

## Research Paper

# Microstructural characterization and mechanical properties of IN617 after long-term operation

Mohsen mehdizadeh<sup>1</sup> and Hasan Farhangi<sup>2\*</sup>

1- PhD student Department of Materials and Metallurgical Engineering, College of Alborz, University of Tehran, Tehran, Iran.

2- Associate Professor, School of Materials and Metallurgical Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

Received: 2021/10/16

Revised: 2021/11/15

Accepted: 2021/11/20

Use your device to scan and read the article online



DOI:

10.30495/jnm.2021.29188.1940

### Keywords:

IN617 superalloy, Long-term service, Microstructural characteristics, Mechanical properties.

### Abstract

The microstructural evolutions and mechanical properties of the IN617 superalloy aged at 750°C for 105000 hours were investigated. Microstructural examinations were carried out by optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM) and X-ray diffraction (XRD). Microstructural evaluations shows that continuous carbides have been formed in all grain boundaries and large carbides have been formed within the grains and twin boundaries, due to long-term aging at high temperature. The volume fraction of carbides increases from 0.5% in the as-received plate to 6.5% in the aged sample. In addition to the three main compounds of  $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$  and  $Ti(C,N)$ , the  $\gamma'$  phase and a small amount of harmful  $\delta$  phase have been identified in the aged specimen. The stability of mechanical properties at high temperature is attributed to the presence of  $\gamma'$  phase after 105000 hours of aging. Based on  $\gamma'$  particles sizes (4-10 nm) as well as their morphology, this phase is in the dissolution stage after 105000 hours. Furthermore,  $M_6C$  is in the transformation stage to  $M_{23}C_6$  carbide and  $\gamma'$  phase, and a small amount of  $Ti(C,N)$  has been transformed to carbide. The presence of  $M_{23}C_6$  carbides with dimensions less than 200 nm inside the grains indicates that the nucleation process of carbides continues. More than 90% of the carbides have spherical, quasi-spherical and irregular morphologies, and the rest are plate-like and rod-shaped. The morphology and size of the carbides formed at grain boundaries and intragranular regions indicate that they are in the process of dissolution and agglomeration. The strength and hardness of the aged alloy is better than the as-received plate; However, due to the formation of large carbides in the grain boundaries, the impact energy of the aged alloy has been reduced by more than 75% as compared to the as-received plate. The results shows that IN617 is a suitable alloy for the long-term services at temperature range of 700-800°C .

**Citation:** Mohsen Mehdizadeh and Hasan Farhangi, Microstructural characterization and mechanical properties of IN617 superalloy after long-term operation, Quarterly Journal of New Materials. 2021; 12 (44): 83-102.

\***Corresponding author:** Hasan Farhangi

**Address:** School of Metallurgy and Materials Engineering, Faculty of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

**Tell:** +982182084076

**Email:** hfarhangi@ut.ac.ir

## Extended Abstract

### Introduction

IN617 is a nickel-based superalloy containing significant amounts of chromium, cobalt, molybdenum, iron and aluminum, which has a good combination of thermal stability, corrosion resistance, oxidation and creep resistance. Its strengthening mechanisms include solid solution strengthening as well as the precipitation of secondary phases within the grains and at the grain boundaries. The most important microstructural change in this alloy during operation at high temperatures is intragranular and intergranular (grain boundary) formation of  $M_{23}C_6$  and  $M_6C$  carbides [1-7]. In recent decades, many researches have focused on the identification of microstructural evolutions of IN617 under different working conditions. In this paper, the changes of carbides characteristics in 617 superalloy as well as its mechanical properties at 750°C and in 105000 hours operation are investigated. The difference between the present article and similar articles is in the long service life of the samples as well as the preparation of samples of industrially used parts.

### Materials and methods

The as-received samples were prepared from a as received plate that was hot worked, annealed at 1175°C and 10 hours aged at 670°C. Operating specimens were exposed to hot gas at 750°C and medium working stress and separated from of the gas turbine combustion chamber components.

To study the microstructure, samples were prepared according to ASTM-E3 standard. After grinding and polishing, samples were etched with Kalings solution. The microstructure of the samples was examined using optical microscopy and field emission scanning electron microscopy equipped with EDS elemental analysis. For more accurate evaluation of the microstructure, the phases formed in the samples were extracted according to ASTM-E963 standard. In this method, by preparing 400 ml of a solution of 10% HCl and 90% ethanol, and applying a current density of 1.2A

between the sample (anode) and a platinum cathode, about 4 g of the alloy was dissolved in this solution in 4 hours. After dissolution, a centrifuge with 10000 rpm was used to separate the sediments. At the end, about 0.05-0.08g of sediment was extracted. These precipitates were analyzed by XRD and SEM.

To prepare foils for transmission electron microscopy (TEM), thin slices were cut from the aged specimens (3 mm in diameter) using a low-speed diamond saw, mechanically grinded to approximately 80  $\mu\text{m}$  in thickness with 800-grit emery paper, and then electropolished to perforation using a twin-jet electropolisher with a solution of 10%  $\text{HClO}_4$  and 90% ethanol at -30°C and 12V. Tecnai GF20 sreis microscope was used for examination. Mechanical properties tests were performed according to ASTM-E8, E21, E139 and E23 standards. For room temperature tensile, hot tensile, and stress rupture tests a round sample with 4 mm gauge diameter was used, and for the impact test a 10×10 mm sample were used.

### Results and discussion

Figure 1 shows the microstructure of the as-received plate. As seen in this figure, the structure is composed of austenitic equiaxed grains, scattered and blocky  $\text{Ti}(\text{C},\text{N})$  particles within the grains, and a very small percentage of intragranular and grain boundary  $M_6C$  and  $M_{23}C_6$  carbides.

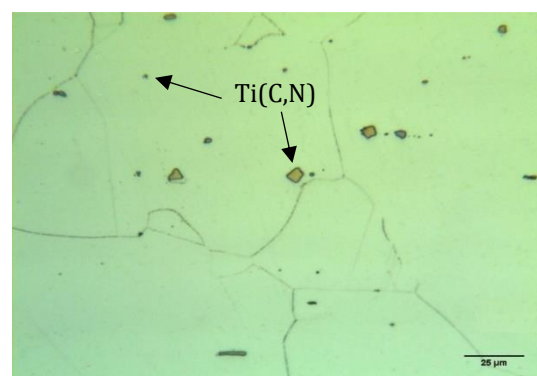


Figure 1- Optical microstructure micrographs of as-received plate.

Figure 2 shows the optical and electron microstructure of the sample used. Based on the results of EDS analysis, the phases in the structure include  $M_{23}C_6$  and  $M_6C$  carbides

and titanium carbonitride Ti(C,N). Based on microstructural images and due to the operation of the alloy over a long period of time, continuous carbides have been formed in most of the grain boundaries, and large carbides have been produced within the grains and twin boundaries. Figure 3 shows images of TEM microscope.  $\gamma'$  particles are uniformly observed in cubic and quasi-spherical shapes in the dimensions of 4-10 nm. The dimensions of  $\gamma'$  particles are very small. A notable phenomenon in TEM images is the detection of fine and scattered  $\gamma'$  particles after 105,000 hours of operation. As mentioned earlier,  $\gamma'$  phase improves and stabilizes mechanical properties; Therefore, its presence after long-term operation is a proof of the suitability of using IN617 alloy in high temperature components. Figure 4 shows the SEM images and morphology and distribution of the phases extracted from used sample. More than 90% of the large particles are spherical, quasi-spherical, irregular in shape, and the rest are shaped plates and rods. The fine particles are in the form of blocks and their presence, as mentioned in the description of TEM images, indicates the continuation of the germination process of carbides.

Based on X-ray diffraction of as received and used samples in addition to the three main compounds  $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$ , Ti(C,N),  $\gamma'$  phase and TCP delta phase ( $Ni_3Mo$ ) were identified. Table 1 shows the identified phases and their weight percentages in the samples.

The surface fraction of carbides increased from 0.5% in the as received plate to 6.5% in the used sample. Of the 6.5 percent of all carbides, 2.2 percent is  $M_6C$  carbide. These values indicate that the  $M_6C$  carbide formation rate increases at a working temperature of 750°C and over a period of time (50,000 to 100,000 h). This has led to an increase in surface fraction  $M_6C$  carbide. However, according to the reaction  $M_6C + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$ ,  $M_6C$  carbide is in the conversion stage to  $M_{23}C_6$  carbide, and if the aging process continues, the percentage of  $M_6C$  carbide will be greatly reduced. Table 2 shows the mechanical properties of the samples at room temperature. Based on the values of the yield and ultimate strengths

and hardness of the alloy at room temperature, despite the formation of continuous grain boundaries carbides at some boundaries, it is still better than the used sample. This is due to the presence of dispersed  $\gamma'$  particles as well as discontinuous reinforcing carbides. In contrast, the percentages of elongation and cross-sectional reduction decreased by more than 30% and the amount of impact energy decreased by more than 70%.

## Conclusions

- Continuous carbides are formed in most grain boundaries and coarse carbides are formed within the grains and twin boundaries. The surface fraction of carbides increased from 0.5% in the as received plate to 6.5% in the used sample.
- In addition to the three main compounds  $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$  and Ti(C,N) in the sample, phase  $\gamma'$  and a small extent the harmful phase of delta was present. The presence of  $\gamma'$  phase after operating time of 105000 hours indicates the stability of the properties of IN617. Based on the dimensions of  $\gamma'$  particles as well as their morphology, this phase is in the dissolution stage.
- $M_6C$  carbide is in the transformation stage to  $M_{23}C_6$  carbide and  $\gamma'$  phase. More than 90% of the morphology of carbides is spherical, quasi-spherical and irregular in shape, and the rest are in the form of plate and rod shapes. Grain boundaries and intragranular carbides are in the process of aggregation and agglomeration.
- The strength and hardness of the used alloy is better than the as received plate. However, due to the formation of large carbides in grain boundaries, the impact energy were reduced by more than 75%.

## Ethical Considerations

Compliance with ethical standards. The authors declare no competing interests.

## Funding

No funding.

## Authors' contributions

H.F. and M.M. conceived and designed the research plan. M.M. carried out the experiments as well as thermodynamic



calculations. All authors discussed the results and commented on the manuscript.

**Conflicts of interest**

The authors declare no conflict of interest.

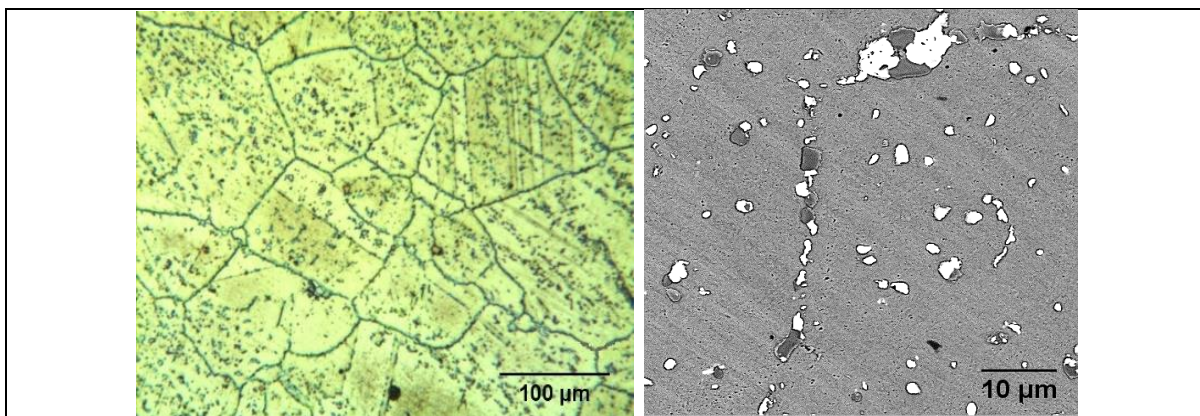


Figure 2. Micrographs of operated sample.

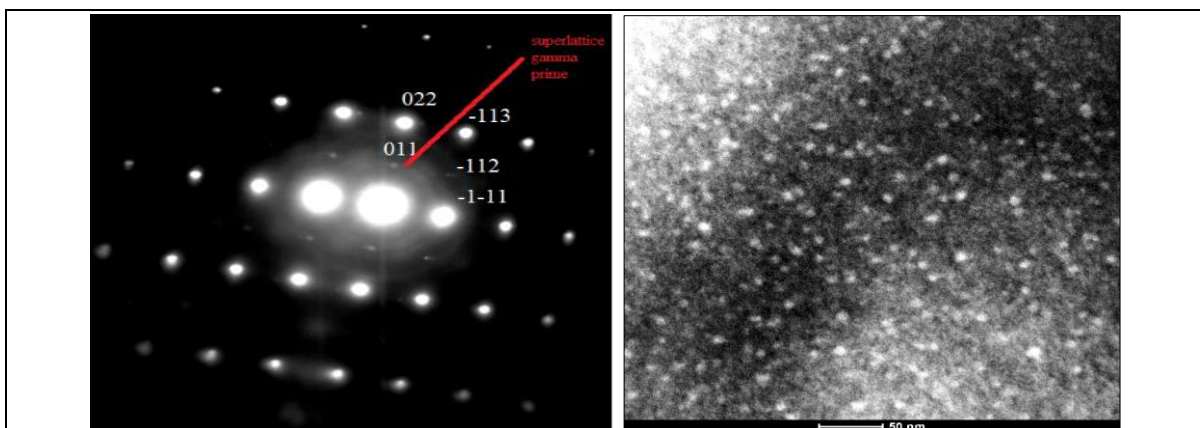


Figure 3. TEM images of operated sample.

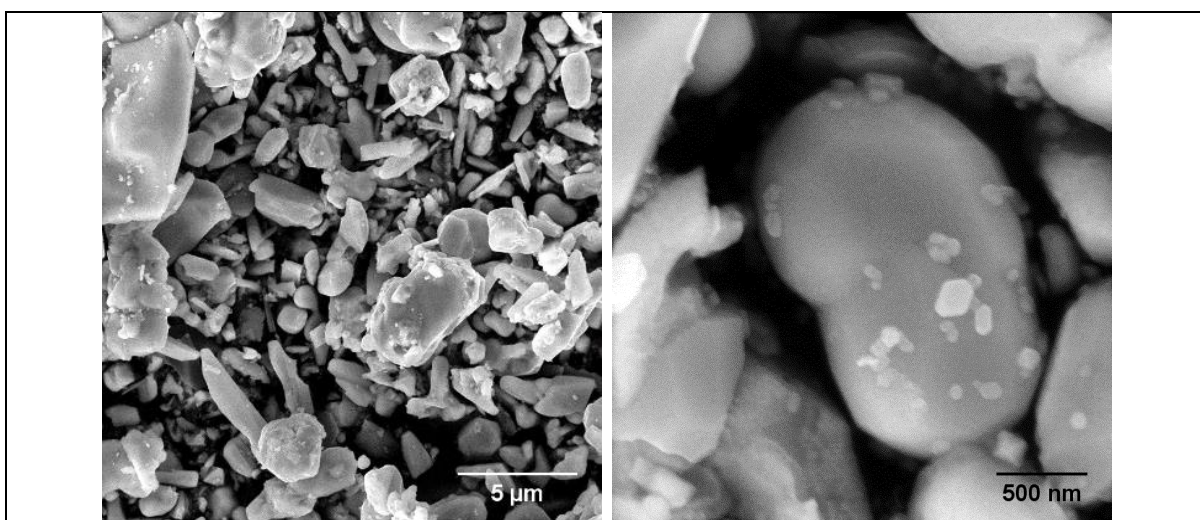


Figure 4. SEM micrographs of particles extracted from used sample.

**Table 1. Weight percentage of phases in extracted particles samples based on MAUD software**

Sample	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	M <sub>6</sub> C	Ti(C,N)	Ni <sub>3</sub> Mo, $\delta$	Ni <sub>3</sub> (Al,Ti), $\gamma'$
AR	22.5	2.2	75.3	--	Very low
OS	55.5	35.8	4.3	0.5	3.9

**Table 2. Room temperature mechanical properties of the samples derived from tensile tests, impact tests and hardness measurements**

Sample	UTS, MPa	YS, MPa	EL, %	RA, %	Impact Energy, J	Hardness, HV
AR	801	436	53.5	58.5	201	183
OS	903	470	35	27	44	218

## مقاله پژوهشی

## مشخصه‌یابی ریزساختاری و بررسی خواص مکانیکی سوپرآلیاژ IN617 پس از کارکرد طولانی مدت

محسن مهدیزاده<sup>۱</sup>، حسن فرهنگی<sup>۲\*</sup>

۱- دانشجوی دکتری گروه مهندسی مواد و متالورژی، پردیس البرز، دانشگاه تهران، تهران، ایران

۲- دانشیار دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران

## چکیده

تغییرات ریزساختاری و خواص مکانیکی سوپرآلیاژ IN617 کارکرده در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  و زمان  $105000$  ساعت مورد بررسی قرار گرفت. جهت بررسی از آزمایشهای متالوگرافی، SEM، TEM، استخراج فازها از زمینه، XRD و خواص مکانیکی استفاده شد. در اثر کارکرد طولانی مدت در بیشتر مرزخانه‌ها کاربیدهای پیوسته تشکیل شده و در درون دانه‌ها و مرزهای دوقلویی نیز کاربیدهای درشت تشکیل شده است. کسر سطحی کاربیدها از  $0/5$  درصد در نمونه‌ی کارنکرده به  $6/5$  درصد در نمونه‌ی کارکرده افزایش یافت. علاوه بر سه ترکیب اصلی  $\text{M}_6\text{C}$ ،  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  و  $\text{Ti}(\text{C},\text{N})$  در ساختار فاز  $\gamma'$  و به مقدار ناچیز فاز مضر دلتا شناسایی گردید. وجود فاز  $\gamma'$  پس از زمان کارکرد  $105000$  ساعت نشان دهنده پایداری خواص سوپرآلیاژ  $617$  است. بر اساس ابعاد ذرات  $\gamma'$  ( $4-10$  نانومتر) و هم‌چنین مورفولوژی آنها، این فاز در مرحله انحلال قرار دارد. از  $6/5$  درصد کسر سطحی کاربیدها،  $2/2$  درصد به کاربید  $\text{M}_6\text{C}$  اختصاص دارد؛ براساس بررسی ریزساختاری و نتایج آنالیز عنصری این کاربید در مرحله استحاله به کاربید  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  و فاز  $\gamma'$  قرار داشته و درصد کمی از ترکیب  $\text{Ti}(\text{C},\text{N})$  نیز به کاربید تبدیل شده است. وجود کاربیدهای  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  با ابعاد کمتر از  $200$  نانومتر در داخل دانه‌ها نشان دهنده ادامه فرایند جوانه‌زنی کاربیدها، هر چند کم است. بیش از  $90$  درصد مورفولوژی کاربیدها به شکل‌های شبه‌کروی و بی‌شکل بوده و باقیمانده به شکل‌های صفحه‌ای و میله‌ای شکل می‌باشند. مورفولوژی و ابعاد کاربیدهای مرزخانه‌ای و درون‌دانه‌ای نشان می‌دهند که آنها در مرحله ادغام و توده‌ای شدن قرار دارند. استحکام و سختی آلیاژ کارکرده بهتر از نمونه‌ی کارنکرده است؛ اما به دلیل تشکیل کاربیدهای درشت مرزخانه‌ای انرژی ضربه بیش از  $75$  درصد کاهش یافت. نتایج آزمایشها و ارزیابی نشان داد که سوپرآلیاژ  $617$  ماده مناسبی برای محدوده‌ی دمایی  $700-800$  درجه و زمان‌های طولانی مدت است.

تاریخ دریافت:  $1400/7/24$ تاریخ داوری:  $1400/8/24$ تاریخ پذیرش:  $1400/8/29$ 

از دستگاه خود برای اسکن و خواندن مقاله به صورت آنلاین استفاده کنید



DOI: 10.30495/jnm.2021.29188.1940

## واژه‌های کلیدی:

سوپرآلیاژ IN617، کارکرد طولانی مدت، تغییرات ریزساختاری، خواص مکانیکی.

\* نویسنده مسئول: حسن فرهنگی

نشانی: دانشکده مهندسی متالورژی و مواد دانشگاه تهران، تهران، ایران

تلفن:  $02182084076$ 

پست الکترونیکی: hfarhangi@ut.ac.ir

## ۱- مقدمه

اینکونل ۶۱۷ یک سوپرآلیاژ کار شده پایه نیکل شامل مقادیر قابل توجه کروم، کبالت و مولیبدن، آهن و آلومینیوم بوده و مکانیزم‌های استحکام‌بخشی آن شامل تشکیل محلول جامد توسط عناصر مختلف به ویژه کبالت و مولیبدن و همچنین رسوب‌گذاری فازهای ثانویه درون‌دانه‌ای و مرزدانه‌ای است. فاز رسوبی  $\gamma'$  در بسیاری از سوپرآلیاژهای پایه نیکل از جمله ۶۱۷ نقش مطلوبی بر استحکام‌دهی دارد. تشکیل کاربیدهای درون‌دانه‌ای و مرزدانه‌ای مثل  $M_{23}C_6$  مهمترین تغییر ریزساختاری است که در حین کارکرد در دمای بالا برای این آلیاژ رخ می‌دهد. رسوب‌گذاری این کاربیدها تا زمانی که پراکندگی و اندازه مناسبی دارند باعث استحکام‌بخشی آلیاژ می‌شود. البته ذرات دیگری مثل نیتريد‌ها و کربونیتريد‌ها ( $TiCN, TiN$ ) نیز می‌توانند تا حدی باعث افزایش استحکام شوند [۵-۱].

ویژگی‌های عنوان شده، سوپر آلیاژ ۶۱۷ را به یک آلیاژ کاربردی برای برخی از قطعات توربین‌های گازی از قبیل محفظه‌های احتراق و قطعات انتقال گاز داغ تبدیل کرده است. از سوی دیگر این آلیاژ یکی از کاندیدهای مهم جهت ساخت لوله‌ها و پایپ‌ها در نیروگاه‌های فراسوپر بحرانی (Ultra-supercritical) با دمای بخار خروجی بیش از  $700^\circ C$  است. با توجه به کارکرد این قطعات در شرایط دمایی و زمانی بالا و همچنین محیط‌های خورنده و اکسیدکننده، بررسی شرایط زوال ریزساختار و در نتیجه‌ی آن افت خواص مکانیکی آلیاژ در شرایط سرویس، ضروری به نظر می‌رسد [۶-۱۱]. بنابراین در سالهای اخیر شناسایی تغییرات ریزساختاری آلیاژ ۶۱۷ در شرایط کاری مختلف مورد توجه محققین قرار گرفته است. مانکنیز و همکاران [۱۲] به بررسی ریزساختاری و شناسایی فازهای پایدار طی آزمون‌های مختلف در بازه دمایی  $1093^\circ C - 649^\circ C$  و تحت تنش‌هایی بین ۲۴۱-۷ تا زمان شکست پرداختند. نتایج حاصل از پژوهش آنها موید وجود مقادیر قابل توجه فاز کاربید از  $M_{23}C_6$  و ذرات  $TiN$  و  $Ti(C,N)$  در تمامی نمونه‌ها و مقادیر بسیار کم کاربیدهای  $MC$  و  $M_6C$  و فاز  $CrMo(C,N)$  است. همچنین فاز رسوبی  $\gamma'$  به مقدار اندک تنها در نمونه‌ای که در دمای  $760^\circ C$  برای زمان بیشتر از ۱۰۰۰۰ ساعت تحت آزمون قرار گرفته، مشاهده شد که دلیل این امر انحلال  $\gamma'$  در بازه دمایی  $760 - 816^\circ C$  گزارش شده است. لذا این آلیاژ استحکام خود را در دماهای بالاتر از  $816^\circ C$  توسط رسوب‌گذاری کاربیدها بخصوص  $M_{23}C_6$  تامین می‌کند. کریشنا و همکاران [۱۳] با رسم منحنی TTT آلیاژ توسط نرم افزار JMatpro پایداری فازهای  $\gamma'$ ،  $TiN$ ،  $M_6C$  و  $M_{23}C_6$  در ریزساختار سوپرآلیاژ ۶۱۷ را تایید کردند. همچنین تشکیل فاز مضر  $\mu$  در زمان‌های طولانی گزارش شده است که با نتایج ترمودینامیکی نیز تطابق دارد. مطالعات ترمودینامیکی پیش‌بینی می‌کند که تشکیل فازهای  $M_6C$  و  $TiN$  در زمانهای کوتاه، پس از آنها تشکیل فازهای  $M_{23}C_6$  و  $\gamma'$  و در زمان‌های طولانی‌تر تشکیل فاز  $\mu$  رخ خواهد داد. کیوان‌یان و همکاران [۱۴] نیز پس از انجام آزمون‌های مختلف خزش نشان دادند که این آلیاژ در زمان‌های طولانی در محدوده دمایی  $704 - 482^\circ C$  دارای پایداری حرارتی خوبی بوده در حالی که بالاتر از این دما، کاربیدها تجزیه، درشت، خشن و توده‌ای شده‌اند و کسر حجمی  $\gamma'$  کاهش یافته

است. در این پژوهش با رسم منحنی TTT نشان داده شد که در دماهای کمتر از  $1000^\circ C$  ذرات  $M_{23}C_6$  و  $M_6C$  به عنوان رسوبات اولیه در ریزساختار حضور دارند. در زمانهای تا چند ده ساعت، رسوبات  $M_{23}C_6$  در تمام دماها شکل گرفته و تا زمانهای حدود چند صد ساعت، فاز  $\gamma'$  در دماهای  $550^\circ C$  تا  $1000^\circ C$  تشکیل می‌شود. در زمان‌های تا ۱۰۰۰۰ ساعت و در دماهای  $750^\circ C$  به بالا، حل شدن فاز  $M_6C$  طبق واکنش  $(M_6C + \gamma = M_{23}C_6 + \gamma')$  گزارش شده است. کابیو و همکاران [۱۵] نیز گزارش کردند که نمونه تحت خزش در دمای  $800^\circ C$  نسبت به نمونه تحت خزش در  $700^\circ C$  دارای کسر حجمی کمتر ولی نسبتاً درشت‌تر از ذرات  $\gamma'$  است. فاز  $\gamma'$  عامل مهم تاثیرگذار بر مقاومت خزشی است که در  $700^\circ C$  به دلیل مورفولوژی کروی و اندازه کوچک‌تر تاثیر مثبتی بر مقاومت خزشی دارد. آنها همچنین نشان دادند این ذرات باعث قفل‌شدگی مرزدانه‌ها و کاهش لغزش مرزدانه‌ای می‌شوند. هم چنین در نمونه تحت خزش در  $700^\circ C$  فاز مضر  $\delta$  با ترکیب  $Ni_3Mo$  که از مرزهای دانه یا مرزهای دوقلوبی جوانه‌زنی کرده و به صورت زیپی شکل رشد کرده مشاهده شد که در نمونه تحت خزش در دمای  $800^\circ C$  یافت نشد.

کیهارا و همکاران [۱۶] تغییرات ریزساختاری حین خزش اینکونل ۶۱۷ را به چند مرحله تقسیم کردند. در مرحله پیش گرم قبل از اعمال نیرو در آزمون خزش رسوب‌گذاری سریع اتفاق افتاده و کاربیدهای  $M_{23}C_6$  و  $M_6C$  به سرعت در مرزدانه‌ها و درون‌دانه‌ها رسوب‌گذاری می‌کنند (مرحله ۱). کاربیدهای ریز درون‌دانه‌ای در مراحل اولیه خزش به مقاومت به خزش کمک خواهند کرد. اما این کاربیدها در مقابل کاربیدهای مرزدانه‌ای ناپایدار هستند و شروع به حل شدن در زمینه می‌کنند و کاربیدهای مرزدانه‌ای رشد خواهند کرد (مرحله ۲). در مرحله ۳، کاربیدهای مرزدانه‌ای از مرزدانه‌های تحت تنش فشاری به مرزدانه‌های تحت تنش کششی (بنا به دلایل عدم پایداری مکانیکی و ترمودینامیکی) مهاجرت خواهند کرد. در این مرحله تشکیل کاربید  $M_{23}C_6$  مقدم‌تر است زیرا ضریب نفوذ کروم در زمینه نیکل بیشتر از مولیبدن است. به دنبال مهاجرت کاربیدها غلظت آنها در مرزدانه‌های تحت فشار کم خواهد شد و مرزدانه شروع به مهاجرت می‌کند که با شروع مهاجرت مرزدانه نرخ خزش افزایش خواهد یافت. در مرحله ۴، بر روی مرزدانه‌ها و در حضور کاربیدها و در مکان‌هایی عمود بر محور تنش حفرات خزشی تشکیل خواهد شد. در مرحله بعد تبلور مجدد رخ می‌دهد که با گسیختگی دانه باعث تسریع تغییر شکل خزشی می‌شود (مرحله ۵). در مرحله آخر نیز با ادامه یافتن آزمون، شکست به وقوع می‌پیوندد.

در بررسی تغییرات ریزساختاری حین خزش توسط کریشنا و همکاران [۱۷] گزارش شد که پایین‌تر از دمای  $700^\circ C$  رسوبات اصلی کاربید  $M_{23}C_6$  غنی از کروم و  $TiN$  می‌باشند. در  $700^\circ C$  نیز  $M_{23}C_6$  و  $TiN$  به همراه فاز غنی از مولیبدن  $\mu$  رسوبات اصلی هستند که البته فاز  $\mu$  تنها در زمان‌های طولانی قرارگیری در این دما مشاهده شده است. حضور رسوبات  $M_{23}C_6$  و  $TiN$  در نمونه تحت خزش در دمای  $650^\circ C$  نیز توسط آنالیز XRD محرز شد [۱۸-۲۳]. در این پژوهش تغییرات

شد. در انتها حدود ۰/۰۸-۰/۰۵ گرم رسوب استخراج گردید. این رسوب با دستگاه XRD و میکروسکوپ SEM مورد آنالیز و بررسی قرار گرفت.

برای آماده‌سازی نمونه‌های TEM ابتدا با دستگاه وایرکات، فویل 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. نمونه‌های آماده شده با میکروسکوپ Tecnai GF20 series و توان ۲۰۰ kv مورد بررسی قرار گرفت.

آزمایش‌های خواص مکانیکی مطابق استانداردهای ASTM E8M, E21, E139 and E23 انجام شد. برای آزمایش‌های کشش دمای محیط، کشش گرم و گسیختگی تنش از نمونه گرد با قطر سنجه ۴ میلی‌متر و برای تست ضربه در دمای محیط از روش چارپی با ابعاد ۱۰×۱۰ میلی‌متر استفاده گردید. برای کشش دمای محیط از نرخ کرنش ۰/۱ و برای کشش گرم از نرخ ۰/۰۰۵ استفاده شد. از نرم‌افزارهای Highscore Plus, MAUD, ImageJ, JMatPro برای محاسبات کمی و کیفی استفاده گردید.

### ۳- ارزیابی تغییرات ریزساختاری

#### ۳-۱- نمونه کارنکرده

در شکل یک ریزساختار ورق نو نشان داده شده است. ساختار از دانه‌های هم محور آستنیتی، ذرات پراکنده و بلوکی شکل درون دانه‌های Ti(C,N) و درصد بسیار کمی کاربیدهای M<sub>6</sub>C و M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> درون دانه‌ای و مرزدانه‌ای تشکیل شده است. ذرات کربونیتريد تیتانیم در حین انجماد و کاربیدها در هنگام پیرسازی تشکیل می‌شوند. بر اساس آنالیز تصویری درصد سطحی کاربیدهای موجود در حدود ۰/۵ درصد است. ابعاد کربونیتريد‌ها در محدوده طول ۱۱-۳ میکرون و عرض ۵-۱ میکرون قرار دارند.

ریزساختاری و خواص مکانیکی نمونه کارنکرده و نمونه‌ی کارکرده در دمای ۷۵۰°C و زمان ۱۰۵۰۰۰ ساعت مورد بررسی قرار گرفت و تغییرات اتفاق افتاده در ساختار و هم چنین خواص مکانیکی مورد تحلیل قرار گرفته است. تفاوت مهم تحقیق حاضر با سایر تحقیقات انجام شده در زمان کارکرد نمونه مورد بررسی است. در مقالات منتشر شده تا زمان ۶۷۰۰۰ ساعت تغییرات ساختاری و خواص مکانیکی آلیاژ مورد بررسی قرار گرفت.

### ۲- روشی انجام آزمایشها

نمونه کارنکرده (as received, AR) از یک ورق کار گرم و آئیل شده در دمای ۱۱۷۵°C و ۱۰ ساعت پیرسازی شده در دمای ۶۷۰°C تهیه گردید. نمونه کارکرده (exposed sample, ES) از یکی از اجزای محفظه احتراق توربین گاز که ۱۰۵۰۰۰ ساعت در معرض گاز داغ قرار داشته و دمای کاری آن ۷۵۰ درجه بود، تهیه شد. در جدول یک ترکیب شیمیایی نمونه‌ها و هم چنین محدوده مجاز عناصر سوپرآلیاژ IN617 آورده شده است.

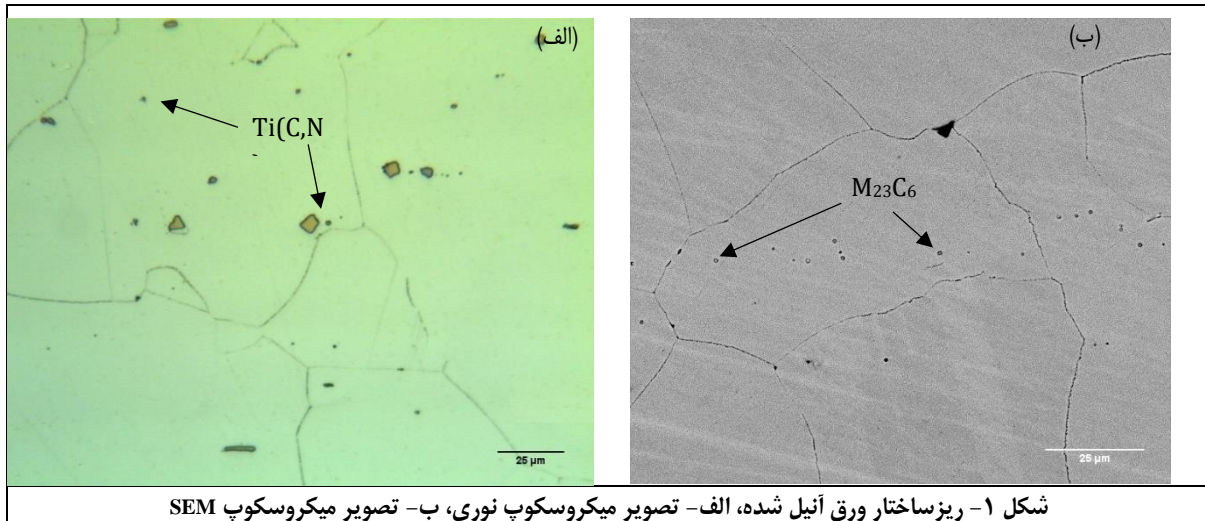
بررسی ریزساختاری با آماده‌سازی نمونه‌ها مطابق استاندارد ASTM-E3 انجام شد. برای اچ نمونه‌ی کارنکرده از ترکیب 15ml محلول Kalings (5gr CuCl<sub>2</sub>+10 ml HCl+100 ml Ethanol) و برای نمونه‌ی کارکرده از HCl+10ml CH<sub>3</sub>COOH+10ml HNO<sub>3</sub> استفاده شد. ریزساختار نمونه‌های آماده‌سازی شده توسط میکروسکوپ نوری (مدل Ziees Axioskop 2 MAT) و میکروسکوپ الکترونی روبشی انتشار میدانی<sup>۱</sup> (FESEM-TESCAN MIRA3-XMU) مجهز به آنالیز عنصری EDS (SAMx) مورد بررسی قرار گرفت.

به منظور ارزیابی دقیق‌تر، فازهای تشکیل شده در نمونه‌ها 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 1.2 A 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 سانتیفریز با دور ۱۰۰۰۰ دور در دقیقه برای جداسازی رسوبات استفاده

جدول ۱- ترکیب شیمیایی نمونه‌ها

نمونه	C	Si	Mn	Cr	Mo	Fe	Al	Co	Cu	Ti	B	S	N
AR	0.064	0.089	0.003	20.95	8.18	1.13	1.1	11.83	0.017	0.269	0.002	0.001	0.016
ES	0.079	0.135	0.035	21.84	9.35	1.77	1.22	12.72	0.073	0.185	0.003	0.001	0.01
IN617	0.05- 0.15	Max 1	Max 1	20- 24	8- 10	Max 3	0.8- 1.5	10- 15	Max 0.5	Max 0.6	0.006	Max 0.015	--





شکل ۱- ریزساختار ورق آئیل شده، الف- تصویر میکروسکوپ نوری، ب- تصویر میکروسکوپ SEM

۲۰۰ نانومتر نشان داده شده است. تشکیل کاربید کروم در ابعاد ذکر شده نشان‌دهنده آن است که فرایند جوانه‌زنی کاربید به میزان محدود ادامه دارد. پدیده قابل توجه در تصاویر TEM شناسایی ذرات ریز و پراکنده  $\gamma'$  بعد از ۱۰۵۰۰۰ ساعت کارکرد است. همانطور که قبلاً اشاره شد فاز  $\gamma'$  باعث بهبود و پایداری خواص مکانیکی می‌شود؛ بنابراین وجود آن بعد از کارکرد طولانی مدت دلیلی بر مناسب بودن استفاده از آلیاژ IN617 در اجزای دمای بالا است.

در جدول ۲ در شرایط دمایی و زمانی مختلف ابعاد فاز  $\gamma'$  بر اساس مراجع مختلف آورده شده است. بر اساس مقادیر ارائه شده در جدول ابعاد ذرات  $\gamma'$  در ابتدا در محدوده‌ی ابعادی ۲۰-۱۰ نانومتر قرار دارد. با افزایش زمان کارکرد ذرات در هم ادغام و بزرگتر می‌شوند که تا طول ۲۵۵ نانومتر در مقالات گزارش شده است. در نمونه‌ی مورد بررسی ذکر شد که ابعاد این فاز در محدوده‌ی ۱۰-۴ نانومتر قرار دارد. بنابراین بر اساس ابعاد، مورفولوژی و مطالب آورده شده در مراجع می‌توان نتیجه گرفت که فاز  $\gamma'$  در مرحله انحلال کامل قرار دارد و با ادامه زمان پیرسازی این فاز حذف خواهد شد.

در شکل ۸ تصاویر فازهای استخراج شده از زمینه آلیاژ کارکرده آمده است. اکثر ذرات در محدوده ابعادی یک تا ۱۰ میکرون قرار دارند و درصد ذرات کمتر از ۵۰۰ نانومتر در حدود ۵ درصد می‌باشد. بیشتر ذرات درشت به شکل‌های شبه کروی و بی‌شکل هستند و درصد کمی صفحه‌ای و میله‌ای شکل می‌باشند. ذرات ریز به شکل بلوکی بوده و وجود آنها همانطور که در توضیح تصاویر TEM ذکر شد بیانگر ادامه فرایند جوانه‌زنی کاربیدها است. درصد بالای ذرات درشت موید آن است که فرایند انحلال ذرات ریز و ادغام آنها با ذرات درشت‌تر و توده‌ای شدن کاربیدها مکانیزم غالب بوده است. در شکل ۹ آنالیز عنصری ذرات استخراج شده آورده شده است، ذرات شامل کاربیدهای  $M_{23}C_6$  و  $M_6C$  و درصد کمی ترکیب کربونیتريد تیتانیم هستند.

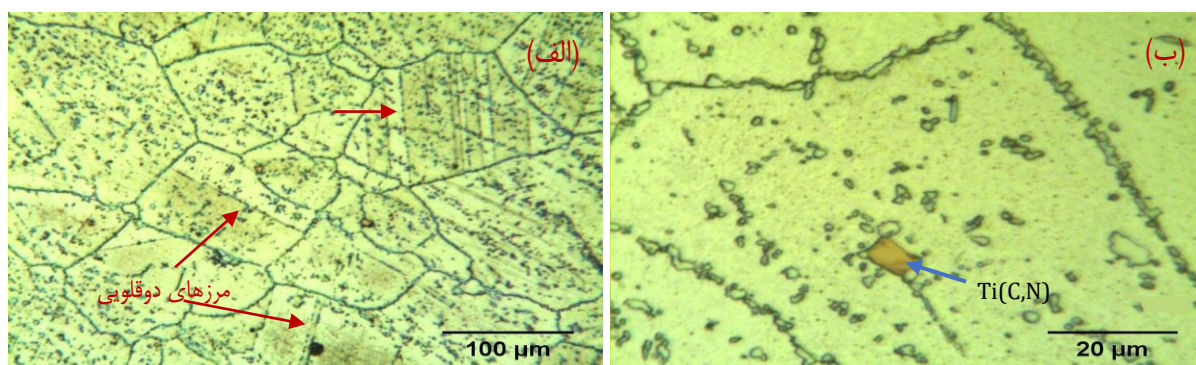
جدول ۲- ابعاد فاز گاما پرایم در شرایط کاری مختلف بر اساس مقالات منتشر شده

### ۳-۲- نمونه کارکرده

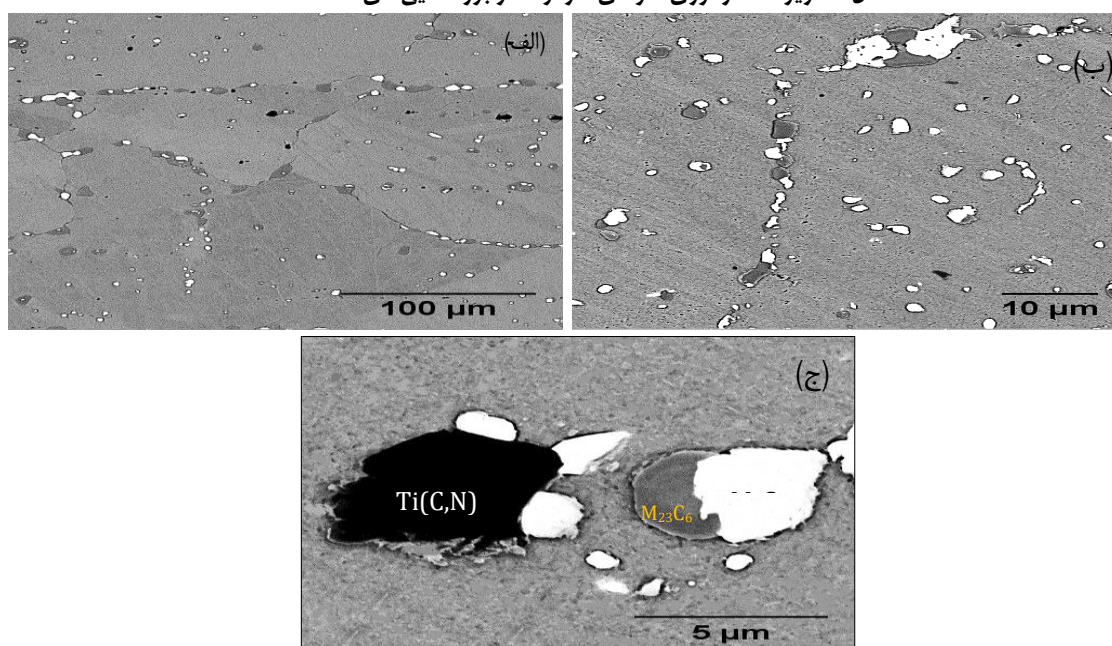
در شکل‌های ۲، ۳ و ۴ ریزساختار نوری و الکترونی نمونه‌ی کارکرده و نتایج آنالیز فازها نشان داده شده است. آشکار است در مقایسه با ساختار آلیاژ کارنکرده تغییرات بسیار زیادی در ریزساختار اتفاق افتاده است. بر اساس تصاویر ریزساختاری و در اثر کارکرد آلیاژ در زمان طولانی مدت در بیشتر مرزدانه‌ها کاربیدهای پیوسته تشکیل شده، در درون‌دانه‌ها و مرزهای دوقلویی نیز کاربیدهای درشت تولید شده است. مطابق تصاویر SEM کاربیدهای  $M_6C$  و  $M_{23}C_6$  در مرزدانه‌ها مجاور هم قرار دارند. در داخل دانه‌ها برخی از رسوبات شامل هر دو کاربید است. در مجاور ذرات  $Ti(C,N)$  نیز هر دو کاربید تشکیل شده و به دلیل وجود کربن در فاز  $Ti(C,N)$  و نفوذ سایر عناصر از زمینه، استحاله تبدیل کربونیتريد به کاربید اتفاق افتاده است. بر اساس نتایج آنالیز EDS فازهای موجود در ساختار شامل کاربیدهای  $M_6C$ ،  $M_{23}C_6$  و ترکیب کربونیتريد تیتانیم  $Ti(C,N)$  است. کاربید  $M_{23}C_6$  غنی از کروم بوده و علاوه بر کروم حاوی عناصر مولیبدن، نیکل، کبالت و آهن است. عنصر اصلی کاربید  $M_6C$  مولیبدن بوده و عناصر کروم، نیکل، کبالت و آهن نیز در آن وجود دارند. مطابق تصاویر SEM و نتایج آنالیز، فازهای سیاه‌رنگ ترکیب  $Ti(C,N)$ ، خاکستری رنگ کاربید غنی از کروم و فازهای روشن کاربید غنی از مولیبدن هستند در شکل‌های ۵ و ۶ توزیع عناصر اصلی در دو نوع رسوب مختلف نشان داده شده است. شکل ۵ شامل سه فاز ثانویه اصلی یعنی  $M_6C$ ،  $M_{23}C_6$  و  $Ti(C,N)$  است و به روشنی تبدیل ذره کربونیتريد تیتانیم به کاربیدهای  $M_6C$  و  $M_{23}C_6$  را نشان می‌دهد. در شکل ۶ توزیع عناصر کروم، مولیبدن و نیکل برای دو کاربید نشان داده شده است. در خصوص تبدیل کاربیدها به یکدیگر در بخش بعدی توضیح داده خواهد شد.

در شکل ۷ تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری آورده شده است. در شکل ۷ الف ذرات  $\gamma'$  بصورت یکنواخت و به شکل‌های مکعبی و شبه کروی در ابعاد ۱۰-۴ نانومتر مشاهده می‌شود. ابعاد ذرات  $\gamma'$  بسیار ریز است. در شکل ۷ ب پراش مربوط به زمینه آستنیت و ذرات  $\gamma'$  آورده شده است. در شکل ۷ ج ذره کاربید  $M_{23}C_6$  به شکل بلوکی و در ابعاد

مرجع	اندازه، $\gamma'$ ، nm	زمان، ساعت	دما، $^{\circ}\text{C}$
[۳]	۱۲۰	۱۶۰۷۵	۷۵۰
[۱۹]	۷۰-۱۳۰	۳۰۰۰	۷۵۰
[۱۸]	۸۰-۱۱۰	۱۰۰۰۰	۷۵۰
[۲۱]	۳۰-۳۵	۱۰۰۰۰	۷۶۰
[۱۳]	۲۰-۳۰	۶۳۹۶۰	۵۹۳
[۱۳]	۱۰-۲۰	۲۸۳۰۰	۵۳۸
[۱۳]	۲۰۰	۶۵۶۰۰	۷۰۴
[۱۳]	۴۰-۶۰	۴۳۱۰۰	۷۰۴
[۱۴]	۶۰	۳۴۰۰۰	۷۰۰
[۲۰]	۲۲۵	۱۰۰۰۰	۸۰۰
[۲۱]	۲۵۵	۱۳۰۰۰	۸۰۰

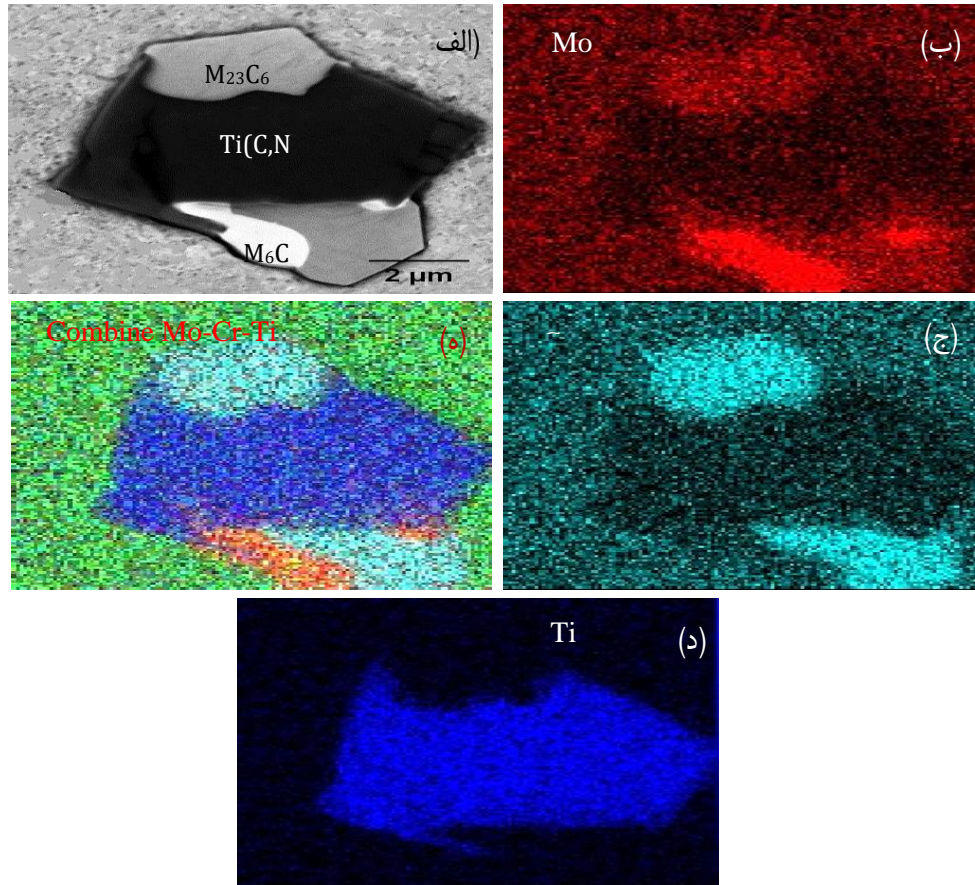


شکل ۲- ریزساختار نوری نمونه‌ی کارکرده در بزرگنمایی‌های مختلف

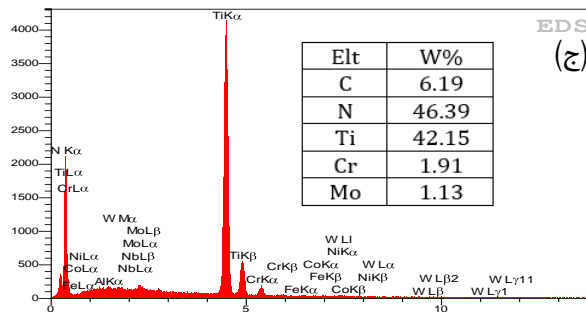
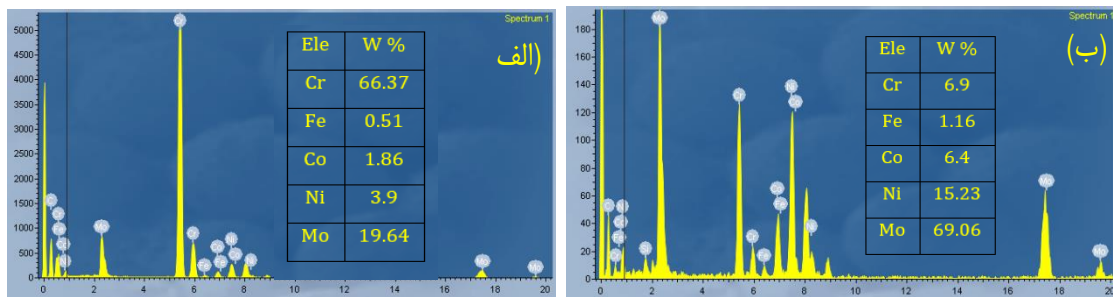


شکل ۳- تصاویر SEM نمونه‌ی کارکرده، الف و ب- کاربیدهای مرزدانه‌ای و درون‌دانه‌ای نشان داده شده‌اند، ج- سه فاز ثانویه اصلی آلیاژ در درون دانه

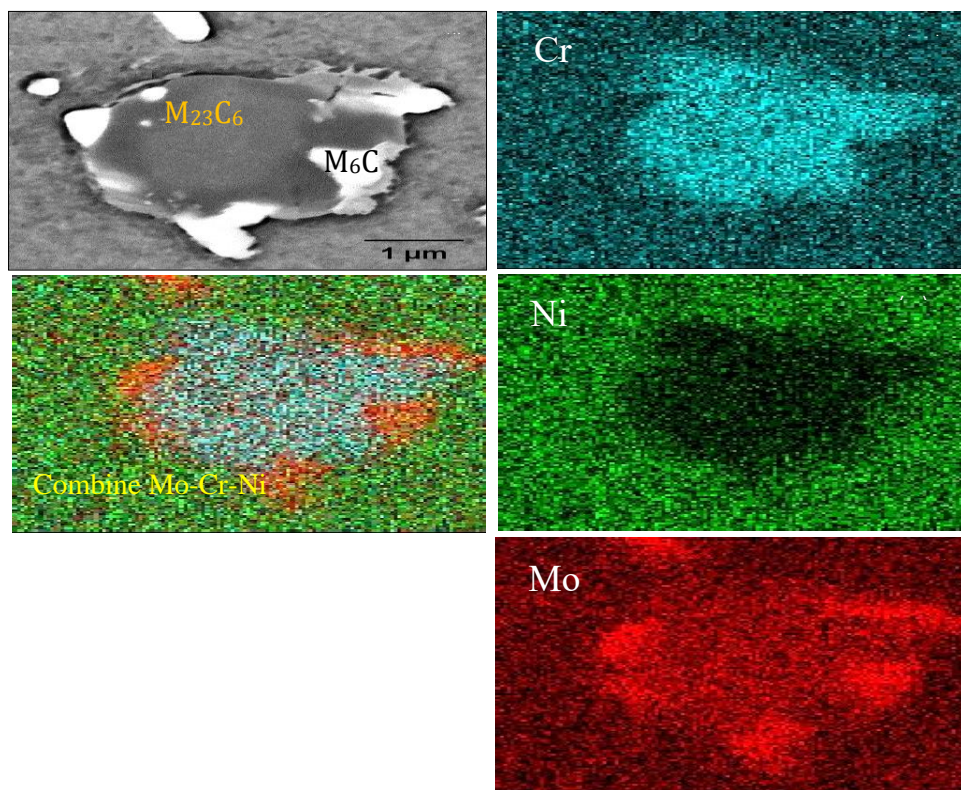




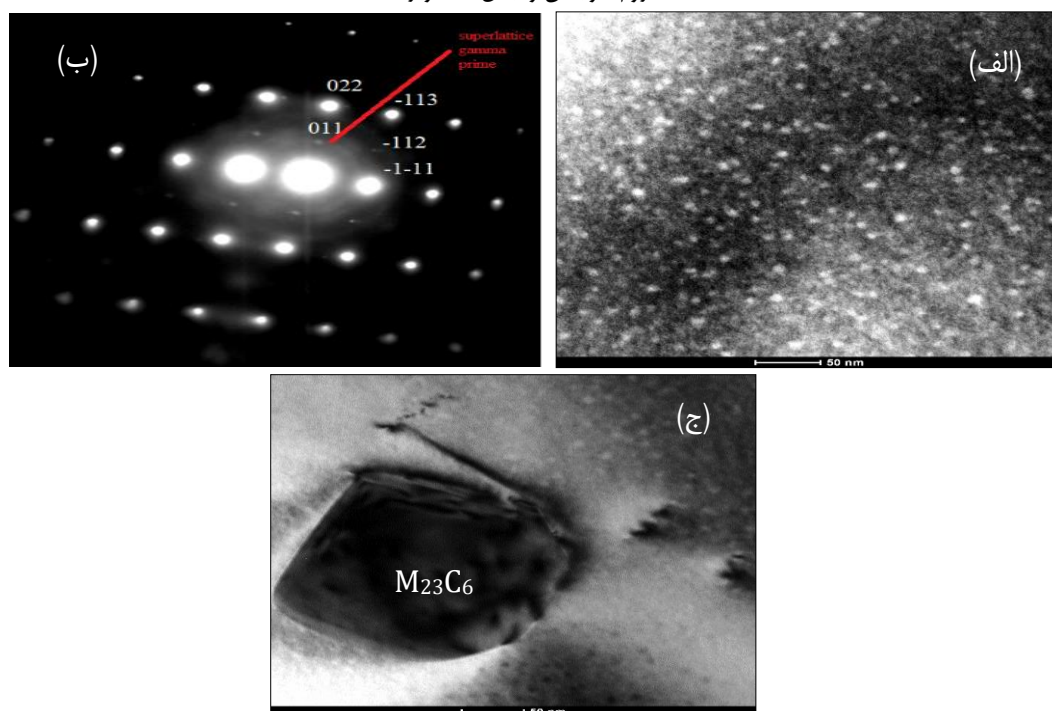
شکل ۴- توزیع عناصر در رسوبات داخل دانه نمونه‌ی کارکرده، الف- تصویر SEM رسوب، ب- عنصر مولیبدن، ج- عنصر کروم، د- عنصر تیتانیوم و ه- ترکیب عناصر کروم، مولیبدن و تیتانیوم با تصویر



شکل ۵- آنالیز EDS فازهای موجود در نمونه‌ی کارکرده، الف- کاربید غنی از کروم، ب- کاربید غنی از مولیبدن و ج- ترکیب کربونیتريد تیتانیوم

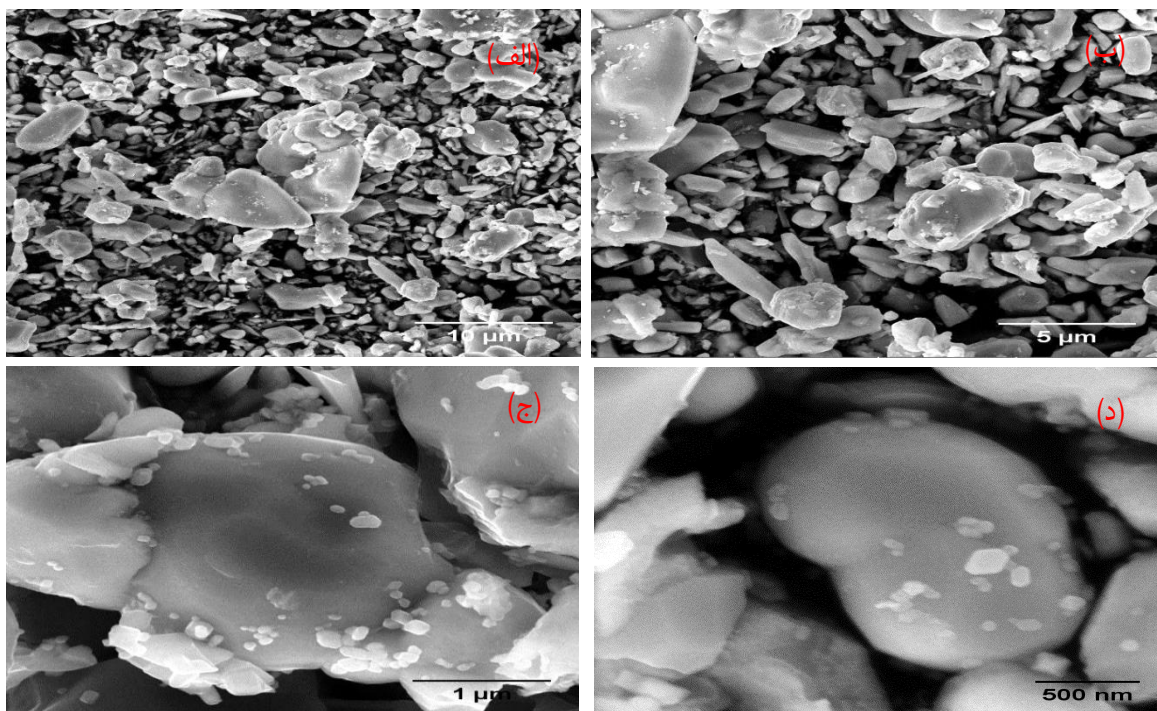


شکل ۶- توزیع عناصر در رسوب کاربیدی، الف- تصویر SEM رسوب، ب- عنصر کروم، ج- عنصر نیکل، د- عنصر مولیبدن و ه- ترکیب عناصر کروم، مولیبدن و نیکل با تصویر

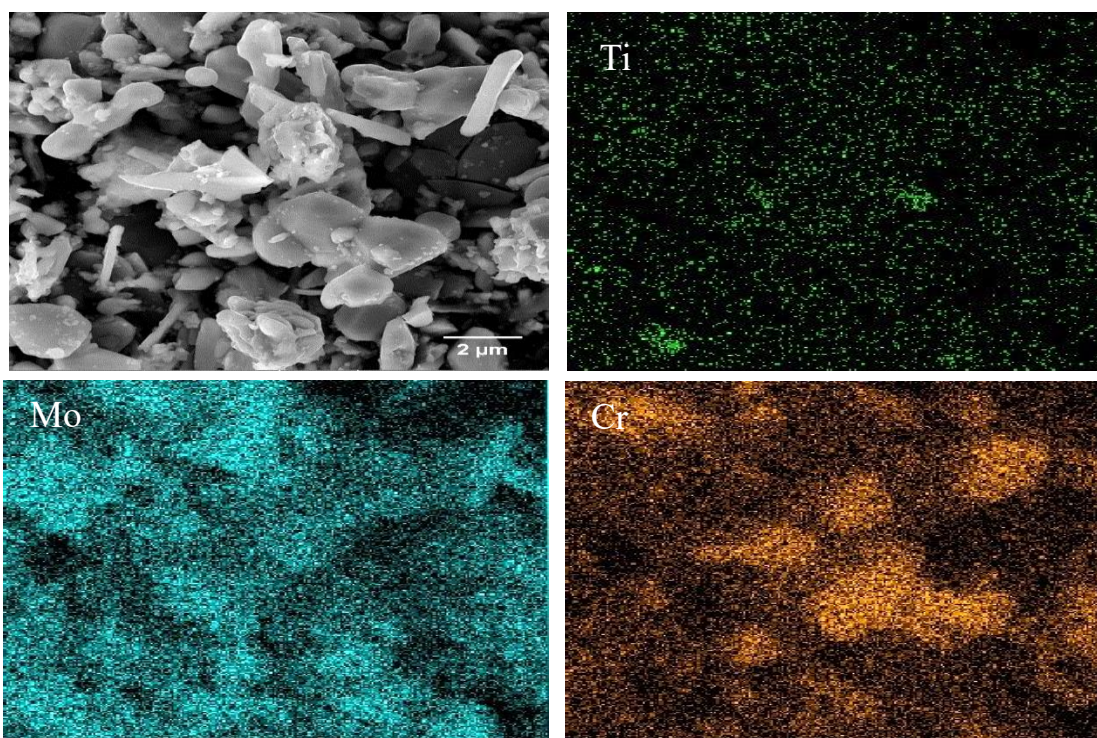


شکل ۷- تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری نمونه کارکرده، الف- ذرات سفید رنگ گاما پرایم می باشند، ب- پترن زمینه آستنیت و ذرات گاما پرایم، ج- ذرات ریز کاربید در داخل دانه





شکل ۸- تصاویر میکروسکوپ الکترونی فازهای استخراج شده از نمونه‌ی کارکرده در بزرگنمایی‌های مختلف



شکل ۹- آنالیز عنصری فازهای استخراج شده از نمونه‌ی کارکرده

۴- پراش اشعه ایکس نمونه‌ها و تحلیل فازهای موجود در آنها

در شکل ۱۰ پراش اشعه ایکس ذرات استخراج شده و در جدول ۳ فازهای شناسایی شده و درصد وزنی آنها در نمونه‌ها آورده شده است. برای مقایسه پیک‌های دو نمونه و رسم آنها در یک نمودار، عدد ثابت

سیگما به دلیل تشکیل آن در زمان‌های بسیار طولانی تاکنون در این آلیاژ گزارش نشده است.

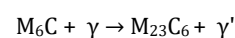
### ۵- بررسی خواص مکانیکی

در جداول ۵ و ۶ خواص مکانیکی نمونه‌ها در دمای محیط و دمای °C ۷۵۰ آورده شده است. مقادیر ارائه شده در جدول یاد شده میانگین نتایج سه آزمایش است. در شکل ۱۲ نمونه‌ای از نمودار تنش- کرنش آزمایش کشش گرم آورده شده است. نفوذ عناصر آلیاژی به خط نایبایی‌ها و رها شدن آنها از اتمسفر اتم‌های محلول، دلیل دندانه‌ای شدن نمودار نمونه‌ی کارنکرده است. در نمونه‌ی کارنکرده به دلیل تشکیل درصد بالای کاربید و انتقال عناصر آلیاژی به کاربیدها این فرایند رخ نداده است. در آلیاژ ۶۱۷ تغییرات کلی بدین صورت است که ابتدا با تشکیل ذرات گاما پرایم و هم چنین رسوبات پراکنده کاربیدی استحکام و سختی افزایش یافته سپس با کاهش درصد گاما پرایم و پیوسته شدن کاربیدها در مرزخانه‌ها استحکام سیر نزولی می‌یابد. بر اساس مقادیر جدول‌های ۵ و ۶ استحکام‌های تسلیم و نهایی و سختی آلیاژ در دمای محیط و دمای °C ۷۵۰ درجه نمونه‌ی کارنکرده علی‌رغم تشکیل کاربیدهای مرزخانه‌ای پیوسته در برخی از مرزها، همچنان بهتر از نمونه کارنکرده است. دلیل آن وجود ذرات پراکنده گاما پرایم و هم چنین کاربیدهای ناپیوسته استحکام‌بخش است. درصد ازدیاد طول و کاهش سطح مقطع نمونه‌ی کارنکرده بیش از ۳۰ درصد کاهش یافته و مقدار انرژی ضربه نیز بیش از ۷۰ درصد کاهش داشته است. کاهش شدید انرژی ضربه نشان می‌دهد که این پارامتر به شدت تحت تاثیر تشکیل کاربیدهای مرزخانه‌ای است بنابراین در هنگام استفاده از این آلیاژ در دمای بالا باید به آسیب‌پذیری آن به برخورد اجسام خارجی دقت نمود.

در شکل ۱۳ نمودار تنش- پارامتر لارسون میلر برای دو نمونه رسم شده است. برای نمونه‌ی کارنکرده از داده‌های مرجع [۲۳] استفاده شد. نتایج آزمایش‌های گسیختگی تنشی نمونه‌ی کارنکرده در جدول ۷ آورده شده است. برای نمونه‌ی کارنکرده بر اساس نتایج آزمایش‌ها خطی به موازات نمودار کارنکرده رسم گردید. در جدول ۷ زمان گسیختگی نمونه‌ها در شرایط فرضی ۱۰۰ مگاپاسکال و دمای °C ۷۵۰ بر اساس نمودار محاسبه شد. ملاحظه می‌شود بر اساس تغییرات ریزساختاری رخ داده عمر باقیمانده نمونه‌ی کارنکرده حدود ۱۰ درصد نمونه‌ی کارنکرده است.

۳۰۰ به شدت (محور عمودی) داده‌های نمونه‌ی کارنکرده اضافه گردید. نمونه کارنکرده شامل سه ترکیب اصلی  $M_{23}C_6$ ،  $M_6C$  و  $Ti(C,N)$  است و همانطور که ساختار آن نشان می‌دهد درصد کاربیدهای  $M_{23}C_6$  و  $M_6C$  بسیار پایین است. علاوه بر سه فاز یاد شده فاز گاما پرایم نیز شناسایی گردید که وجود آن به دلیل انجام فرایند پیرسازی روی ورق نو است. در مقابل همانطور که در بخش‌های قبلی توضیح داده شد؛ در اثر کارکرد در دمای °C ۷۵۰ کاربیدهای مرزخانه‌ای و درون‌دانه‌ای زیادی تشکیل می‌گردد که در الگوی پراش نمونه مشاهده می‌شوند. پیک‌های اضافه شده نسبت به نمونه‌ی کارنکرده به کاربیدهای  $M_{23}C_6$  و  $M_6C$  اختصاص دارند. چون درصد کاربیدها افزایش می‌یابد پیک‌های بیشتری از این ترکیبات در پراش ایجاد می‌گردد. علاوه بر کاربیدها و فاز  $Ti(C,N)$  همانطور که در تصاویر TEM نشان داده شده است، فاز گاما پرایم نیز در نمونه وجود دارد که به دلیل افزایش درصد حجمی آن پیک‌های بیشتری در پراش نمونه‌ی کارنکرده پدید آمده است. ترکیب دیگری که در نمونه‌ی کارنکرده شناسایی شد فاز دلتا ( $Ni_3Mo$ ) است که به عنوان یک فاز مضر محسوب می‌شود؛ ولی مطابق جدول ۳ درصد آن بسیار کم است. کابینو و همکاران [۱۴] تشکیل فاز  $\delta$  ( $Ni_3Mo$ ) در نمونه‌های قرار گرفته در دمای °C ۷۰۰ برای مدت ۳۴۰۰۰ ساعت را گزارش کردند.

در جدول ۴ کسر سطحی مجموع کاربیدها و کاربید  $M_6C$  که با روش آنالیز تصویری محاسبه شده، آمده است. درصد مجموع کاربیدها با استفاده از تصاویر میکروسکوپ نوری و درصد کاربید  $M_6C$  با استفاده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی و تمایز رنگ بین کاربیدها محاسبه شد. از مقادیر جدول ۴ و هم چنین بر اساس تصاویر ریزساختاری آشکار است که درصد سطحی کاربیدها به میزان زیادی نسبت به نمونه‌ی کارنکرده افزایش یافته است. نکته قابل توجه در مقادیر جداول ۳ و ۴ درصد وزنی و کسر سطحی کاربید  $M_6C$  می‌باشد. در مقدمه مقاله ذکر شده که تفاوت عمده این مقاله با سایر مقالات منتشر شده در مدن زمان کارکرد نمونه است. تصاویر ریزساختاری که در مقالات سایر محققین [۱۱-۲۱] در دماهای ۷۰۰ الی ۸۰۰ درجه ارائه شده است، دارای درصد سطحی کمتری از کاربید  $M_6C$  است. این موضوع بیانگر آن است که در دمای کاری ۷۵۰ درجه و در محدوده زمانی (۶۰۰۰۰ الی ۱۰۰۰۰۰ ساعت) نرخ تشکیل کاربید  $M_6C$  افزایش می‌یابد. همین موضوع باعث شده است که کسر سطحی این کاربید افزایش یابد. اما مطابق شکل‌های ۴ و ۶، مرجع [۱۴] و هم چنین واکنش زیر کاربید  $M_6C$  در مرحله تبدیل به کاربید  $M_{23}C_6$  قرار دارد و در صورت ادامه کارکرد قطعه، درصد کاربید  $M_6C$  کاهش می‌یابد.



شکل ۱۱ این استدلال را تایید می‌نماید. در این شکل فازهای تعادلی ترکیب نمونه‌ی کارنکرده با نرم‌افزار JmatPro ارائه شده است. فاز

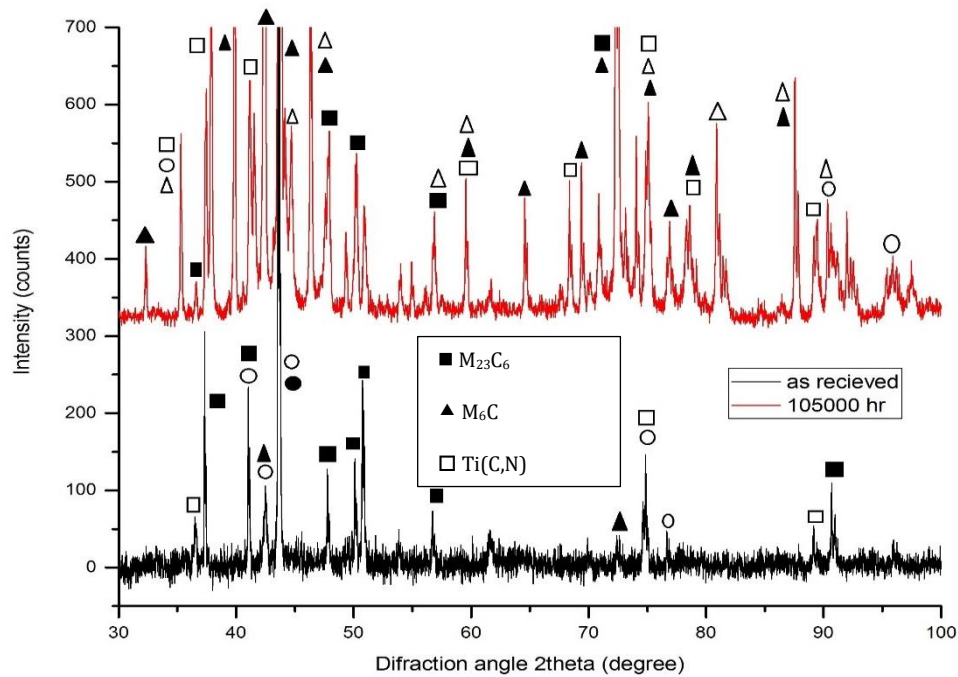


جدول ۳- درصد وزنی فازها در ذرات استخراج شده از نمونه‌ها بر اساس نرم‌افزار MAUD

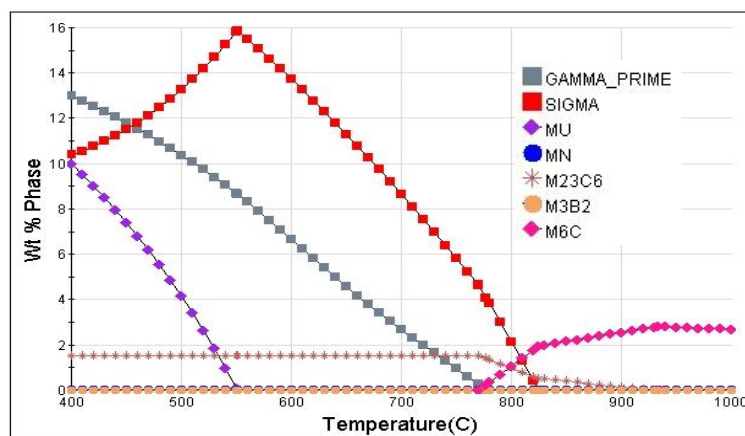
Sample	M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	M <sub>6</sub> C	Ti(C,N)	Ni <sub>3</sub> Mo, δ	Ni <sub>3</sub> (Al,Ti), γ'
AR	22.5	2.2	75.3	--	Very low
ES	55.5	35.8	4.3	0.5	3.9

جدول ۴- کسر سطحی کاربیدها در نمونه‌ها

Sample	Area fraction of carbides, %	Area fraction of M <sub>6</sub> C carbide, %
AR	0.5	Very low
ES	6.5	2.2



شکل ۱۰- پراش اشعه ایکس نمونه‌ها



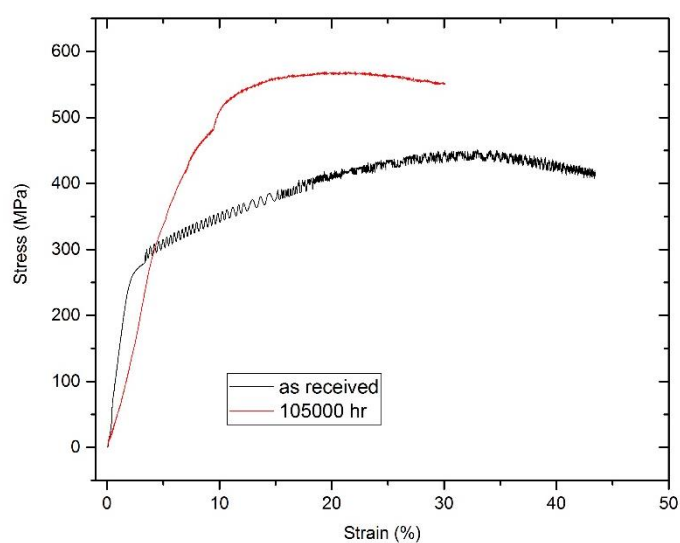
شکل ۱۱- فازهای تعادلی آلیاژ نمونه‌ی کارکرده بر اساس نرم‌افزار MatPro

جدول ۵ - خواص مکانیکی نمونه‌ها در دمای محیط

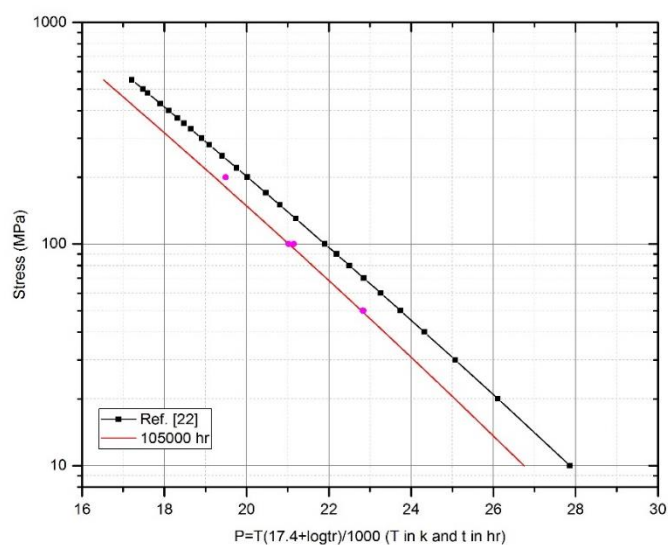
Sample	UTS, MPa	YS, MPa	EL, %	RA, %	Impact Energy, J	Hardness, HV
AR	801	436	53.5	58.5	201	183
ES	903	470	35	27	44	218

جدول ۶ - نتایج تست کشش گرم در دمای ۷۵۰ °C نمونه‌ها

Sample	UTS, MPa	YS, MPa	EL, %	RA, %
AR	465	269	47.5	41
ES	546	314	24	25



شکل ۱۲- نمودار تنش-کرنش نمونه‌های کارنکرده و کارکرده برای آزمایش کشش گرم در دمای ۷۵۰ درجه



شکل ۱۳- نمودار تنش-پارامتر لارسون میلر نمونه‌ها



جدول ۷- نتایج آزمایش گسیختگی تنش‌ی نمونه‌ی کارکرده

Row	Stress, MPa	Temperature, °C	Rupture time, hr
1	50	910	83
2	50	925	46
3	100	870	13
4	200	760	30

جدول ۸- زمان گسیختگی نمونه‌ها بر اساس نمودار تنش-لارسون میلر

Sample	Stress, MPa	Temperature, °C	Rupture time, hr
AR	100	750	12746
ES	100	750	1342

## ۶- نتیجه‌گیری

مهم‌ترین نتایج بررسی تغییرات ریزساختاری و خواص مکانیکی سوپرآلیاژ IN617 کارکرده در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  و زمان ۱۰۵۰۰۰ ساعت بشرح زیر می‌باشد.

• در بیشتر مرزخانه‌ها کاربیدهای پیوسته تشکیل شده و در درون‌دانه‌ها و مرزهای دوقلویی نیز کاربیدهای درشت تشکیل شده است. در مرزخانه‌ها کاربیدهای  $\text{M}_6\text{C}$  و  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  در کنار هم قرار دارند. کسر سطحی کاربیدها از ۰/۵ درصد در نمونه‌ی کارکرده به ۶/۵ درصد در نمونه‌ی کارکرده افزایش یافت.

• علاوه بر سه ترکیب اصلی  $\text{M}_6\text{C}$ ،  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  و  $\text{Ti}(\text{C},\text{N})$  در نمونه‌ی کارکرده فاز  $\gamma'$  و به مقدار ناچیز فاز مضر دلتا وجود دارد. وجود فاز گاما پرایم پس از زمان کارکرد ۱۰۵۰۰۰ ساعت نشان‌دهنده پایداری خواص سوپرآلیاژ ۶۱۷ است. بر اساس ابعاد ذرات گاما پرایم و هم چنین مورفولوژی آنها این فاز در مرحله انحلال قرار دارد.

• کسر سطحی کاربید  $\text{M}_6\text{C}$  نسبت به کاربید  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  قابل توجه بوده و نشان می‌دهد که در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  و در محدوده‌ی زمانی ۶۰۰۰۰ الی ۱۰۰۰۰۰ ساعت نرخ تشکیل کاربید  $\text{M}_6\text{C}$  افزایش می‌یابد. بر اساس نتایج آزمایشها کاربید  $\text{M}_6\text{C}$  در مرحله استحاله به کاربید  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  و فاز گاما پرایم قرار دارد و درصد کمی از ترکیب  $\text{Ti}(\text{C},\text{N})$  نیز به کاربید تبدیل شده است.

• مورفولوژی بیشتر کاربیدها به شکل‌های شبه کروی و بی‌شکل بوده و درصد بسیار کمی به شکل‌های صفحه‌ای و میله‌ای است. وجود کاربیدهای  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  با ابعاد کمتر از ۲۰۰ نانومتر در داخل دانه‌ها نشان‌دهنده ادامه فرایند جوانه‌زنی کاربیدها، هر چند کم می‌باشد.

doi:https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.01.019.

1. S. Chomette, J.-M. Gentzittel, B. Viguier, Creep behaviour of as received, aged and cold worked INCONEL 617 at  $850^{\circ}\text{C}$  and  $950^{\circ}\text{C}$ , J. Nucl. Mater. 399 (2010) 266–274.
2. C. Jang, D. Lee, D. Kim, Oxidation behaviour of an Alloy 617 in very high-temperature air and helium environments, Int. J. Press. Vessel. Pip. 85 (2008) 368–377.

کاربیدهای مرزخانه‌ای و درون‌دانه‌ای در مرحله ادغام و توده‌ای شدن قرار دارند.

• استحکام و سختی آلیاژ کارکرده بهتر از نمونه‌ی کارکرده است. اما به دلیل تشکیل کاربیدهای درشت مرزخانه‌ای انرژی ضربه بیش از ۷۵ درصد کاهش یافت. با افزایش زمان کارکرد نمودار تنش-پارامتر لارسون میلر نمونه‌ی کارکرده به سمت خواص کمتر سوق پیدا کرده است.

• نتایج آزمایشها و بررسی‌های انجام شده بیانگر آن است که سوپرآلیاژ IN617 آلیاژ مناسبی برای محدوده‌ی دمایی  $700^{\circ}\text{C}$ – $800^{\circ}\text{C}$  و زمان‌های طولانی مدت است.

## ملاحظات اخلاقی پیروی از اصول اخلاق پژوهش

همکاری مشارکت‌کنندگان در تحقیق حاضر به صورت داوطلبانه و با رضایت آنان بوده است.

## حامی مالی

هزینه تحقیق حاضر توسط نویسندگان مقاله تامین شده است.

## مشارکت نویسندگان

طراحی و ایده‌پردازی: حسن فرهنگی و محسن مهدیزاده؛  
روش‌شناسی و تحلیل داده‌ها: حسن فرهنگی و محسن مهدیزاده؛  
نظارت و نگارش نهایی: حسن فرهنگی و محسن مهدیزاده.

## تعارض منافع

بنابر اظهار نویسندگان، مقاله حاضر فاقد هرگونه تعارض منافع بوده است.

## References

1. S. Chomette, J.-M. Gentzittel, B. Viguier, Creep behaviour of as received, aged and cold worked INCONEL 617 at  $850^{\circ}\text{C}$  and  $950^{\circ}\text{C}$ , J. Nucl. Mater. 399 (2010) 266–274.

- doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijvpv.2007.11.010>.
3. S.F. Di Martino, R.G. Faulkner, S.C. Hogg, S. Vujic, O. Tassa, Characterisation of microstructure and creep properties of alloy 617 for high-temperature applications, *Mater. Sci. Eng. A.* 619 (2014) 77–86. doi:<https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.09.046>.
  4. X. Xiang, Z. Yao, J. Dong, L. Sun, Dissolution behavior of intragranular M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbide in 617B Ni-base superalloy during long-term aging, *J. Alloys Compd.* 787 (2019) 216–228. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.01.389>.
  5. W.-G. Kim, S.-N. Yin, G.-G. Lee, Y.-W. Kim, S.-J. Kim, Creep oxidation behaviour and creep strength prediction for Alloy 617, *Int. J. Press. Vessel. Pip.* 87 (2010) 289–295. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijvpv.2010.03.008>.
  6. D. Tytko, P.-P. Choi, J. Klöwer, 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 Mater.* 60 (2012) 1731–1740. doi:<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.11.020>.
  7. T. Lillo, J. Cole, M. Frary, S. Schlegel, Influence of Grain Boundary Character on Creep Void Formation in Alloy 617, *Metall. Mater. Trans. A.* 40 (2009) 2803. doi:[10.1007/s11661-009-0051-7](https://doi.org/10.1007/s11661-009-0051-7).
  8. M. Speicher, F. Kauffmann, J.-H. Shim, M. Chandran, Microstructure evolution in Alloy 617 B after a long-term creep and thermal aging at 700°C, *Mater. Sci. Eng. A.* 711 (2018) 165–174. doi:<https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.004>.
  9. F. Abe, Research and Development of Heat-Resistant Materials for Advanced USC Power Plants with Steam Temperatures of 700 °C and Above, *Engineering.* 1 (2015) 211–224. doi:<https://doi.org/10.15302/J-ENG-2015031>.
  10. M. Akbari-Garakani, M. Mehdizadeh, Effect of long-term service exposure on microstructure and mechanical properties of Alloy 617, *Mater. Des.* 32 (2011) 2695–2700. doi:<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.01.017>.
  11. M. Forghani, F. Mehdizadeh, M. Rayatpour, Tracing the creep lifetime degradation of IN738LC superalloy based on the primary carbide decomposition reaction and composition changes in the carbide regions, *J. New Mater.* 11 (2021) 81–94, (in persian). doi:[10.22285/946.1399.11.42.6.2](https://doi.org/10.22285/946.1399.11.42.6.2).
  12. W.L. Mankins, J.C. Hosier, T.H. Bassford, Microstructure and phase stability of INCONEL alloy 617, *Metall. Mater. Trans. B.* 5 (1974) 2579–2590. doi:[10.1007/BF02643879](https://doi.org/10.1007/BF02643879).
  13. R. Krishna, S. V Hainsworth, S.P.A. Gill, A. Strang, H. V Atkinson, Topologically Close-Packed  $\mu$  Phase Precipitation in Creep-Exposed Inconel 617 Alloy, *Metall. Mater. Trans. A.* 44 (2013) 1419–1429. doi:[10.1007/s11661-012-1491-z](https://doi.org/10.1007/s11661-012-1491-z).
  14. Q. Wu, H. Song, R.W. Swindeman, J.P. Shingledecker, V.K. Vasudevan, Microstructure of Long-Term Aged IN617 Ni-Base Superalloy, *Metall. Mater. Trans. A.* 39 (2008) 2569–2585. doi:[10.1007/s11661-008-9618-y](https://doi.org/10.1007/s11661-008-9618-y).
  15. M. Cabibbo, E. Gariboldi, S. Spigarelli, D. Ripamonti, Creep behavior of INCOLOY alloy 617, *J. Mater. Sci.* 43 (2008) 2912–2921. doi:[10.1007/s10853-007-1803-7](https://doi.org/10.1007/s10853-007-1803-7).
  16. S. Kihara, J.B. Newkirk, A. Ohtomo, Y. Saiga, Morphological changes of carbides during creep and their effects on the creep properties of inconel 617 at 1000 °C, *Metall. Trans. A.* 11 (1980) 1019–1031. doi:[10.1007/BF02654716](https://doi.org/10.1007/BF02654716).
  17. M. Kewther Ali, M.S.J. Hashmi, B.S. Yilbas, Fatigue properties of the refurbished INCO-617 alloy, *J. Mater. Process. Technol.* 118 (2001) 45–49. doi:[https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(01\)01035-4](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(01)01035-4).
  18. R. Krishna, S. V Hainsworth, H. V Atkinson, A. Strang, Microstructural analysis of creep exposed IN617 alloy, *Mater. Sci. Technol.* 26 (2010) 797–802.

- doi:10.1179/026708309X1258456405  
2094.
19. A. Narayan 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, Mater. Sci. Eng. A. 710 (2018) 47–56. doi:<https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.10.078>.
  20. E. Gariboldi, M. Cabibbo, S. Spigarelli, D. Ripamonti, Investigation on precipitation phenomena of Ni–22Cr–12Co–9Mo alloy aged and crept at high temperature, Int. J. Press. Vessel. Pip. 85 (2008) 63–71. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2007.06.014>.
  21. G. Yan, Z. Rongcan, T. Liying, H. Shufang, W. Bohan, Microstructural Stability of Alloy 617 Mod. During Thermal Aging, ASME 2014 Symp. Elev. Temp. Appl. Mater. Foss. Nucl. Petrochemical Ind. (2014) 15–19. doi:10.1115/ETAM2014-1001.
  22. Y. Guo, B. Wang, S. Hou, Aging precipitation behavior and mechanical properties of Inconel 617 superalloy, Acta Metall. Sin. (English Lett. 26 (2013) 307–312. doi:10.1007/s40195-012-0249-3.
  23. J.K. Wright, Progress Report on Alloy 617 Time Dependent Allowables, (n.d.). doi:10.2172/1236836.

