در مناطقی از درون دانه که نزدیک به مرزدانه هستند، مشاهده می‌شوند. شکل ۵ نشان می‌دهد که این کاربیدها تا دمای انحلال بالا ( $1155^{\circ}C$ ) نیز پایدار بوده و به نظر می‌رسد تحت تأثیر عملیات حرارتی قرار نمی‌گیرند. اگرچه، طبق این تصویر و گزارشات منتشر شده، به نظر می‌رسد کاربیدهای MC غنی از نایوبیم، دمای انحلال کمتری نسبت به تیتانیوم دارند و تا حدودی طی عملیات انحلال، شروع به حل شدن می‌کنند [۸، ۹]. نتایج پژوهش‌ها [۷، ۸]، به‌طور قطع، عدم وجود کاربید  $M_{23}C_6$  را در نرخ‌های سرمایش آهسته (سرمایش در هوا)، تأیید نمی‌کند. اما در این تحقیق، حتی پس از سرد شدن نمونه در کوره، کاربید  $M_{23}C_6$  مشاهده نشد.

پس از عملیات انحلال، عملیات پیرسازی بر نمونه‌های مورد تحقیق اعمال شد. با انجام پیرسازی در دماهای متفاوت و

<sup>۱</sup> Nb  
<sup>۲</sup> Ti

<sup>۳</sup> Cr

ذرات، کسر حجمی و به تبع آن، انرژی سطحی آنها نسبت به ذرات ریزتر کمتر می‌شود. بنابراین ذرات، همواره سعی در کاهش انرژی خود دارند [۱۱]. انتظار می‌رود با نرخ سرمایش بسیار آهسته که پس از عملیات انحلال اعمال شده است، تمامی ذرات رسوبی بوجود آمده، از نوع  $\gamma'$  اولیه باشد، اما در تصاویر b-۶ و d-۶، ذرات رسوبی  $\gamma'$  ثانویه مشاهده می‌شوند و در واقع، می‌توان دماهای پیرسازی  $705^\circ\text{C}$  و  $845^\circ\text{C}$  را دمای مناسب پیرسازی جهت جوانه‌زنی  $\gamma'$  ثانویه به شمار آورد. نسبت میزان گاما پرایم ثانویه به اولیه در دمای  $705^\circ\text{C}$  و  $845^\circ\text{C}$  به ترتیب  $10 \pm 1/5$  و  $8 \pm 0/62$  است.



شکل ۶. تصاویر SEM از کاربیدهای گاما پرایم موجود در ریزساختار اینکونل X-750 تحت عملیات انحلال و سرمایش در کوره و سپس پیرسازی شده در دماهای (a)  $600^\circ\text{C}$ ، (b)  $705^\circ\text{C}$ ، (c)  $760^\circ\text{C}$  و (d)  $845^\circ\text{C}$  درجه

پیرسازی، این گاما پرایم‌های اولیه رشد می‌کنند. به عبارتی می‌توان گفت جوانه‌زنی، فارغ از نرخ سرمایش، در طول فرآیند سرد شدن اتفاق می‌افتد. طبق تئوری جوانه‌زنی، جوانه زنی  $\gamma'$  به دو عامل مهم، وابسته است.

۱) انرژی آزاد شیمیایی که مربوط به زمینه فوق‌اشباع است.

۲) انرژی مرزدانه که شامل انرژی‌های سطح و الاستیک است و انرژی الاستیک توسط عدم تطابق شبکه بین رسوبات  $\gamma'$  و  $\gamma$  تعیین می‌شود.

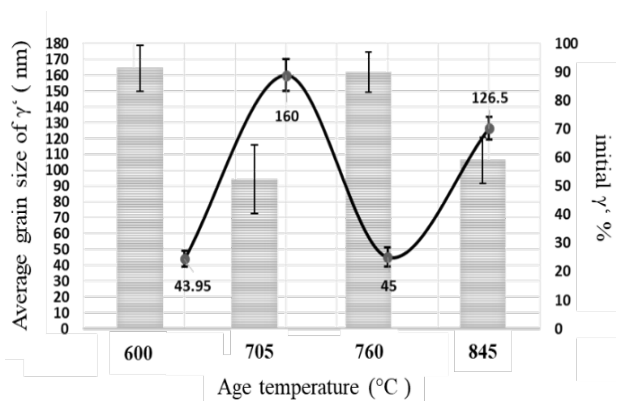
پس می‌توان چنین بیان کرد که زمینه فوق‌اشباع و شاخص عدم تطابق، دو عامل بسیار مهم در کنترل رسوبات  $\gamma'$  هستند که نقش نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال را در جوانه‌زنی ذرات رسوبی، کم می‌کنند [۱۰].

شکل ۶، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار نمونه X-750 را تحت دماهای متفاوت پیرسازی نشان می‌دهد. همان‌طور که در این تصاویر مشاهده می‌شود، با افزایش دمای عملیات پیرسازی، اندازه و شکل ذرات رسوبی  $\gamma'$  اولیه، اندکی تغییر کرده است. در دمای  $600^\circ\text{C}$  و  $760^\circ\text{C}$  (شکل‌های a-۶ و c-۶)، ذرات رسوبی ایجاد شده، شبه کروی و یا چندوجهی هستند ولی در دمای عملیات پیرسازی  $845^\circ\text{C}$  (شکل d-۶)، مورفولوژی ذرات به سمت مکعبی متمایل شده است. به عبارتی، با افزایش دمای عملیات پیرسازی، مورفولوژی ذرات رسوبی  $\gamma'$  اولیه از شبه کروی و یا چندوجهی به مکعبی تغییر می‌کند (شکل ۶).

مطابق اندازه‌گیری‌های انجام شده با نرم‌افزار آنالیز تصویر MIP، مشاهده شد که با افزایش دمای عملیات پیرسازی از  $600^\circ\text{C}$  به  $760^\circ\text{C}$ ، اندازه ذرات رسوبی  $\gamma'$  اولیه، از  $7 \pm 43/95$  به  $10 \pm 160$  نانومتر افزایش می‌یابد و سپس زمانی که دما به  $760^\circ\text{C}$  می‌رسد، اندازه ذرات رسوبی  $\gamma'$  اولیه نسبت به دمای  $705^\circ\text{C}$  کاهش یافته و به حدود  $5 \pm 45$  نانومتر می‌رسد. در ادامه، با افزایش بیشتر دمای عملیات پیرسازی تا  $845^\circ\text{C}$ ، اندازه ذرات  $\gamma'$  به  $9 \pm 126/5$  افزایش می‌یابد. همان‌طور که بیان شد جهشی در اندازه ذرات رسوبی  $\gamma'$  اولیه، در دمای  $705^\circ\text{C}$  مشاهده می‌شود. علت رشد رسوبات، کاهش انرژی فصل مشترک است؛ زیرا با درشت شدن

تمامی شرایط و متغیرهای عملیات حرارتی بر مورفولوژی کاربیدهای مرزدانه‌ای  $M_{23}C_6$  ایجادشده در آلیاژ X-750، مؤثر هستند و سبب ایجادشدن کاربیدهای مرزدانه‌ای به اشکال پیوسته، نیمه‌پیوسته و یا سلولی می‌شوند. با این وجود، مطابق شکل ۸، به‌نظر می‌رسد نرخ سرمایش پس از عملیات انحلال، در مورفولوژی کاربیدهای ایجادشده بعد از عملیات پیرسازی، نقش بیشتری دارد. زیرا زمانی‌که نمونه‌ها پس از عملیات انحلال، در کوره سرد می‌شوند و سپس تحت عملیات پیرسازی در چهار دمای متفاوت قرار می‌گیرند، کاربیدهای مرزدانه‌ای  $M_{23}C_6$  با مورفولوژی پیوسته تشکیل می‌شود. در سوپرآلیاژهای پایه نیکل از جمله X-750، رسوب کاربیدهای مرزدانه‌ای  $M_{23}C_6$ ، سبب خالی‌شدن کروم موجود در زمینه در مناطق اطراف مرزدانه به فاصله حدود ۰/۲۵ میکرومتر از آن می‌شود. علت تشکیل مناطق خالی از ذرات رسوبی (PFZ)<sup>۱</sup> گاماپرایم در اطراف مرزدانه‌ها، نفوذ کروم موجود در این مناطق به مرزدانه‌ها است که در نهایت منجر به ایجاد این مناطق فقیر از کروم می‌شود. کاهش مقدار کروم در اطراف مرزدانه‌ها، انحلال عناصر تیتانیوم و آلومینیم را در این مناطق افزایش می‌دهد. در نتیجه احتمال تشکیل ذرات رسوبی  $\gamma'$  در امتداد مرزدانه‌ها، به شدت کاهش پیدا می‌کند. بنابراین، در نمونه‌هایی که تحت دماهای پیرسازی پایین‌تر قرار می‌گیرند، چون میزان غلظت جاهای خالی کمتر بوده و به تبع آن، نرخ نفوذ کم می‌شود، انحلال عناصر تیتانیوم و آلومینیم در آنها کاسته شده و سبب تشکیل مقداری ذرات رسوبی  $\gamma'$  در اطراف مرزدانه‌ها می‌شود. به‌عبارتی، طبق آنالیز EDS، زمانی‌که نمونه تحت دمای پیرسازی پایین‌تر ( $760^\circ\text{C}$ ) قرار می‌گیرد، میزان کروم موجود در مناطق اطراف مرزدانه‌ها ۲۰/۷۳٪ و زمانی‌که تحت عملیات پیرسازی در دمای بالاتر ( $845^\circ\text{C}$ ) قرار می‌گیرد، میزان کروم به ۱۸/۲۰٪ کاهش پیدا می‌کند. تقلیل مقدار کروم و افزایش حلالیت عناصر تیتانیوم و آلومینیم در اطراف مرزدانه‌ها با افزایش درجه حرارت پیرسازی، موجب می‌شود که ذرات رسوبی کمتری در اطراف مرزها در دماهای پیرسازی بالاتر تشکیل شود و در نتیجه عرض منطقه خالی از رسوب افزایش یابد. همچنین قابل ذکر است برای جوانه‌زنی فاز  $\gamma'$  در

همچنین شکل ۷، منحنی درصد و میانگین اندازه ذرات گاماپرایم اولیه تحت دماهای مختلف پیرسازی متفاوت را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که با افزایش دمای پیرسازی از  $600^\circ\text{C}$  به  $705^\circ\text{C}$  درصد فاز  $\gamma'$  اولیه از ۹۱/۳۰٪ به ۵۲/۴۳٪ کاهش می‌یابد. در واقع با درشت‌شدن ذرات  $\gamma'$ ، کسر حجمی آن کمتر می‌شود. ذرات درشت در مقایسه با ذرات ریز، دارای انرژی سطحی کمتری در واحد سطح هستند. بنابراین این ذرات سعی در کاهش انرژی خود دارند و به تبع آن در حین پیرسازی، شروع به رشد می‌کنند. همچنین با اعمال عملیات پیرسازی در دماهای  $760^\circ\text{C}$  و  $845^\circ\text{C}$ ، مشاهده می‌شود که با افزایش دما از  $760^\circ\text{C}$  به  $845^\circ\text{C}$ ، درصد فاز  $\gamma'$  از ۹۰٪ به ۵۹٪ کاهش می‌یابد. در دمای پیرسازی  $705^\circ\text{C}$  نیز، کاهش چشمگیری در درصد فاز رسوبی  $\gamma'$  اولیه مشاهده می‌شود (شکل ۷). به‌نظر می‌رسد شرایط عملیات انحلال و پیرسازی، هر دو بر رسوبات  $\gamma'$  مؤثر بوده و دمای  $705^\circ\text{C}$  را می‌توان دمای مناسب عملیات پیرسازی معرفی کرد. زیرا زمانی‌که نمونه تحت این شرایط قرار می‌گیرد، تعداد جوانه‌های  $\gamma'$  اولیه که در این دمای پیرسازی، قابلیت رشد دارند، کمتر شده و هرچه تعداد این جوانه‌ها کمتر باشد، شرایط جوانه‌زنی ذرات رسوبی  $\gamma'$  ثانویه بیشتر می‌شود. حال اگر سایر دماهای پیرسازی را با یکدیگر مقایسه کنیم، مشاهده می‌شود که با افزایش دما، ذرات رسوبی  $\gamma'$  اولیه رشد کرده و به نظر می‌رسد به یکدیگر پیوسته و درشت شده و درصد آن کاهش می‌یابد و امکان جوانه‌زنی ذرات  $\gamma'$  ثانویه، بیشتر می‌شود که مشاهده می‌شود در دمای پیرسازی  $845^\circ\text{C}$  به میزان کمی، ذرات رسوبی  $\gamma'$  ثانویه تشکیل شده است.



شکل ۷. منحنی درصد و میانگین اندازه ذرات گاماپرایم اولیه تحت دماهای پیرسازی متفاوت

<sup>1</sup> Precipitate- Free Zone (PFZ)

#### ۴- نتیجه گیری

با بررسی اثر محیط سرمایش پس از عملیات انحلال و دمای عملیات پیرسازی بر سوپراآلیاژ X-750، نتایج زیر حاصل شد:

(۱) با اعمال عملیات انحلال، میانگین اندازه دانه‌ها در مقایسه با آلیاژ کارشده اولیه که فاقد هرگونه عملیات حرارتی بود، افزایش یافت اما زمانی که عملیات حرارتی پیرسازی بر روی نمونه‌ها اعمال شد، تغییری در اندازه دانه‌ها مشاهده نشد.

(۲) دمای  $1155^{\circ}\text{C}$  به عنوان دمای مطلوب عملیات انحلال برای سوپراآلیاژ X-750، گزارش شد. زیرا در این دما، نه تنها در جریان عملیات انحلال بلکه بعد از سرمایش با نرخ آهسته در کوره، اثری از کاربیدهای  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  مشاهده نشد و میزان کاربید ایجاد شده (MC)، کم بود.

(۳) با اعمال نرخ سرمایش آهسته پس از عملیات انحلال، ذرات رسوبی  $\gamma'$  اولیه در چرخه‌های عملیات حرارتی ۱ تا ۴ (شکل ۱) مشاهده شد اما  $\gamma'$  ثانویه، تنها در چرخه ۲ و ۴ (دمای پیرسازی  $705^{\circ}\text{C}$  و  $845^{\circ}\text{C}$ ) مشاهده گردید.

(۴) با افزایش دمای عملیات پیرسازی، مورفولوژی ذرات رسوبی  $\gamma'$  اولیه از شبه کروی و یا چندوجهی به مکعبی تغییر یافت.

(۵) با افزایش دمای عملیات پیرسازی، میانگین اندازه ذرات رسوبی  $\gamma'$  افزایش و درصد آنها کاهش یافت.

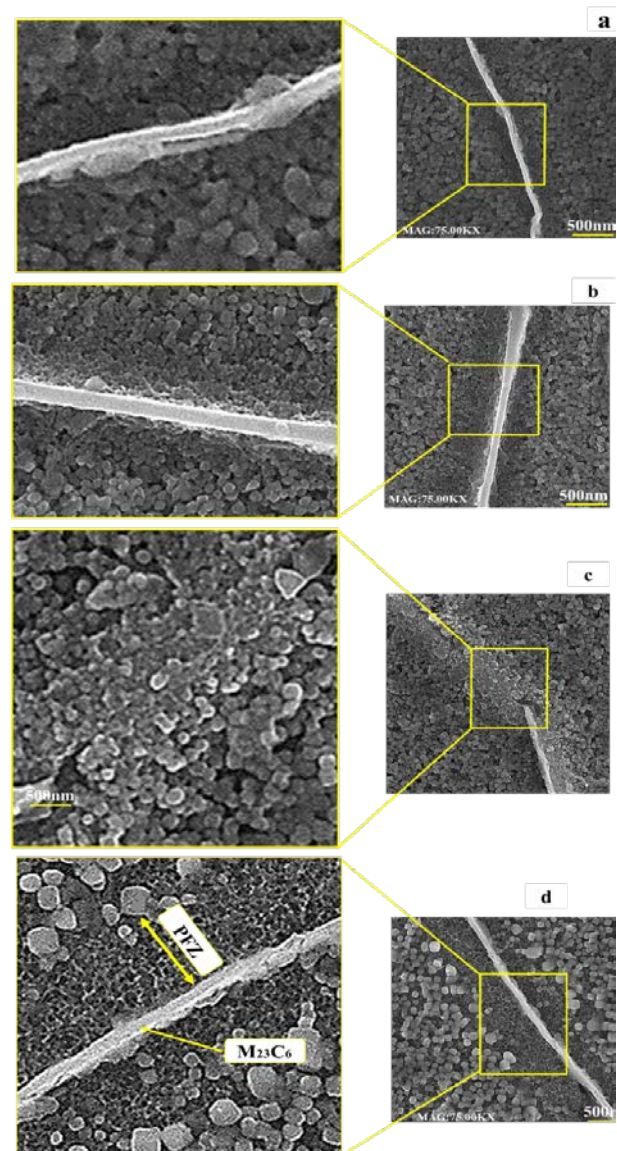
(۶) افزایش و کاهش قابل ملاحظه‌ای به ترتیب در اندازه ذرات رسوبی  $\gamma'$  و درصد آنها در نمونه پیرسازی شده تحت سیکل عملیات حرارتی ۲ (دمای پیرسازی  $705^{\circ}\text{C}$ ) مشاهده شد که احتمال می‌رود علت آن، مستعدبودن این دمای پیرسازی برای جوانه‌زنی و رشد ذرات  $\gamma'$  ثانویه باشد.

با افزایش دمای عملیات پیرسازی، به دلیل افزایش حلالیت عناصر تیتانیوم و آلومینیم در این مناطق، ذرات رسوبی کمتری در اطراف مرز دانه‌ها در دماهای پیرسازی بالاتر تشکیل می‌شود که سبب ایجاد شدن منطقه خالی از رسوب می‌گردد.

#### ۵- سپاسگزاری

نویسندگان این مقاله بر خود لازم می‌دانند بابت حمایت‌های مالی آزمایشگاه عملیات حرارتی و همچنین

اطراف مرز دانه‌ها می‌بایست غلظت محل‌های خالی اتمی و عناصر مورد نیاز برای جوانه‌زنی فاز  $\gamma'$  یعنی تیتانیوم و آلومینیم به صورت فوق اشباع باشند، در غیر این صورت هسته‌گذاری انجام نمی‌شود. پهنای منطقه عاری از رسوب، توسط غلظت محل‌های خالی اتمی و مقدار عناصر تیتانیوم و آلومینیم بیشتر از حد حلالیت (فوق اشباع)، تعیین می‌شود. بنابراین در درجه حرارت‌های بالاتر چون حد حلالیت عناصر تیتانیوم و آلومینیم افزایش می‌یابد، احتمال تشکیل فاز رسوبی  $\gamma'$  به شدت کاهش پیدا می‌کند و در نتیجه، منطقه عاری از رسوب در اطراف مرز دانه‌ها ایجاد می‌شود (شکل ۸-d).



شکل ۸. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM) کاربیدهای  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  موجود در ریزساختار اینکونل X-750 تحت عملیات انحلال و پیرسازی در دماهای (a)  $705^{\circ}\text{C}$ ، (b)  $705^{\circ}\text{C}$ ، (c)  $705^{\circ}\text{C}$  و (d)  $845^{\circ}\text{C}$  درجه سلسیوس



6. Donachie, M. J., Donachie, S. J., *Superalloys: A technical guide*, 2<sup>nd</sup> Ed., ASM International, (2002).
7. Ballinger, R., Elliott, C. S., Hwang, I. S., Prybylowski, J., "The effect of thermal treatment on the fracture properties of alloy X-750 in aqueous environments", *Electric Power Research Inst*, (1993). <https://www.osti.gov/biblio/10172837>
8. Miller M. K., Burke, M. G., "An APFIM/AEM characterization of alloy X750", *Applied Surface Science*, Vol. 67, No. 1-4, (1993), 292-298. [https://doi.org/10.1016/0169-4332\(93\)90328-9](https://doi.org/10.1016/0169-4332(93)90328-9)
9. Mills, W. J., "The deformation and fracture characteristics of Inconel X-750 at room temperature and elevated temperatures", *Metallurgical Transactions: A*, Vol. 11, No. 6, (1980), 1039-1047. <https://doi.org/10.1007/BF02654718>
10. Mao, J., Chang, K. -M., Yang, W., Furrer, D. U., Ray, K., Vaze, S. P., "Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy Rene88DT", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 332, No. 1, (2002), 318-329. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01758-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01758-0)
11. Campbell, F. C., *Elements of metallurgy and engineering alloys*, ASM International, (2008). <https://books.google.com/books?hl=fa&lr=&id=6VdROgeQ5M8C&oi=fnd&pg=PP14&dq=Elements+of+metallurgy+and+engineering+alloys&ots=V1nor9XNfA&sig=9IUeXiVpXzPOwq8BJUQIKYP677k#v=onepage&q=Elements%20of%20metallurgy%20and%20engineering%20alloys&f=false>

آزمایشگاه متالوگرافی و خواص مکانیکی دانشگاه علم و صنعت تشکر نمایند.

## مراجع

1. Tsakirooulos, P., Beyond nickel based superalloys, *Encyclopedia of aerospace engineering*, John Wiley & Sons Inc., Ltd., (2010). <https://doi.org/10.1002/9780470686652.eae219>
2. Donachie, M. J., Donachie, S. J., Selection of superalloys for design, *Handbook of material selection*, Kutz, M. Ed., John Wiley & Sons Inc., (2002), 293-334. <https://doi.org/10.1002/9780470172551.ch10>
3. Kekkonen, T., Hämminen, H., "The effect of heat treatment on the microstructure and corrosion resistance of Inconel X-750 alloy", *Corrosion Science*, Vol. 25, No. 8-9, (1985), 789-803. [https://doi.org/10.1016/0010-938X\(85\)90011-3](https://doi.org/10.1016/0010-938X(85)90011-3)
4. Sinha, A. K., Moore, J. J., "Study of precipitation and growth of  $\gamma'$  and dislocation structure in Inconel X-750", *Metallography*, Vol. 19, No. 1, (1986), 75-86. [https://doi.org/10.1016/0026-0800\(86\)90008-X](https://doi.org/10.1016/0026-0800(86)90008-X)
5. Frank, R., "Selection of age-hardenable superalloys", *Carpenter Technology*, (2005).