فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، سال شانزدهم – شماره دوم – تابستان ۱٤۰۱ (شماره پیاپی ٦١)، صص. ٩٥-٩١ فصلنامه علمی پژوهشی

فر آیندهای نوین در مهندسی مواد

ma.iaumajlesi.ac.ir تأثیر زمان پیرسازی بر ریزساختار و خواص مکانیکی سوپر آلیاژ IN617 در دمای [°]۹۰۰

محسن مهدیزاده'، حسن فرهنگی^{۲*}

مقاله يژوهشي

۱- دانشجوی دکترای دانشکده مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه تهران، تهران، ایران. ۲- دانشیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی دانشگاه تهران، تهران، ایران.

hfarhangi@ut.ac.ir *

چکیدہ	اطلاعات مقاله
تغییرات ریزساختاری و خواص مکانیکی سوپر آلیاژ IN617 پیرسازی شده در دمای ۹۰۰ درجه و زمانهای مختلف از یک ساعت الی	دریافت: ۱۴۰۰/۰۸/۱۶
۲۰۰۰ ساعت مورد بررسی قرار گرفت. جهت بررسی از آزمایش های متالوگرافی، TEM ،SEM، استخراج فازها از زمینه، XRD و	پذیرش: ۲۰/۱۰/۳۰
خواص مکانیکی استفاده شد. با شروع زمان پیرسازی حتی در یک ساعت اول کسر سطحی قابل توجهی از کاربیدهای مرزدانهای و	کلید واژ گان: سمب آلیا: 1N617
دروندانهای تشکیل شد که ابتدا به بلوکی شکل و با افزایش زمان پیرسازی به بیش از ۱۰۰۰ ساعت از نظر ابعادی رشد یافته و به شکل های	سوپر این
صفحهای، شبه کروی و میلهای تغییر یافتند. کاربیدها بهمرور در مرزدانهها، دروندانهها و مرزهای دوقلویی و در زمان ۲۰۰۰ ساعت در بیشتر	پیرساری تغییرات ریزساختاری
مرزدانهها به شکل پیوسته تشکیل شد. اکثر کاربیدها از نوع M23C6 و درصد کمی از نوع M6C است. در یک ساعت اول پیرسازی درصد	خواص مكانيكي
بسیار کمی از فاز 'γ در ساختار پدید آمد؛ ولی در ادامه این فاز حل شده و فقط در پیکهای اشعه ایکس رسوبات استخراج شده از زمینه	
شناسایی شدند. علاوه بر کاربیدها فاز (Ti(C,N از ابتدا در ساختار وجود داشته و از زمانهای ۱۵۰۰ به بعد به دلیل وجود کربن در آن بخش	
کمی از آن به کاربید استحاله مییابد. سختی، استحکام نهایی در دمای محیط و استحکام نهایی در دمای ۷۵۰ درجه با افزایش زمان پیرسازی	
اندکی بهبود مییابند، اما بعد از ۲۰۰۰ ساعت پیرسازی، خواص به مقادیر ورق نو کاهش مییابند. به دلیل تشکیل کاربیدهای مرزدانهای و	
دروندانهای انرژی ضربه بعد از ۲۰۰۰ ساعت پیرسازی، معادل یک چهارم ورق نو است؛ دلیل آن این است که نوع شکست بعد از ۱۰۰	
ساعت پیرسازی از نوع نرم به ترد مرزدانهای تغییر می بابد.	

Effect of Aging Time on Microstructure and Mechanical Properties of IN617 Superalloy at 900 °C

Mohsen mehdizadeh¹, Hassan Farhangi^{2*}

1- PHD student of School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran. 2- Asisstent Professor of School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

* hfarhangi@ut.ac.ir

Abstract
Microstructural changes and mechanical properties of IN617 superalloy aged at 900 °C for different
durations from one hour to 2000 hours were investigated in the present work. The optical microscope
(OM), scanning electron microscope (SEM), transition electron microscope (TEM), X-ray diffraction
(XRD) and hardness and tensile tests were used to investigate the microstructure and mechanical
properties of aged alloys. A significant amount of intergranular carbides were observed in the microstructure of aged alloys even in the microstructure of alloy which was aged for one hour Block-
shape carbides were observed in the sample which was aged for one hour. It was observed that with
increasing the aging time the morphology of the carbides changed to quasi-spherical, plate and rod
shaped. The carbides were first formed along the grain and twin boundaries and then within the grains, and continues carbide layer was observed along the grain boundaries for the sample which was aged for 2000 hours. Most of the carbides were $M_{23}C_6$ and a small percentage of them were determined to be M_6C . Furthermore, it was observed that a small amount of Ti(C,N) phase which was present in the as received sample was converted to carbides after aging for 1500 hours. γ phase was only observed in the microstructure of sample which was aged for one hour. Mechanical test results shown that the hardness, ultimate strength at room temperature and at 750°C increased with increasing the aging time, but after 2000 hours of aging these properties decreased to the values of as received sample. The impact energy of the sample which was aged for 2000 hours was equivalent to 25% of as received sample due to the formation of a continues carbide layer along the grain boundaries. The fracture surface of the impact samples were investigated and it was observed that fracture mode changed from ductile for as- received sample to brittle intergranular fracture for the samples which were aged for more than 100

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

Mohsen mehdizadeh, Hassan Farhangi, Effect of Aging Time on Microstructure and Mechanical Properties of IN617 Superalloy at 900 °C, New Process in Material Engineering, 2022, 16(2), 75-91.

۱ – مقدمه

آلیاژ Ni-22Cr-12Co-9Mo (معروف به آلیاژ ۶۱۷) یکی از کاندیدهای مهم جهت ساخت لولهها و پایپها در نیروگاههای فراسوپربحرانی' با دمای بخار خروجی بیش از ۷۰۰°C است. از سوی دیگر این آلیاژ کاندیدای مطرحی برای راکتورهای VHTR که تا دمای C°۹۵۰ عملکرد خواهند داشت، ميباشد؛ بنابراين نياز است تغييرات ریزساختاری و خواص مکانیکی آن در شرایط کاری مختلف مورد بررسی قرار گیرد. آلیاژ ۶۱۷ از طریق محلول جامد و تشکیل کاربیدهای دروندانهای و مرزدانهای استحکام می یابد و استحکام دمای بالا و مقاومت به اکسیداسیون قابلملاحظهای را بهطور همزمان دارا است. همچنین این آلیاژ در یک محدوده وسیع از محیطهای خورنده، مقاومت عالى از خود نشان داده و بهراحتى توسط روش های رایج شکل و جوش داده می شود. بعد از عملیات انحلال و در طول بهرهبرداری فازهای مختلفی در مرز و دروندانه تشکیل میشود. تحقیقاتی که توسط محققین مختلف انجام شد، نشان دادند که کاربیدهای M₂₃C₆ و M₆C و ترکیب (Ti(C,N رسوبات اولیهای هستند که در داخل دانهها و مرزدانهها شکل می گیرند. در اثر کارکرد آلیاژ در دماهای بین C° ۹۵۰–۵۰۰ رسوبهای اولیه ازدیاد یافته یا فازهای جدید تشکیل می گردد. کاربیدها در مرزدانه، دروندانه و مرزهای دوقلویی افزایشیافته و در

مرزدانه ها به صورت پیوسته تشکیل می شوند [۵-۱]. مطالعاتی که توسط وو و همکاران^۳ [۶] در دماهای C[°] ۴۸۲ الی C[°] ۸۷۱ انجام شد نشان داد که علاوه بر کاربیدها، فاز ^۱γ در کلیه دماها مشاهده شده است. هر چند که مقدار این فاز در نمونه قرار گرفته در دمای C[°] ۸۷۱ کمتر از یک درصد حجمی است، این موضوع نشان می دهد که خط انحلال فاز می باشد. مطابق منحنی ۲TT این آلیاژ، تا دمای C[°] ۱۰۰۰ فاز ^۱γ وجود دارد [۶]. تا پیش از سال ۲۰۰۸، هیچ موردی از شناسایی فازهای TCT در نمونه های قرار گرفته در شرایط خزشی و دمای بالا گزارش نشده بود. در این سال تشکیل

فاز δ (Ni₃Mo) موسط کابیبو و همکاران^{*} [۷] در نمونههای قرار گرفته در دمای C^o ۷۰۰ برای مدت ۳۴۰۰۰ ساعت گزارش شد. این فاز در این نمونه ها به صورت زیگزاگ شکل و در نزدیکی مرزهای دانه، در تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری مشاهده شد. علاوه بر این در سال ۲۰۱۳، فاز μ توسط رام و همکاران^۵ [۸] در نمونههای قرار گرفته در دمای C^o ۶۵۰ برای ۴۵۰۰۰ ساعت و دمای C^o۷۰۰۰ برای مدت ۴۰۰۰ ساعت شناسایی شد. فاز µ در این نمونهها با ابعاد ۶۰ تا ۵۰۰ نانومتر در موقعیتهای دروندانهای، مرزدانهها، مرزهای دوقلویی و در نزدیکی کاربیدهای دروندانهای و مرزدانهای مشاهده شد. فازهای یایدار در دماهای مختلف برای سوپر آلیاژ اینکونل ۶۱۷ بهوسیله نرمافزار ThermoCalc محاسبه شد [۸]؛ هر چند که تفاوتهای مختصری بین نتایج نرمافزار با نتایج آزمایشگاهی مشاهده میشود، اما حضور فازهای '۹، و $M_{23}C_6$ و $M_{6}C$ ،Ti(C,N)اینکونل ۶۱۷ اثبات شده است. تاکنون مطالعات زیادی در خصوص تغییرات ریزساختاری آلیاژ ۶۱۷ در دماهای کاری ۷۰۰ الی ۸۵۰ درجه انجام شده است [۲۸–۹] بنابراین در این پژوهش دمای ۹۰۰ درجه انتخاب گردید. در مطالعات انجام شده بیشتر روی شناسایی و تشکیل فازها بحث شده است. در این مقاله سعی شده است علاوه بر بررسی و شناسایی فازها و رسوبها از لحاظ کیفی، به روند تشکیل فازها از لحاظ کمی و همچنین استحالههای پدید آمده در آنها يرداخته شود.

۲- مواد و روش انجام تحقیق

نمونهها از یک ورق کار گرم و آنیل شده در دمای ۱۱۷۵ درجه که به مدت ۱۰ ساعت در دمای ۶۷۰ درجه پیرسازی شده، تهیه شدهاند. در جدول (۱) ترکیب شیمیایی ورق آورده شده است. جهت بررسی تغییرات ریزساختاری و خواص مکانیکی آلیاژ در دمای ۹۰۰ درجه، چهار نمونه به شرح جدول (۲) در کوره تحت پیرسازی حرارتی قرار گرفتند.

جدول (۱): ترکیب شیمیایی ورق مورداستفاده (درصد وزنی)

С	Si	Cr	Мо	Fe	Al	Со
0.064	0.089	20.95	8.18	1.13	1.1	11.83
Cu	Ti	В	Ν	Co		Ni
0.017	0.269	0.002	0.016	11.83	5	55.2

جدول (۲): شرایط پیرسازی نمونهها						
نمونه	زمان پیرسازی، ساعت					
٩٠٠١	1					
٩٠٠٢	1					
٩٠٠٣	1					
٩٠٠٤	*•••					

جهت بررسی ریزساختاری، آمادهسازی نمونهها مطابق استاندارد ASTM-E3 انجام شد. برای اچ نمونهی نو از تركيب 15ml HCl+10ml CH₃COOH+10ml HNO₃ و برای نمونههای پیرسازی شده از محلول Kallings (5gr Cucl₂+10 ml HCl+100 ml Ethanol) استفاده شد. ریزساختار نمونه های آمادهسازی شده توسط میکروسکوپ نوری مدل (Ziees Axioskop 2 MAT) و میکروسکوپ الكترونى روبشى انتشار ميدانى⁶ (-FESEM EDS مجهز به آناليز عنصرى (TESCANMIRA3-XMU (SAMx) مورد بررسی قرار گرفت. جهت ارزیابی دقیقتر، رسوبات تشکیل شده در نمونه ها مطابق استاندارد ASTM E963 استخراج گردید. در این روش با تهیه ۴۰۰ میلی لیتر محلول ۱۰ درصد HCl و ۹۰ درصد اتانول و با اعمال دانسیته جریان A 1.2 بین نمونه (آند) و کاتد پلاتینی و در مدت ۴ ساعت در حدود ۴ گرم از آلیاژ در محلول حل گردید. پس از انحلال از دستگاه سانتریفوز با دور ۱۰۰۰۰ دور در دقیقه برای جداسازی رسوبات استفاده شد. در انتها ۰/۰-۰۴/۰۷ گرم رسوب استخراج گردید. این رسوب با دستگاه XRD و میکروسکوپ SEM مورد آنالیز و بررسی قرار گرفت.

جهت نمونههای TEM ابتدا با دستگاه وایرکات فویلی به ضخامت یک میلیمتر و در ابعاد (۱۰×۱۰) میلیمتر جدا گردید. سپس با سنباده مش ۸۰۰ ضخامت فویل به ۸۰ میکرون کاهش داده شد. با استفاده از پانچ، نمونههایی با قطر ۳ میلیمتر از فویل جدا گردید. توسط دستگاه

الکتروپولیش با جت دو طرفه و با استفاده از محلول ۱۰ درصد اسید پرکلریک و ۹۰ درصد اتانول در شرایط منفی ۳۰ درجه و پتانسیل ۱۲ ولت، سوراخی در وسط نمونه ایجاد گردید. برای تصویربرداری و آنالیز از میکروسکوپ آزمایشهای خواص مکانیکی مطابق استانداردهای ASTM ASTM محیط و کشش گرم در دمای ۲۰۰ درجه از نمونه دمای محیط و کشش گرم در دمای ۷۵۰ درجه از نمونه گرد با قطر سنجه ۴ میلیمتر و برای آزمایش ضربه از روش چارپی با ابعاد ۱۰×۱۰ میلیمتر استفاده گردید. مقادیر سختی میانگین چهار اندازه گیری و مقادیر سایر خواص مکانیکی

و کیفی استفاده شد. و کیفی استفاده شد.

۳- نتایج و بحث ۱-۳- تغییرات ریزساختاری ۱-۱-۳- ورق نو

در شکل (۱) ریزساختار ورق نو نشان داده شده است. ساختار از دانههای هممحور آستنیتی، ذرات پراکنده و بلوکی شکل دروندانهای (C,N) و Cick و درصد بسیار کمی کاربیدهای M₆C و M₂₃C₆ دروندانهای و مرزدانهای تشکیل شده است. متوسط اندازه دانه ۷۲ میکرون و بر اساس آنالیز تصویری کسر سطحی فازهای موجود در حدود ۵/۰ درصد است. ابعاد کربونیتریدها به طول ۱۱–۴ میکرون و عرض ۵–۱/۵ میکرون میباشند.

۲-۱-۳ نمونه ۹۰۰۱

در شکل (۲) ریزساختار نمونه پیرسازی شده به مدت یک ساعت در دمای ۹۰۰ درجه نشان داده شده است. نمونه پس از قرارگیری در کوره در هوا سرد گردید. تغییرات رخ داده در ریزساختار در مقایسه با ریزساختار ورق کار نکرده و زمان پیرسازی یک ساعت بسیار قابل توجه است. در مرزدانهها، مجاور مرزدانهها، مرزهای دوقلویی و در داخل دانهها و در مجاور ذرات (Ti(C,N) کاربیدهای ریز و

پراکنده تشکیل شده است. در برخی از مرزدانهها کاربیدها بهصورت ناپیوسته در آمدهاند. در شکل (۳) نتایج EDS کاربیدهای موجود و همچنین ترکیب کربونیترید تیتانیم در نمونه آورده شده است. بر اساس نتایج، کاربیدهای تشکیل شده از نوع غنی از کروم و ترکیب M₂₃C₆ می باشند. تغییرات شدید اتفاق افتاده نسبت به نمونه کارنکرده نشاندهنده سرعت نفوذ بالای عناصر آلیاژی بخصوص کروم و کربن در دمای ۹۰۰ درجه می باشد.

شکل (۴) تصاویر مربوط به ذرات استخراج شده از نمونه را نشان میدهد. رسوبات از ذرات درشت که عمدتاً ترکیب Ti(C,N) هستند و درصد بالایی از ذرات ریز کمتر از ۲۰۰ نانومتر تشکیل شده است. مشاهده می شود که ذرات درشت به دلیل وجود درصد بالای ذرات ریز با این ذرات به صورت کامل پوشیده شدهاند. ذرات ریز به شکل بلوکی و درصد بالای آنها نشاندهنده جوانهزنی و رشد تعداد زیاد کاربید کروم در زمان کوتاه یک ساعت است.

در شکل (۵) تصاویر TEM نمونه نشان داده شده است. تشکیل ذرات بلوکی شکل کاربید M₂₃C₆ در داخل دانهها مشاهده می شود. هم چنین علاوه بر کاربیدهای غنی از کروم ذرات ریز و مکعبی 'γ به صورت پراکنده در داخل دانه ها پدید آمده است. متوسط ابعاد ذرات 'γ، ۲۰ نانومتر است. ابعاد کاربیدهای دروندانه ای در محدوده ۱۶۰–۱۵ نانومتر قرار دارد. در شکل ۵ ب الگوی پراش زمینه، کاربید M₂₃C6 فرار دارد. در شکل ۵ ب الگوی پراش زمینه، کاربید M₂₃C6 فاز 'γ در دمای بیش از ۸۷۱ درجه حل می گردد [۰۰–۱]. مطابق پژوهش انجام شده توسط وو و همکاران [۶] نمونه کار کرده در دمای ۸۷۱ درجه و زمان ۵۱۸۵۰ ساعت دارای

کسر حجمی بسیار کمی از ذرات 'م است. تشکیل کاربیدهای ریز دروندانهای و مرزدانهای ناپیوسته و همچنین ذرات 'م به دلیل قفل کردن نابجاییها و جلوگیری از لغزش مرزدانهای منجر به افزایش استحکام آلیاژ می شود.

۳-۱-۳- نمونه ۹۰۰۲

در شکل (۶) ریزساختار نمونه پس از ۱۰۰ ساعت پیرسازی نشان داده شده است. جوانهزنی و رشد کاربیدهای جدید و همچنین فرایند درشت تر شدن کاربیدهای قبلی ادامه دارد. در برخی از مرزدانهها کاربیدها تقریباً پیوسته شدهاند. در مرزهای دوقلویی کاربیدها درشت تر و پیوسته تر شده و در داخل دانهها کاربیدهای ریز زیادی جوانهزده است. در مجاور ذرات (C,N) کاربیدهای درشت تشکیل شده است. در تصویر Ti(C,N کاربیدهای در بلوکی شکل مشاهده نابجاییها در اطراف کاربیدهای ریز بلوکی شکل مشاهده میشود. تفاوت دیگر نسبت به نمونه با ۱۰ ساعت پیرسازی افزایش تعداد کاربیدهای غنی از مولیبدن M₆C در مرزدانهها است. در شکل (۷) نتایج EDS کاربید غنی از مولیبدن آورده شده است.

در شکل (۸) تصاویر رسوبات استخراج شده از نمونه نشان داده شده است. مقایسه ذرات با نمونه قبلی گویای آن است که ذرات بهصورت مشهود درشت تر شده و بهراحتی قابل تفکیک میباشند. ذرات درشت به شکل های شبه کروی و صفحهای هستند. درصد ذرات کمتر از ۲۰۰ نانومتر بهمراتب کمتر از نمونه قبلی و بلوکی شکل هستند.



شکل (۱): ریزساختار ورق آنیل شده، الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی و ب) تصویر میکروسکوپ نوری



شکل (۲): ریزساختار نمونه ۹۰۰۱ پس از یک ساعت پیرسازی، الف) تصویر میکروسکوپ نوری، ب و ج) تصویر میکروسکوپ الکترونی



شکل (۳): نتایج آنالیز EDS فازهای نمونه ۹۰۰۱ نشان داده شده در شکل (۲)



شکل (۴): تصاویر SEM رسوبات استخراج شده از نمونه ۹۰۰۱ با یک ساعت پیرسازی



شکل (۵): تصاویر TEM نمونه ۹۰۰۱، الف) توزیع ذرات ریز کاربید و 'γ در زمینه و ب) الگوی پراش زمینه، کاربید M₂₃C₆ و 'γ



شکل (۶): ریزساختار نمونه ۹۰۰۲ با ۱۰۰ ساعت پیرسازی، الف) تصویر میکروسکوپ نوری، ب و ج) تصویر میکروسکوپ الکترونی و د) تصویر TEM



شکل (۷): آنالیز EDS کاربید M6C نشان داده شده در شکل ۶



شکل (۸): تصاویر SEM رسوبات استخراج شده از نمونه ۹۰۰۲ با ۱۰۰ ساعت پیرسازی

٤-١-٣- نمونه ٩٠٠٣

در شکل (۹) ریزساختار نمونه بعد از ۱۰۰۰ ساعت پیرسازی نشان داده شده است. در تصاویر ریزساختاری مشاهده می شود که در اکثر مرزدانه ها کاربیدهای پیوسته تشکیل شده و همچنین در مرزهای دوقلویی و دروندانه کاربیدهای نسبتاً درشت ایجاد شده است. نکته قابل توجه کم شدن درصد و تعداد کاربیدهای دروندانه ای است؛ این پیامد بیانگر انحلال کاربیدهای دروندانه ای و ادغام آن ها با کاربیدهای مرزدانه ای است. این فرایند در تصاویر TEM شکل (۱۰) نشان داده شده است. بر اساس تصاویر SEM درصد فاز M₆C در مرز دانه قبلی افزایش یافته است. وجود کاربید M₆C در مرز دانه نشان دهنده نفوذ عنصر مولیبدن از زمینه به سمت مرزدانه ها است.

در شکل (۱۱) تصاویر SEM رسوبات استخراج شده از نمونه نشان داده شده است. نسبت به نمونه قبلی ابعاد ذرات بسیار بزرگ تر شده و مورفولوژی آنها قابل تفکیک و مشخص است. ابعاد اکثر ذرات بیش از یک میکرون است. این مقدار نشاندهنده رشد ابعادی کاربیدها است. موضوع دیگر تعداد قابل توجه ذرات صفحهای و میلهای شکل است. ابعاد برخی از آنها بیش از ۵ میکرون بوده و درصد حجمی آنها نیز بالاست. بر اساس قانون اوسوالد ذرات جهت کاهش انرژی سطحی تمایل به کروی شدن دارند؛ وجود ذرات صفحهای شکل با ابعاد طولی بیش از ۵ میکرون نشاندهنده آن است که فرایند رشد ذرات در مراحل اولیه قرار دارد. ذرات ریز کمتر از ۵۰۰ نانومتر به شکل های بلوکی و مکعبی می باشند. $\gamma' + M_{23}C_6 \, \gamma \to + \, MC$

0-1-3- نمونه ۹۰۰٤

شکل (۱۲) ریزساختار نمونه بعد از ۲۰۰۰ ساعت پیرسازی در دمای ۹۰۰ درجه را نشان میدهد. مشابه نمونه ۹۰۰۳ در اکثر مرزدانهها کاربیدها پیوسته شده و بهصورت مشهود در مرزدانه ها و اطراف ذرات (C,N) کاربید M₆C افزایش یافت. در این نمونه تشکیل و درشت شدن ذرات کاربیدی ادامه یافت. کسر سطحی فازهای کاربیدی افزایش یافته و به ۳/۸ درصد رسید. درصد کاربیدهای کروم بسیار بیشتر از کاربیدهای M₆C است. شکل (۱۳) تصاویر TEM نمونه را نشان میدهد. تجمع و ادغام کاربیدها در مرزدانهها، تجمع و قفل شدن نابجاییها در مرزهای دوقلویی و جوانهزنی کاربیدهای جدید مشاهده می شود. در شکل (۱۳) ج الگوی پراش زمینه آستنیت و کاربید M₂₃C₆ آورده شده ست. شکل (۱۲) د کاربیدهای M₆C و M₂₃C₆ را در مجاور ترکیب کربونیترید تیتانیم را نشان میدهد. به دلیل وجود عنصر کربن در ذرات (Ti(C,N و مطابق تصاویر SEM بخشی از کربونیترید تیتانیم مطابق استحاله زیر به کاربید غنی از کروم تبديل مي شود.

رابطه (۱)

در شکل (۱۴) رسوبات جدا شده از زمینه نشان داده شده است. عمده کاربیدها به شکل صفحهای هستند. ضخامت کاربیدهای صفحهای و ابعاد سایر اشکال نیز افزایش یافته است. درصد ذرات کمتر از ۵۰۰ نانومتر کاهش یافته و این نشاندهنده ادغام كاربيدها و درشت تر شدن كاربيدهاي قبلي است. در شکل (۱۵) توزیع عناصر تیتانیم، کروم و مولیبدن در فازهای استخراج شده از زمینه نشان داده شده است. بر اساس نتایج آنالیز رسوبات حاوی ترکیب (Ti(C,N و کاربید کروم هستند و همان طور که در تصاویر ریز ساختار نمونه آورده شده است، درصد حجمي كاربيد موليبدن خيلي كم ميباشد. نتايج آزمایش های انجام شده بر روی نمونه پیرسازی شده تا زمان ۲۰۰۰ ساعت بیانگر آن است که تغییرات ریزساختاری اتفاق افتاده در آلیاژ در دمای ۹۰۰ درجه بسیار قابل توجه و دارای نرخ بالایی است. لذا در استفاده از سوپر آلیاژ ۶۱۷ در اجزای تجهیزات صنعتی و در دماهای بالاتر از ۹۰۰ درجه بایستی موارد لازم در نظر گرفته شود.



شکل (۹): ریزساختار نمونه ۹۰۰۳ با ۱۰۰۰ ساعت پیرسازی، الف) تصویر میکروسکوپ نوری، ب و ج) تصاویر SEM



شکل (۱۰): تصاویر TEM نمونه ۹۰۰۳ با ۱۰۰۰ ساعت پیرسازی



شکل (۱۱): تصاویر SEM رسوبهای استخراج شده از نمونه ۹۰۰۳ با ۱۰۰۰ ساعت پیرسازی



شکل (۱۲): ریزساختار نمونه ۹۰۰۴ با ۲۰۰۰ ساعت پیرسازی، الف) تصویر میکروسکوپ نوری و ب، ج و د) تصاویر SEM، در تصویر د استحاله کربونیترید تیتانیم به کاربید M23C6 نشان داده شده است.



شکل (۱۳): تصاویر TEM نمونه ۹۰۰۴، الف) تجمع و پیوسته شدن کاربیدها در مرزدانه، ب) تجمع و قفل شدن نابجاییها در مرز دوقلویی و ج) الگوی پراش زمینه آستنیت و کاربید M23C6



شکل (۱۴): تصاویر رسوبات استخراج شده از نمونه ۹۰۰۴ با ۲۰۰۰ ساعت پیرسازی در بزرگنماییهای مختلف



شکل (۱۵): توزیع عناصر مختلف از فازهای ثانویه استخراج شده از نمونه ۹۰۰۴، الف) تصویر TEM رسوبات استخراج شده، ب) توزیع عنصر تیتانیم، ج) توزیع عنصر کروم و د) توزیه عنصر مولیبدن

۲–۳– سطوح شکست آزمایش ضربه در شکل (۱۶) سطح شکست آزمون ضربه نمونههای کارنکرده و پیرسازی شده در زمانهای یک و ۲۰۰۰ ساعت نشان داده شده است. سطح شکست ورق نو شامل دیمپلهای درشت بوده و شکست از نوع نرم است. در نمونه پیرسازی شده به مدت یک ساعت حفرهها و میکروترکهای مرزدانهای و هم چنین دیمپلهای درشت ناشی از شکست نرم

مشاهده می شود؛ بنابراین سطح شکست تلفیقی از شکست ترد مرزدانهای و شکست نرم است. سطح شکست نمونه پیرسازی شده به مدت ۲۰۰۰ ساعت شامل ترکها و حفرههای مرزدانهای است و با توجه به علائم از نوع شکست ترد مرزدانهای است. نوع سطح شکست نیز با توجه به ریزساختارهای توضیح داده شده بیانگر ترد شدن آلیاژ و تشکیل کاربیدهای متراکم در مرزدانهها است.



شکل (۱۶): سطوح شکست تست ضربه نمونه ها، بالا: ورق نو، وسط: نمونه با یک ساعت پیرسازی، پایین: نمونه با ۲۰۰۰ ساعت پیرسازی

نرم افزار MAUD و براساس نتایج XRD محاسبه گردید. ملاحظه می شود که درصد هر دو کاربید بر حسب زمان پیرسازی افزایش می یابد. درصد ترکیب (Ti(C,N تا زمان ۱۰۰۰ ساعت ثابت میماند اما بعد از این زمان بصورت ناچیز کاهش می یابد و مطابق شکل (۱۲) بخشی از آن به کاربید تغییر می یابد. علاوه بر سه فاز اصلی در نمونه ۹۰۰۱ بعد از یک ساعت پیرسازی حدود ۳ درصد وزنی رسوبات، شامل فاز گاما پرایم است. درصد وزنی این فاز به سرعت کاهش یافته و در ۱۰۰ ساعت به ۰/۰۵ درصد میرسد و در نمونههای بعدی گرچه مطابق شکل (۱۷) پیک آن شناسایی گردید ولی مقدار آن ناچیز بوده و قابل اندازه گیری نمی باشد. تدوین تغییرات کمی کسر سطحی کاربیدها در دماهای مختلف بر حسب زمان کارکرد روش مناسبی جهت ارزیابی وضعیت و عمر باقیمانده قطعات در حین کار میباشد. در پژوهش های انجام شده وجود کاربیدهای M₂₃C_{6 و M₆C و ترکیب Ti(C,N در شرایط} کاری مختلف گزارش شده است [۱۵–۱]. در این تحقیق نیز این فازها شناسایی شدند. تفاوت قابل توجهی که در تحقیق حاضر مشاهده شده، وجود کاربیدهای درشت مرزدانهای M₆C در زمان پیرسازی ۱۰۰۰ است که در مقالات منتشر شده به آن اشاره نشده است.

جدول (٣): کسر سطحی کاربید نمونه ها بر حسب زمان

sample	Aging time, hr	Area fraction of carbides, %	Area fraction of M6C carbide, %
AR	0	0.4	Negligible
9001	1	1	Negligible
9002	100	2.1	0.03
9003	1000	2.6	0.15
9004	2000	3.8	0.4

جدا شده از نمونهها	در رسوبات –	وزني فازها	جدول (۴): درصد
--------------------	-------------	------------	----------------

Sample	Aging time, hr	M ₂₃ C ₆	M ₆ C	T _i (C,N)	Ni ₃ (A ₁ ,T _i)
9001	1	78.6	3.1	14.5	3.1
9002	100	80.7	4.7	14.5	0.05
9003	1000	81.8	3.7	14.5	
9004	2000	82	3.8	14.2	

فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، تابستان ۱۴۰۱، شماره ۲

۳-۳- بررسی نتایج XRD

جهت بررسی ترکیبات موجود در رسوبات جدا شده از زمینه نمونهها، از دستگاه پراش سنج پرتو ایکس مدل Philips X'Pert Pro استفاده شد. آزمایشها در زوایای ۳۰ الی ۱۰۰ درجه انجام گردید. در شکل (۱۷) نتایج پراش پرتو ایکس برای پنج نمونه آورده شده است. مشاهده می شود که پیکهای اصلی نمونهها در یک راستا قرار داشته و مربوط به تركيبات Ti(C,N), M₂₃C₆,M₆C مى باشند. مطابق شكل (١٧) تعداد ييكهاي مربوط به كاربيدهاي M₆C , M₂₃C₆ با افزايش زمان افزایش یافته و پیک مربوط به ترکیب (Ti(C,N ثابت مانده است. بر اساس تصاویر ریزساختاری نوری و الکترونی که در بخش قبلی به آنها پرداخته شده، وجود ترکیبات Ti(C,N), M₂₃C₆, M₆C مسلم است. ترکیب دیگری که در نمونهها شناسایی گردید فاز گاما پرایم است. بر اساس منابع این فاز حداکثر ۵ تا ۶ درصد و در دماهای بین ۶۰۰ الی ۷۵۰ درجه تشکیل می گردد و در دماهای بیشتر از ۸۷۱ درجه بصورت خیلی ناچیز گزارش گردید [۲۵–۱۵] اما در نمونه های مورد بررسی در نمونههای پیرسازی شده و حتی در ورق نو این فاز شناسایی شد؛ البته مطابق نتایج جداول (۳) و (۴) درصد آن بسیار ناچیز بوده و نقش چشمگیری در خواص مكانيكي آلياژ ندارد.

در جدول (۳) و شکل (۱۸) کسر سطحی کاربیدها ارائه شده است (کسر سطحی کاربیدها با نرم افزار Image J اندازه گیری شد). همانطور که در بخش ریزساختاری آورده شده درصد کاربیدها روند افزایشی قابل توجهی دارد؛ از مقدار ۰/۵ درصد در آلیاژ نو به ۳/۸ درصد در نمونه ۹۰۰۴ افزایش یافته است. کاربید M₆C نیز از مقدار ناچیز در نمونه نو به ۴/۰درصد در نمونه پیرسازی شده به مدت ۲۰۰۰ ساعت افزایش یافت. به عبارتی هر دو کاربید بر حسب زمان افزایش یافته؛ اما درصد کاربید M₂₃C₆ بسیار بیشتر از کاربید M₆C است. در جدول (۴) درصد وزنی فازهای موجود در رسوبات استخراج شده از نمونه ها آورده شده است. درصدهای کمی با



شکل (۱۷): نتایج آنالیز XRD نمونه های کارنکرده و پیرسازی شده



3–۳– خواص مکانیکی در جداول (۵) و (۶) تغییرات خواص مکانیکی نمونهها در دمای محیط و دمای ۷۵۰ درجه نشان داده شده است. در شکلهای (۱۹) و (۲۰) تغییرات خواص مختلف بر حسب زمان رسم شده است. ملاحظه می شود که انرژی ضربه در ساعت اول نصف شده و در ادامه تا ۲۵ درصد نمونه نو کاهش می یابد. سختی نیز ابتدا بیش از ۲۰ درصد افزایش داشته اما در ۱۰۰۰ ساعت به سختی اولیه بر گشته و در ادامه ثابت می ماند. در مقابل درصد از دیاد طول دمای محیط و شاستحکام نهایی در دمای ۷۵۰ درجه از ابتدا روند نزولی داشتهاند.

تغييرات مقادير خواص مكانيكي با توجه به تغييرات ریزساختاری توضیح داده شده در بخشهای قبلی، نشان میدهد که انرژی ضربه به شدت تحت تاثیر کاربیدهای مرزدانهای قرار دارد و با تشکیل کاربیدهای مرزدانهای ناپیوسته نیز کاهش شدیدی می یابد. با پیوسته و درشت شدن کاربیدها در مرزدانه ها تا ۲۵ درصد نمونه نو کاهش می یابد. همانطور که در بخش ۳-۲ توضیح داده شده است، دلیل کاهش ناگهانی انرژی ضربه تغییر نوع شکست از حالت نرم در ورق نو به شکست ترد مرزدانهای در نمونه پیرسازی به مدت ۱۰۰ ساعت می باشد. سختی، استحکام نهایی در دمای محیط و استحکام نهایی در دمای ۷۵۰ درجه روند متفاوتی با انرژی ضربه دارند. تقریباً تا ۵۰۰ ساعت اول زمان پیرسازی و با تشکیل کاربیدهای پراکنده مرزدانهای و دروندانهای، تجمع نابجاییها در اطراف رسوبات دروندانهای و هم چنین درصد بسیار اندک ذرات گاما پرایم، افزایش کمی مییابند؛ اما در ادامه زمان پیرسازی و با پیوسته و درشت شدن کاربیدها روند نزولی یافته و کاهش می یابند. البته به دلیل دمای بالای پیرسازی و نرخ بالای تغییرات ریزساختاری درصد افزایش استحکام در دمای محیط کمتر از ۵ درصد و در دمای ۷۵۰ درجه کمتر از ۱۰

درصد است. استحکام تسلیم در دمای محیط و دمای ۷۵۰ درجه بر حسب زمان پیرسازی افزایشی نداشته و از ابتدا روند نزولی دارند. تغییر شکل در آلیاژ ۶۱۷ تابع حرکت نابجاییها و مقدار انرژی نقص چیدن است [۱۳]. کاهش ۷ درصدی تنش تسلیم در زمان پیرسازی ۱۰۰ ساعت و در ادامه ثابت ماندن آن نشان میدهد که پارامترهای یاد شده در زمانهای آزمایش شده تغییر قابل توجهی نداشتهاند. روند کاهشی دارد؛ اما تغییرات آن در دمای ۷۵۰ درجه با درصد ازدیاد طول در دمای محیط از ابتدای زمان پیرسازی دمای محیط تفاوت دارد. در این دما تا ۱۰۰ اول پیرسازی درصد ازدیاد طول افزایش مییابد و در ادامه روند نزولی آن آغاز می گردد. تشکیل ذرات بسیار ریز گاما پرایم تا درات بعد از ۱۰۰ ساعت عامل این تغییرات میباشد.

٤- نتیجه گیری

تغییرات خواص مکانیکی و ریزساختاری سوپر آلیاژ ۶۱۷ در دمای ۹۰۰ درجه و زمانهای پیرسازی، یک ساعت الی ۲۰۰۰ ساعت مورد بررسی قرار گرفت. مهمترین نتایج بدست آمده بشرح زیر میباشد.

– فازهای ثانویه آلیاژ شامل کاربیدهای M₂C₆, M₆C و ترکیب Ti(C,N) هستند که با افزایش زمان پیرسازی کسر سطحی کاربیدها از ۵/۰ درصد در ورق نو به ۳/۸ درصد در زمان ۲۰۰۰ ساعت افزایش مییابد. کسر سطحی هر دو کاربید روند افزایشی دارد اما درصد کاربید M₆C بسیار کمتر از کاربید M₂C₆ است. در زمانهای بیش از ۱۰۰۰

ساعت درصد بسیار کمی از ترکیب (Ti(C,N به کاربید تغییر مییابد. – تغییرات ریزساختاری در ساعت اول پیرسازی بسیار قابل

توجه است و با شروع پیرسازی، هستههای بلوکی شکل زیادی در دروندانه و مرزدانهها تشکیل میشود. با افزایش زمان پیرسازی این ذرات در یکدیگر ادغام و درشت تر شده و به شکلهای شبه کروی، صفحهای و میلهای تغییر مییابند. – در یک ساعت اول زمان پیرسازی درصد بسیار کمی فاز کر در آلیاژ تشکیل میشود. با ادامه پیرسازی اکثر این ذرات حل شده و در زمانهای بیش از ۱۰۰ ساعت فقط پیکهای این فاز در پراش اشعه ایکس رسوبات استخراج شده شناسایی گردید.

با افزایش زمان پیرسازی، سطح شکست نمونه آزمون
ضربه از نوع نرم در ورق نو به ترد مرزدانهای در زمان ۱۰۰
ساعت تغییر می یابد.

- با افزایش زمان پیرسازی به ۲۰۰۰ ساعت انرژی ضربه به ۲۵ درصد مقدار ورق نو کاهش مییابد. سختی و استحکام تا ۱۰۰۰ ساعت اول پیرسازی بهبود کمی یافته ولی بعد از ۲۰۰۰ ساعت تقریباً به مقادیر ورق نو کاهش مییابند.

درصد ازدیاد طول از ابتدای پیرسازی روند کاهشی دارد. - بررسی تغییرات ریزساختاری و خواص مکانیکی آلیاژ در دمای ۹۰۰ درجه نشان داد که نرخ تغییرات در این دما قابل توجه است. با استفاده از نتایج کیفی و کمی آورده شده در این تحقیق هنگام استفاده از آلیاژ ۶۱۷ در تجهیزات صنعتی، می توان با رصد تغییرات یاد شده از حوادث غیرمنتظره پیشگیری و وضعیت جاری را ارزیابی نمود.

			,		-		•••	<u> </u>			
Sample	Aging time, hr	UTS, MPa	σ	YS, MPa	σ	EL, %	σ	Impact energy, J	σ	Hardness, HV	σ
AR	0	801	6.5	436	5.5	54	2.5	201	6.5	183	4.5
9001	1	839	9	415	6	49	3	109	5	197	3.5
9002	100	830	9.5	404	8	45	2	76	6	209	4.5
9003	1000	815	8	405	4.5	42	2.5	66	4	185	2.5
9004	2000	813	4.5	404	5	40	2.5	54	4.5	186	4.5

جدول (۵): نتایج خواص مکانیکی نمونه ها در دمای محیط (۵: انحراف معیار)

جدول (۶): نتایج تست کشش گرم نمونهها در دمای C°۷۵۰ (o: انحراف معیار)

			,		-		
Sample	Aging time, hr	UTS, MPa	σ	YS, MPa	σ	EL, %	σ
AR	0	465	4.5	269	4	44	5
9001	1	493	7.5	233	3	52	3.5
9002	100	510	8	240	2.5	45	4
9003	1000	452	5.5	240	4.5	43	3.5
9004	2000	447	7	239	3.5	40	4.5



شکل (۱۹): تغییرات انرژی ضربه و درصد ازدیاد طول نمونهها بر حسب زمان پیرسازی حرارتی، روند تغییرات دو پارامتر مشابه هم میباشد.



Metallurgical and materials transactions A, vol. 39, no. 11, pp. 2569-2585, 2008.

[7] M. Cabibbo, E. Gariboldi, S. Spigarelli & D. Ripamonti, "Creep behavior of INCOLOY alloy 617", Journal of Materials Science, vol. 43, pp. 2912–2921, 2008.

[8] K. Ram, S. V. Hainsworth, H. V. Atkinson & A. Strang, "Microstructural analysis of creep exposed IN617 alloy", Materials Science and Technology, vol. 26, no. 7, pp. 797-802, 2010.

[9] M. Cabibbo & et al, "Creep behavior of INCOLOY alloy 617", Journal of Materials Science, vol. 43, 2008, p. 2912, 2008.

[10] D. Tytko, P. Choi, J. Klower, A. Kostka, G. Inden & D. Raabe, "Microstructural evolution of a Ni-based superalloy (617B) at 700 °C studied by electron microscopy and atom probe tomography", Acta Materialia, vol. 60, pp. 1731–1740, 2012.

[11] S. F. DiMartino, R. G. Faulkner, S. C. Hogg, S. Vujic & O. Tassa, "Characterisation of microstructure and creep properties of alloy 617 for high-temperature applications", Materials Science & Engineering A, vol. 619, 2014.

[12] A. K. Roy & V. Marthandam, "Mexhanism of yield strength anomaly of Alooy 617", Materials Science and Engineering A, vol. 517, pp. 276-280, 2009.

٥- منابع

[1] X. Xiang, Z. Yao, J. Dong & L. Sun, "Dissolution behavior of intragranular $M_{23}C_6$ carbide in 617B Ni-base superalloy during longterm aging", Journal of Alloys and Compounds vol. 787, pp. 216-228, 2019.

[2] M. Speicher, F. Kauffmann, J. H. Shin & M. Chandran, "Microstructure evolution in alloy 617B after a long-term creep and thermal aging at 700°C", Materials Science and Engineering A, vol. 711, pp. 165-174, 2018.

[3] J. Benz, T. Lillo & R. Wright, "Aging of alloy 617 at 650 and 750°C, Idaho National Laboratory", Jan. 2013.

[4] R. Krishna, S. V. Hainsorth, P. A. Gill & H. V. Atkinson, "Effect of Titanium Carbonitride (Ti(C,N)) decomposition on failure mechanisms in Inconel 617 alloy", Microscopy research and technique, vol. 78, pp. 336-342, 2015.

[5] Y. Guo, B. Wang & S. Hou, "Aging precipitation behavior and mechanical properties of Inconel 617 superalloy", Acta Metallurgica Sinica, vol. 26, no. 3, pp. 307-312, 2013.

[6] Q. Wu, H. Song, R. W. Swindeman, J. P. Shingledecke & V. K. Vasudevan, "Microstructure of long-term aged IN617 Ni-base superalloy",

فصل نامه علمی و پژوهشی فرایندهای نوین در مهندسی مواد، شماره ۴، سال ۱۳۹۷.

[22] A. K. Roy, M. H. Hasan & J. Pal, "Creep Deformation of Alloys 617 and 276 at 750–950 C", Materials Science and Engineering: A, vol. 520, no. 1, pp. 184-188, 2009.

[23] S. Zhang, "Research of morphology evolution of precipitation during aging and the effects of precipitation on creep property of 617B superalloy", 5th International Conference on Energy Equipment Science and Engineering, 2019.

[24] D. Tytko, P. Choi, J. Klower, A. Kostka, G. Inden & D. Raabe, "Microstructural evolution of a Ni-based superalloy (617B) at 700 °C studied by electron microscopy and atom probe tomography", Acta Materialia, vol. 60, pp. 1731–1740, 2012.

[25] A. Kewther, M. S. J. Hashmi & B. S. Yilbas, "Fatigue properties of the refurbished INCO-617 alloy", Journal of Materials Processing Technology, vol. 118, pp. 45-49, 2001.

[26] T. Lillo, J. Cole, M. Frary & S. Schlegel, "Influence of Grain Boundary Character on Creep Void Formation in Alloy 617, Metallurgical and Materials Transactions A", vol. 40a, 2009-2803.

[27] W. G. Kima, J. Y. Park, I. M. W. Ekaputra, M. H. Kima & Y. W. Kima, "Analysis of creep behavior of Alloy 617 for use of VHTR system", 20th European Conference on Fracture (ECF20), Procedia Materials Science, vol. 3, pp. 1285-1290, 2014.

[۲۸] ح. فیض آبادی، م. عباسی، م. مرکباتی، ر. مهدوی و م. توکلی، "تأثیر نورد سرد و آنیل بر ریزساختار و خواص کششی سوپر آلیاژ HasteelloyX"، فصل نامه علمی و پژوهشی فرایندهای نوین در مهندسی مواد، شماره ۲، تابستان ۱۳۹۶.

[1] Ultra-Supercritical Power Plants

[2] Very High Temperature Gas-Cooled Reactor

[3] Wu et al

[4] Cabibbo et al

[5] Ram et al

[6] Field Emission Scanning Electron Microscope

[13] A. N. Singh, A. Moitra, P. Bhaskar, G. Sasikala, A. Dasgupta & A. K. Bhaduri, "Effect of thermal aging on microstructure, hardness, tensile and impact properties of Alloy 617", Materials Science and Engineering A, vol. 710, pp 47-56, 2018.

[14] M. Akbari-Garakani & M. Mehdizadeh, "Effect of long-term service exposure on microstructure and mechanical properties of Alloy 617", Materials and Design, vol. 32, pp. 2695– 2700, 2011.

[15] R. Krishna, S. V. Hainsworth, S. P. A. Gill, A. Strang & H. V. Atkinson, "Topologically Close-Packed μ Phase Precipitation in Creep-Exposed Inconel 617 Alloy", Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 44a, March 2013.

[16] G. Chai, M. Calmunger, S. Johansson, J. Moverare & J. Odqvist, "Influence of Dynamic Strain Ageing and Long Term Ageing on Deformation and Fracture Behaviors of Alloy 617", Materials Science Forum, vol. 879, pp. 306-311, 2016.

[17] F. Abe, "Research and Development of Heat-Resistant Materials for Advanced USC Power Plants with Steam Temperatures of 700 °C and Above", Advanced Materials and Materials Genome, Engineering, vol. 1, no. 2, pp. 211–224, DOI 10.15302/J-ENG-2015031. 2015

[18] K, Ram, S. V. Hainsworth, S. P. A. Gill, A. Strang & H. V. Atkinson, "Microstructural evolution in creep exposed IN617", Proceedings of ECCC, 2009.

[19] Md. S. Rahman, G. Priyadarshan, K. S. Raja, C. Nesbitt & M. Misra, "Characterization of high temperature deformation behavior of INCONEL 617", Mechanics of Materials, vol. 41, pp. 261–270, 2009.

[20] S. Chomette, J. M. Gentzbittel & B. Viguier, "Creep behaviour of as received, aged and cold worked INCONEL 617 at 850°C and 950°C", Journal of Nuclear Materials, vol. 399, pp. 266-274, 2010.

[۲۱] م. احمدی و ح. آقاجانی، "ایجاد پوشش کامپوزیتی YSZ/Al بر روی سوپرآلیاژ اینکولوی ۸۲۵ به روش رسوبدهی الکتروفورتیک"،