

## Research Paper

# Effects of B and Zr on the microstructure and low cycle fatigue properties of Nimonic 105 superalloy at 750°C

Zahra Asgari<sup>1</sup>, \*Masumeh Seifollahi<sup>2</sup>, Seyed Mahdi Abbasi<sup>3</sup>, Maryam Morakabati<sup>2</sup>

1- Phd Student of Materials Engineering, MalekAshtar University of Technology, Tehran,Iran.

2- Assistant Professor (Materials Engineering), MalekAshtar University of Technology, Tehran,Iran.

3- Associate Professor (Mechanical Engineering), MalekAshtar University of Technology, Tehran,Iran.

**Citation:** Asgari Z, Seifollahi M, Abbasi S.M, Morakabati M. Effects of B and Zr on the microstructure and low cycle fatigue properties of Nimonic 105 superalloy at 750oC. Metallurgical Engineering 2017: 19(4) 239-248 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.52504.1109>

**doi:** <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.52504.1109>

## ABSTRACT

Microstructure and low cycle-high temperature fatigue properties of Nimonic 105 superalloys with and without B and Zr is investigated in this article. Fully reversed strain-controlled tests were performed at 750°C, R=0 and strain rate of  $3 \times 10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. The results show that Zr cause to ZrC formation at the grain boundaries and grain interior. Also Zr is reduced the grain size of the alloys. The carbides at the absence of Zr is of the type of (Cr,Mo)<sub>23</sub>C<sub>6</sub> at the grain boundaries. The  $\gamma'$  size decreased by B additions to the alloys and the number of twins increased. 0.013%wtB improves low cycle-high temperature fatigue of the alloy. At the presence of B, fracture is of the types of intragranular and intergranular but by addition of 0.16% wtZr the only fracture type is intragranular. Hard and none coherent MC type precipitates by Zr addition are the initiation place for miccracking and the cause of fatigue life reduction.

**Keywords:** Nimonic 105 superalloy, Low Cycle-High temperature fatigue (LCF), Boron, Zirconium

■ ..... ■  
\* **Corresponding Author:**

**MasumehSeifollahi, PhD**

**Address:** Faculty of Material and Metallurgical Engineering, MalekAshtar University of Technology, Tehran,Iran.

**Tel:** +98 (21)22936494

**E-mail:** m\_seifollahi@alumni.iust.ac.ir

## اثر بور و زیرکونیوم بر ریزساختار و استحکام خستگی سوپر آلیاژ Nimonic 105 در دمای ۷۵۰ °C

زهرا اصغری<sup>۱</sup>، معصومه سیف‌اللهی<sup>۲</sup>، سید مهدی عباسی<sup>۳</sup>، مریم مرکباتی<sup>۲</sup>

- ۱- دانشجوی دکتری مهندسی مواد، پژوهشکده مهندسی مواد، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوریهای ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران  
 ۲- استادیار، پژوهشکده مهندسی مواد، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوریهای ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران  
 ۳- دانشیار، پژوهشکده مهندسی مواد، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوریهای ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

### چکیده

در این تحقیق، ریزساختار و خواص خستگی کم‌چرخه دما بالای سوپر آلیاژ Nimonic 105 در حضور بور و زیرکونیوم مورد بررسی قرار گرفته است. آزمون خستگی کم‌چرخه در شرایط کرنش کنترل (کرنش ۰/۸) با نرخ بارگذاری  $5 \times 10^{-2}$  در  $R=0$  در دمای ۷۵۰ °C در اتمسفر محیط انجام شده است. نتایج نشان داد که عنصر زیرکونیوم سبب تشکیل کاربیدهای ZrC در مرز دانه‌ها و درون دانه‌ها می‌گردد. همچنین افزودن عنصر زیرکونیوم سبب کاهش اندازه دانه آلیاژ شده است. در غیاب عنصر زیرکونیوم رسوبات کاربیدی عمدتاً از نوع  $(Cr, Mo)_{23}C_6$  و در مرز دانه‌ها یافت می‌شوند. عنصر بور سبب کاهش اندازه رسوبات  $\gamma'$  می‌شود. با افزودن بور دوقلوبی‌ها در ساختار افزایش چشمگیری دارد. افزودن عنصر بور تا ۰/۱۳٪ وزنی سبب بهبود خواص خستگی کم‌چرخه دما بالای آلیاژ می‌شود. در حضور (۰/۱۳٪ وزنی) بور، شکست از نوع درون دانه‌ای و بین دانه‌ای است؛ در حالی که با افزودن عنصر زیرکونیوم تا ۰/۱۶٪ وزنی نوع شکست کاملاً بین دانه‌ای می‌باشد. تشکیل کاربیدهای سخت صفحه‌ای MC ناشی از افزودن Zr که یک شبکه گیرکوهنت با زمینه و مرز دانه‌ها دارند، مکان‌های شروع و تکثیر ریزترک‌ها را فراهم می‌کند. در نتیجه در حضور عنصر زیرکونیوم ترک‌های ثانویه افزایش و عمر خستگی آلیاژ کاهش می‌یابد.

واژه‌های کلیدی: سوپر آلیاژ Nimonic 105، خستگی کم‌چرخه دما بالا (LCF)، بور، زیرکونیوم

### ۱. مقدمه

توربین می‌گردد [۸-۶]. اصلاح ترکیب شیمیایی به گونه‌ای که نفوذ مرزدانه‌ای اکسیژن متوقف شده، و سبب استحکام و چسبندگی بیشتر مرزدانه‌ها شود؛ می‌تواند بیشترین تاثیر را بر عمر قطعات دما بالا ارائه دهد. عناصر بور و زیرکونیوم با افزایش استحکام مرزدانه‌ها و افزایش انرژی چسبندگی فصل مشترک فاز رسوب/ زمینه و مرزدانه می‌توانند از شروع و رشد ترک جلوگیری کنند [۱۱-۸]. این عناصر مورد توجه بسیاری از محققین [۱۸-۸] قرار گرفته و تاثیرات مثبت آنها بر ریزساختار و خواص مکانیکی سوپر آلیاژها تایید شده است. هرچند که در برخی کارها اثرات مخرب آنها نیز اشاره شده است. اما در پژوهش‌های محدودی تاثیر این عناصر بر خواص خستگی سوپر آلیاژهای پایه نیکل مورد مقایسه قرار گرفته است. فلورین و همکارش [۱۲] تأثیر عنصر بور و زیرکونیوم را بر نحوه رشد ترک خستگی و خزشی در سوپر آلیاژ Nimonic PE16 مورد بررسی قرار داده و نتایج نشان داد که افزایش این دو عنصر تاثیری بر نرخ رشد ترک خستگی نشان نداده و افزایش عنصر بور (۰/۱ wt%) سبب افزایش شدت تنش

سوپر آلیاژهای پایه نیکل، از دیرباز تاکنون در ساخت پره‌های توربین گاز، کاربرد وسیعی داشته‌اند. از جمله سوپر آلیاژهای پایه نیکل مورد استفاده در این صنعت می‌توان سوپر آلیاژ کار شده Nimonic 105 را نام برد [۱]. این آلیاژ بهبود قابل توجهی را در خواص کشش گرم، استحکام و مقاومت به خزش در مقایسه با رده‌های قبلی این گروه از سوپر آلیاژها نظیر Nimonic 80A و Nimonic 90 ارائه می‌دهد [۲ و ۳]. بسته به نوع توربین به لحاظ زمینی یا هوایی و شرایط کارکرد آنها، بررسی خواص و تعیین عمر سوپر آلیاژهای بکار رفته در پره‌ها از اهمیت ویژه‌ای در صنعت توربین‌سازی برخوردار است. بر اساس مطالعات انجام شده، عمر پره‌های توربین‌های هوایی و زمینی به ترتیب بر اساس خستگی کم‌چرخه و خزش تعیین می‌شوند [۴ و ۵].

اثرات محیطی و اکسیداسیون مرزدانه‌ها در خزش و خستگی کم‌چرخه دما بالای سوپر آلیاژها، پیش از آنکه دیگر عوامل مخرب فعال شوند، سبب شکست زودرس پره‌های

\* نویسنده مسئول:

دکتر معصومه سیف‌اللهی

نشانی: تهران، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، مجتمع مهندسی مواد و متالورژی

تلفن: ۲۲۹۳۶۹۴ (۲۱) ۹۸+

پست الکترونیکی: m\_seifollahi@alumni.iust.ac.ir

جدول ۱. مقادیر عناصر بور و زیرکونیم در ترکیب شیمیایی آلیاژها (درصد وزنی).

نام آلیاژ	Z	BZ	B
B(wt%)	۰	۰/۰۰۶	۰/۰۱۳
Zr(wt%)	۰/۱۶	۰/۰۸	۰

ابعاد طول سنجه نمونه‌ها شامل طول ۹، عرض ۶ و ضخامت ۳ میلی‌متر و طول نمونه ۸۰ میلی‌متر می‌باشد. این آزمایش توسط دستگاه Zwick انجام گردید. این دستگاه مجهز به یک کوره‌ی دو منطقه‌ای تا دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  است.

آزمایش خستگی کم چرخه دما بالا به صورت چرخه‌های کشش-کشش متوالی انجام شد. هر چرخه شامل اعمال کرنش بالاتر از حد کرنش الاستیک، در کرنش  $0/8$  در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد و برگشت به کرنش صفر در نظر گرفته شد. انجام آزمایش به صورت کرنش کنترل (دامنه‌ی ثابت تغییر کرنش) با نسبت تنش  $R=0$  و نرخ کرنش  $3 \times 10^{-12}\text{ s}^{-1}$  در اتمسفر محیط صورت گرفت.

ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری (Olympys) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM, VEGA, TESCAN) مجهز به آنالیزگر EDS مورد ارزیابی قرار گرفت.

### ۳. نتایج و بحث

#### الف) بررسی ریزساختاری

شکل ۱ ریزساختار سه آلیاژ با مقادیر متفاوت بور و زیرکونیم پس از پیرسازی در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد را نشان می‌دهد. چنانکه مشاهده می‌شود در حضور زیرکونیم در مقایسه با نمونه حاوی بور، اندازه دانه کاهش می‌یابد. شکل ۲-الف تصویر SEM از رسوبات کاربیدی و آنالیز EDS از نمونه Z را نشان می‌دهد. در حضور زیرکونیم کسر حجمی رسوبات (Ti,Zr)C در درون دانه و مرز دانه‌ها به  $4/16\%$  افزایش می‌یابد. رسوبات ترد (Ti,Zr)C در مرز دانه‌ها از حرکت مرز دانه‌ها و رشد آنها جلوگیری کرده و سبب کاهش اندازه دانه و همچنین افزایش سختی در این آلیاژ می‌گردد. این رسوبات به صورت صفحه‌ای بزرگ در مرز دانه و درون دانه مشاهده می‌شود.

بنابراین همانطور که در جدول ۲ مشاهده می‌شود آلیاژ Z نسبت به دو آلیاژ دیگر سختی بالاتری را نشان می‌دهد. اما، با کاهش میزان زیرکونیم در آلیاژ BZ به دلیل کاهش میزان کسر حجمی کاربیدهای موجود در ساختار از  $4/16\%$  به  $3/67\%$  و به تبع آن افزایش در اندازه دانه، سختی نیز اندکی کاهش می‌یابد.

سیترومن و همکارانش [۱۹] نشان دادند که کاربید  $M_{23}C_6$  پس از پیرسازی آلیاژ Nimonic105 در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد و مدت زمان ۱۵ ساعت در مرز دانه‌ها و گاه در درون دانه‌ها یافت

آستانه می‌شود. گایدا و همکارانش [۱۳] تاثیر عناصر افزودنی بور و زیرکونیم بر نرخ رشد ترک خستگی در سوپر آلیاژ Waspaloy را بررسی کرده و نتایج کار آنها نشان داد که کاهش عناصر افزودنی بور و زیرکونیم در مرز دانه‌ها سبب افزایش نرخ رشد ترک خستگی کم چرخه دما بالای آلیاژ می‌شود.

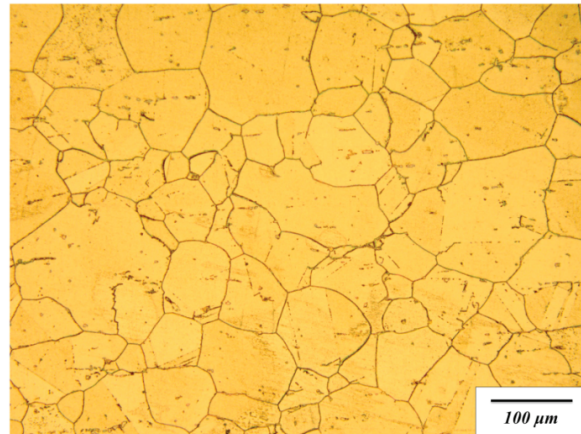
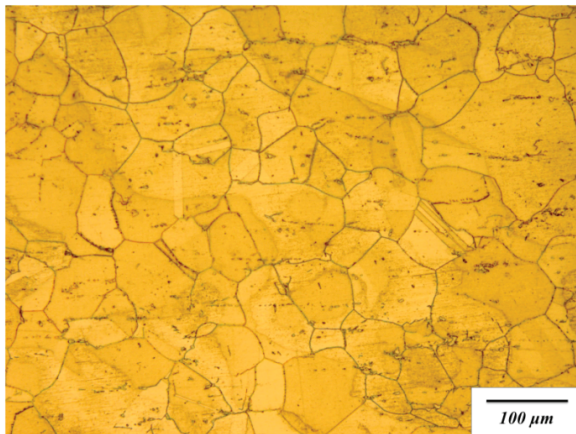
بر اساس پژوهش‌های انجام شده توسط سایو و همکارانش [۱۷-۱۴] در سال‌های ۲۰۰۴ تا ۲۰۰۶ روی تاثیر بور بر خواص خستگی کم چرخه سوپر آلیاژ IN 718، بور باعث جدایش ترجیحی در مرز دانه‌ها می‌شود. افزایش محتوی بور در دمای محیط تاثیر کمی بر افزایش عمر خستگی کم چرخه آلیاژ نشان داد. افزایش محتوی بور فقط تا ۲۹ ppm اثر مثبتی بر عمر خستگی آلیاژ داشته و با افزایش بیشتر بور تاثیرات زیادی مشاهده نشد. با این حال، در دمای  $650^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد، افزایش محتوی بور تا ۶۰ ppm سبب افزایش عمر خستگی کم چرخه و افزایش بیشتر آن تا ۱۰۰ ppm سبب کاهش عمر خستگی آلیاژ می‌شود. نتایج آنها نشان داد که بور استحکام چسبندگی مرز دانه‌ها را افزایش می‌دهد و به موجب آن باعث تغییر حالت شکست از بین دانه‌ای به درون دانه‌ای می‌شود که منجر به نرخ رشد ترک کمتر می‌گردد. بور می‌تواند هم نفوذ مرز دانه‌ای و هم تشکیل کمپلکس‌های اکسیدی را کاهش دهد. همچنین پژوهش‌های سایو و همکارانش [۱۸] بر تاثیر افزودنی بور بر خستگی ترمومکانیکال سوپر آلیاژ IN 718 نشان داد که افزایش میزان بور مانع از رشد رسوبات ۷۷ می‌شود؛ در نتیجه سبب بهبود عمر خستگی آلیاژ می‌گردد.

هدف اصلی این پژوهش، بررسی رفتار استحکام خستگی سوپر آلیاژ 105Nimonic در حضور بور و زیرکونیم می‌باشد.

#### ۲. روش تحقیق

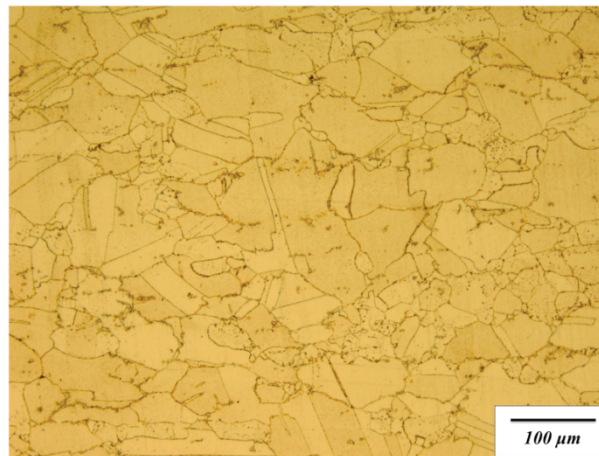
سه آلیاژ Nimonic105 کار شده با ترکیب اسمی Ni-20% Co- 15%Cr- 5% Mo-5% Al-1% Ti و مقادیر مختلف بور و زیرکونیم مطابق با جدول ۱ در کوره VIM ذوب و آلیاژسازی و در کوره ESR تصفیه شدند. شمشه‌های حاصل پس از عملیات همگن سازی تحت نورد گرم قرار گرفتند. آنیل انحلالی در دمای  $1060^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد به مدت ۱۶ ساعت و سرد شدن در هوا انجام شد. در ادامه نمونه‌ها تحت عملیات پیرسازی در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد به مدت ۱۶ ساعت قرار داده شدند. همچنین جهت بررسی تاثیر عناصر بور و زیرکونیم بر ریزساختار حین سرویس در شرایط دما بالا و طولانی مدت، نمونه‌ها تحت عملیات پیرسازی در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت قرار گرفتند.

نمونه‌های خستگی کم چرخه دما بالا بر اساس استاندارد ASTM-E606 و در جهت نورد تهیه شدند. نمونه‌های مورد استفاده در این آزمایش به صورت ورقه‌ای و مسطح است.



ب

الف



ج

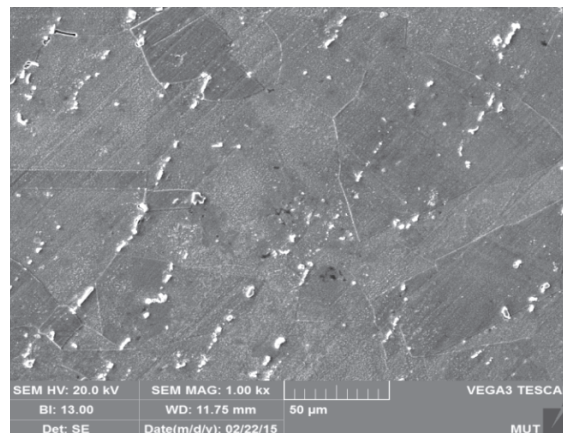
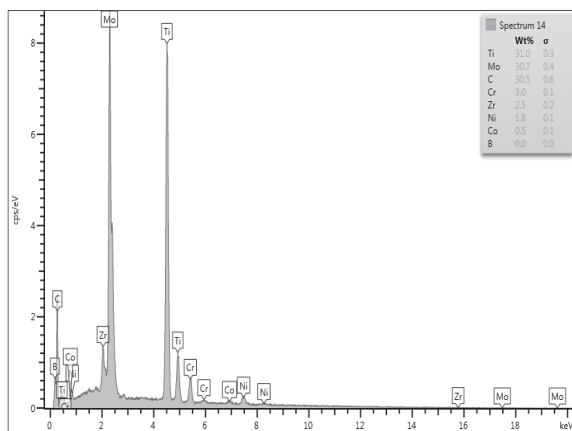
شکل ۱. تصویر نوری از ریزساختار سوپر آلیاژ Nimonic 105 پس از پیرسازی در دمای ۸۵۰ °C به مدت ۱۶ ساعت (الف) آلیاژ Z (ب) آلیاژ BZ (ج) آلیاژ B.

جدول ۲. سختی، اندازه دانه، کسر حجمی کاربید و دوقلوبی با تغییرات میزان بور و زیرکونیوم در سوپر آلیاژ Nimonic 105 پس از پیرسازی در دمای ۸۵۰ °C به مدت ۱۶ ساعت.

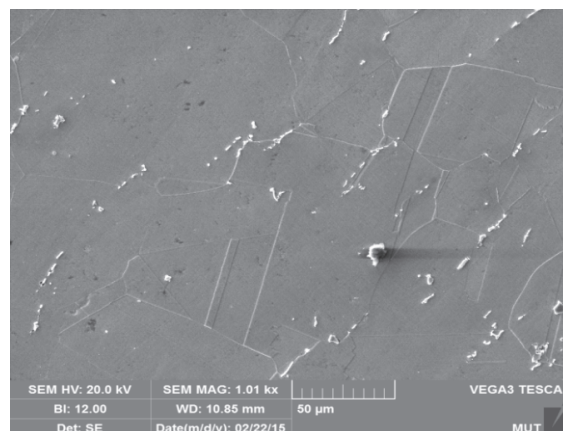
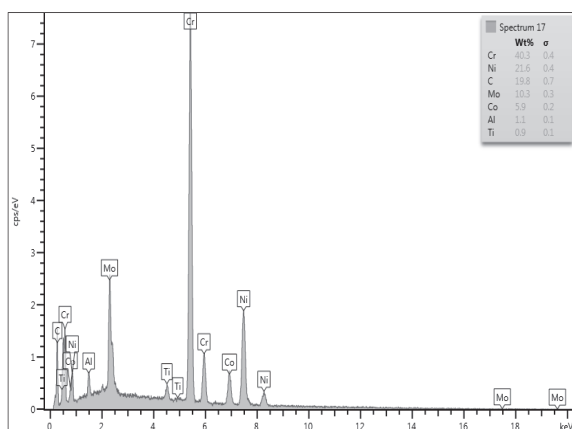
آلیاژ	سختی (HV)	اندازه دانه (μm)	کسر حجمی کاربید (%)	دوقلوبی (%)
Z	۴۰۵±۱۰	۷۸±۱۱	۴/۱۶±۱	۲±۰/۳
BZ	۳۷۰±۵	۸۰±۶	۳/۶۷±۰/۷	۳/۱±۰/۵
B	۳۹۰±۵	۹۰±۲۱	۳/۰۷±۰/۵	۴/۴±۰/۷

با افزایش بور و حذف زیرکونیوم در آلیاژ B با وجود افزایش اندازه دانه و همچنین تاثیر حذف عنصر مولیبدن از زمینه میزان سختی تا حدودی افزایش می‌یابد. شکل ۲- ب تصویر SEM از رسوبات مرزدانه‌ای همراه با آنالیز EDS از نمونه B را نشان می‌دهد. چنانکه مشاهده می‌شود در حضور بور، رسوبات کاربیدی عمدتاً از نوع  $(Cr,Mo)_2C_6$  و در مرز دانه‌ها افزایش می‌یابند. سلیوان و همکارانش ثابت کردند که بور رشد رسوبات کاربید  $M_{23}C_6$  را کاهش می‌دهد. افزایش سختی آلیاژ B نسبت به آلیاژ BZ را علاوه بر افزایش کاربید  $(Cr,Mo)_2C_6$ ، کاربوبراید و بوراید های مرزدانه‌ای می‌تواند بر اساس تحقیقات صورت

می‌شود و سختی این آلیاژ ۳۶۵ ویکرز گزارش شده است. بروک و همکارانش [۲۰] نشان دادند که بور می‌تواند علاوه بر تشکیل فاز بوراید، کاربوبراید با ترکیب  $(Cr,Mo)_6(C,B)_{23}$  نیز در مرز دانه‌ها تشکیل دهد. بور می‌تواند جایگزین کربن در این ترکیب گردد. با توجه به این نکته که عنصر مولیبدن عنصر استحکام دهنده آلیاژ از طریق محلول جامد می‌باشد در نتیجه خروج این عنصر از زمینه موجب کاهش استحکام آلیاژ می‌گردد. حضور دو عنصر بور و زیرکونیوم باهم در ترکیب آلیاژ سبب گسسته شدن و تمایل به کروی شدن کاربیدهای  $M_{23}C_6$  را افزایش می‌دهد [۲۱].



الف



ب

شکل ۲. تصویر SEM و آنالیز EDS از رسوبات در سوپر آلیاژ Nimonic 105 پس از پیرسازی در دمای ۸۵۰°C به مدت ۱۶ ساعت، الف) آلیاژ Z (ب) آلیاژ B.

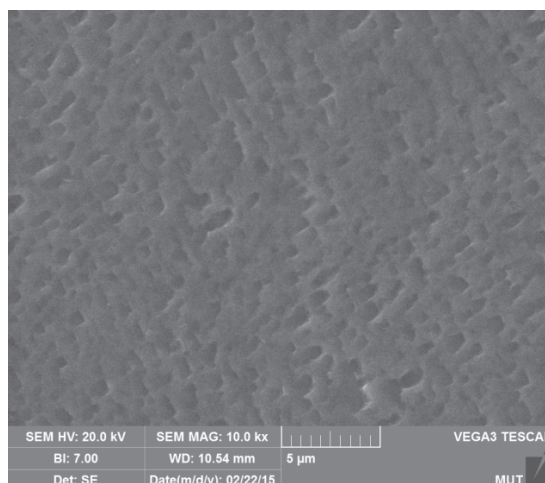
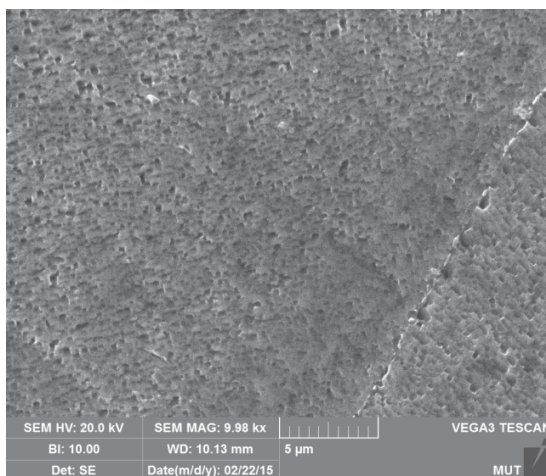
در نتیجه کاهش آهنگ رشد می‌شود و بر اندازه و مورفولوژی رسوبات  $V'$  موثر می‌باشد. در نتیجه بور سبب کاهش اندازه رسوبات  $V'$  و توزیع یکنواخت‌تر این رسوبات می‌گردد. علاوه بر این، افزایش اندازه رسوبات  $V'$  در حضور زیرکونیم می‌تواند به دلیل انحلال این عنصر در فاز  $V'$  و افزایش پارامتر عدم انطباق بین رسوب و زمینه باشد [۱۰]، که موجب کاهش کوهرنسی بین  $V'/V$  می‌گردد و در نتیجه نرخ رشد فاز  $V'$  را حین پیرسازی افزایش می‌دهد.

### ب) خستگی کم چرخه دما بالا

نتایج آزمایش خستگی کم چرخه در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد در دامنه کرنش ۰/۸ برای هر سه آلیاژ در شکل ۴ نشان داده شده است. چنانکه مشاهده می‌شود در این دامنه کرنش، نمونه‌ها در ابتدا یک دوره نسبتاً وسیعی کارسختی نشان داده و در ادامه کار نرمی و شکست رخ می‌دهد. علت سخت و نرم شدن ناشی از تغییرات ریزساختاری مواد است. در هر سه آلیاژ، سخت شدن در ابتدا با شیب ثابت و سپس

گرفته به دو عامل دیگر نیز مرتبط دانست. ژو و همکارانش [۲۲] نشان دادند که عنصر بور موجب افزایش کرنش الاستیک فاز  $V'$  می‌گردد که موجب افزایش تنش اصطکاکی در رابطه هال پیچ می‌شود، در نتیجه می‌تواند موجب افزایش سختی شود. از طرفی افزایش دوقلویی حاصل از افزایش بور نیز می‌تواند موجب افزایش کارسختی آلیاژ گردد. دوقلویی همانند مرز دانه‌ها در برابر حرکت نابجایی‌ها ممانعت به عمل می‌آورد. نابجایی‌ها در برخورد با دوقلویی‌ها تجزیه می‌شوند. در نتیجه دوقلویی منبعی برای تولید نابجایی به شمار می‌رود و موجب افزایش سختی خواهد شد.

شکل ۳ ریزساختار دو آلیاژ B و Z را پس از عملیات حرارتی در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت را نشان می‌دهد. با افزایش میزان بور، رشد رسوبات  $V'$  کاهش می‌یابد. وانگ و همکارانش [۲۳] نشان دادند که بور در فاز  $V'$  قابلیت انحلال دارد و موجب پایداری این ذرات می‌شود. در حقیقت بور به عنوان یک عنصر بین‌نشین با قابلیت انحلال در زمینه، مرزدانه و رسوبات  $V'$  و همچنین با تشکیل رسوبات بورایدی، سبب افزایش مراکز جوانه‌زنی، کاهش مسیر نفوذ و



ب

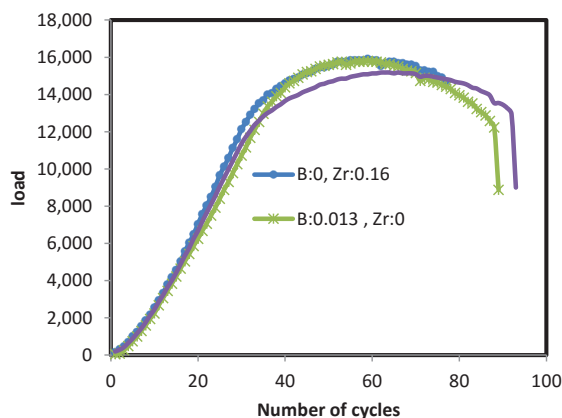
الف

شکل ۳. تصویر SEM از ریزساختار سوپر آلیاژ Nimonic 105 پس از عملیات حرارتی در دمای ۹۰۰ °C به مدت ۲۴ ساعت (الف) آلیاژ Z (ب) آلیاژ B.

می‌آورند. کاربیدهای MC،  $M_{23}C_6$  توسط نابجایی‌ها بریده نمی‌شوند [۲۵] در نتیجه استحکام بدلیل حضور این کاربیدها و متعاقب آن تولید نابجایی در فصل مشترک زمینه- ذره (برای کاربیدهای بلوک‌های درشت) و از طریق قفل شدن نابجایی‌ها به دلیل برهم کنش رسوبات با آنها، افزایش می‌یابد. این روند در هر سه آلیاژ مشاهده می‌شود؛ با این تفاوت که در آلیاژهای حاوی بور (B و BZ) کار سختی کمتری مشاهده می‌شود که می‌تواند به دلیل حذف رسوبات صفحه‌ای و درشت ZrC و کروی و منقطع شدن رسوبات  $(Cr, Mo)_{23}C_6$  و  $(Cr, Mo)_{23}(C, B)_6$  باشد.

اما، مهمترین دلیل برای کار نرمی، از بین رفتن کوهیرنسی رسوبات  $\gamma'$  است که با درشت شدن آنها رخ می‌دهد. با از بین رفتن کوهیرنسی، برش خوردن ذرات توسط نابجایی‌ها نیز آسان‌تر می‌شود. برش خوردن رسوبات توسط نابجایی‌ها سبب کاهش اندازه‌ی آنها می‌شود و از اثر آنها می‌کاهد که این نیز به خودی خود سبب افزایش کار نرمی می‌گردد [۲۴]. همانطور که در شکل نیز دیده می‌شود؛ کاهش تنش برای آلیاژ BZ نسبت به آلیاژ B بیشتر رخ می‌دهد که می‌تواند دلیلی بر افزایش پایداری رسوبات  $\gamma'$  با افزایش میزان بور باشد.

حرکت متناوب نابجایی‌ها در شبکه‌ی منظم در حین کرنش‌های چرخه‌ای سبب ایجاد بی‌نظمی اتم‌ها حول رسوبات می‌شود که باز هم به افزایش کار نرمی کمک می‌کند. فرایند دیگری که در کار نرمی سهیم است، بازیابی نابجایی‌ها در حین آزمون خستگی است. با گذشت زمان این اثر نیز به تبع آن بیشتر می‌شود. بازیابی یک فرآیند پویا از نابودی نابجایی‌ها و آرایش مجدد آنها است [۲۶]. در ادامه، دامنه تنش به سرعت کاهش می‌یابد که ناشی از تشکیل ترک و سپس رشد سریع آنها می‌باشد.



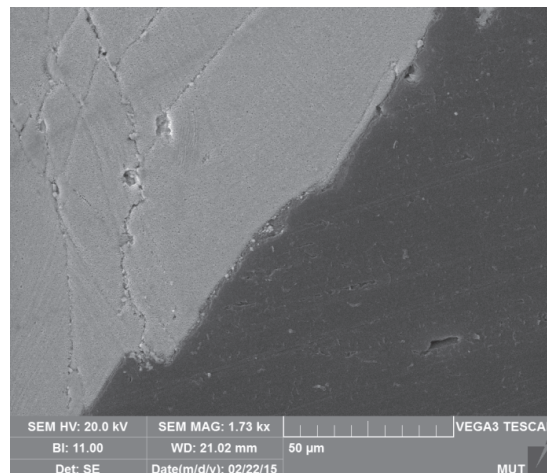
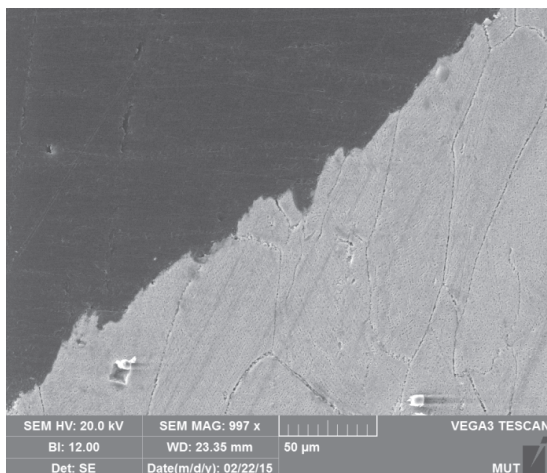
شکل ۴. نتایج آزمایش خستگی کم چرخه در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد در دامنه کرنش ۰/۸ برای سه آلیاژ.

سخت شدن به صورت غیر خطی با نرخ کاهنده ادامه می‌یابد. تغییرات ریزساختاری که سبب سخت شدن سیکلی در این آلیاژ می‌باشند عبارتند از [۲۴ و ۲۵]:

افزایش چگالی و برخورد نابجایی‌ها با یکدیگر (وقوع قفل‌های لومرکاترل و یا تشکیل جاگ در نابجایی‌های پیچی و نهایتاً ایجاد نابجایی‌های غیرمتحرک)

برخورد نابجایی‌ها با رسوبات کاربیدی ( $M_{23}C_6$ , MC) و اثر قفل کنندگی آنها روی نابجایی‌ها (قفل شدن نابجایی توسط کاربیدها)

سخت شدن سیکلی می‌تواند ناشی از برخورد نابجایی‌ها با یکدیگر و یا نابجایی با رسوبات کاربیدی باشد. در نتیجه به منظور حفظ نرخ کرنش اعمالی، نیاز است تا تنش سیلان جهت رهایی نابجایی‌ها از موانع موجود یا تولید نابجایی‌های جدید، افزایش یابد که منجر به افزایش چگالی نابجایی‌های متحرک شده و از این‌رو زمینه آلیاژ را سخت کرده و ناحیه‌ی سخت شدن اول با شیب تقریباً خطی و ثابت را بوجود



ب

الف

شکل ۵. مسیر شکست سوپر آلیاژ Nimonic 105 پس از آزمایش خستگی کم چرخه در دمای 750°C در دامنه کرنش ۰/۸ (الف) آلیاژ Z (ب) آلیاژ B.

کاربیدی رخ می‌دهد. زیرا برای نابیجایی‌ها؛ عبور از فازهای کاربیدی مشکل است. تمرکز تنش ایجاد شده در اثر تجمع نابیجایی‌ها در فصل مشترک غیرکوهیرنت فازهای کاربیدی با زمینه، انتشار ترک را تسریع می‌کند. دمیل‌های موجود در سطح شکست (شکل ۶ الف) در اثر وجود کاربیدهای درون دانه‌ای و مرزدانه‌ای و در نتیجه غیرکوهیرنتی فصل مشترک با زمینه تشکیل می‌شوند. شکل ۷ این کاربیدها همراه با آنالیز EDS را نشان می‌دهد.

مسیر رشد ترک دندانه‌دار و پرپیچ و خم، موجب بسته شدن ترک ناشی از زبری می‌گردد. بنابراین، تغییرات اندازه، نوع و مورفولوژی رسوبات ۷ و کاربیدی، اثر بسته شدن ترک را تغییر می‌دهد، در نتیجه، نرخ رشد ترک را تحت تأثیر قرار می‌دهد.

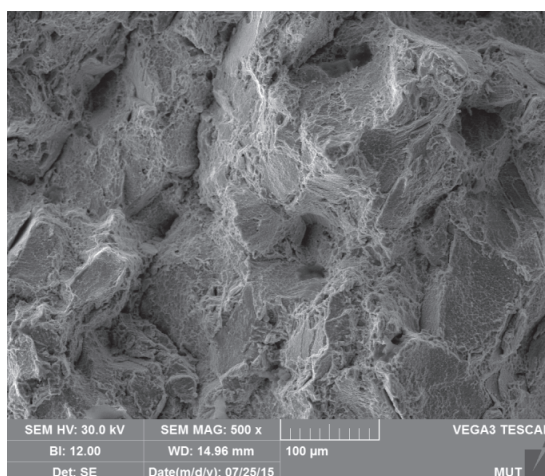
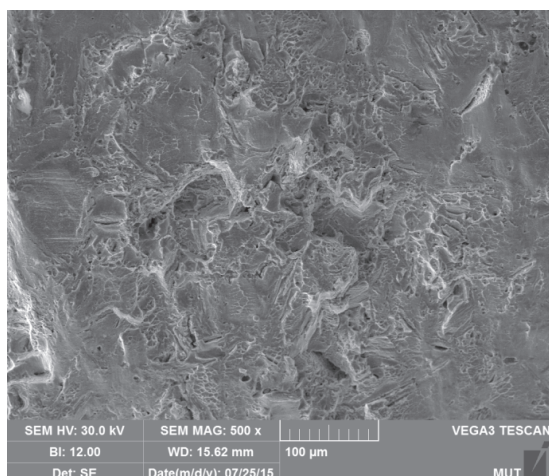
مکانیزم پیشنهادی دیگر جهت بهبود عمر خستگی آلیاژ با افزودن عنصر بور را می‌توان به افزایش استحکام مرزدانه‌ها مرتبط دانست. افزایش استحکام مرزدانه‌ای سبب کاهش تمایل ترک خوردن مرز دانه‌ها در دماهای بالا می‌شود. مشاهدات تصاویر سطح شکست در شکل ۶-الف برای آلیاژ حاوی زیرکونیم، رشد ترک بین دانه‌ای را نشان می‌دهد، همچنین می‌توان ترک‌های ثانویه را در طول مرز دانه‌ها مشاهده کرد. کاهش عمر خستگی در حضور زیرکونیم می‌تواند به تشکیل کاربیدهای سخت صفحه‌ای MC ناشی از افزودن Zr که یک فصل مشترک غیرکوهیرنت با زمینه و مرزدانه‌ها دارند [۲۱]، نیز مرتبط باشد. این کاربیدها می‌توانند مکان‌های شروع و تکثیر میکروتراک‌ها را فراهم کنند. فازهای کاربیدی به محض اینکه کرنش کافی توسط لغزش فراهم شود، به آسانی در فصل مشترک، غیرکوهیرنت می‌شود و دمیل‌های طولی (شکل ۶-الف) را در مرز دانه‌ها و صفحات کریستالوگرافی باقی می‌گذارد. رسوبات کاربیدی با فصل

### ج) بررسی اثر بور و زیرکونیم بر خستگی

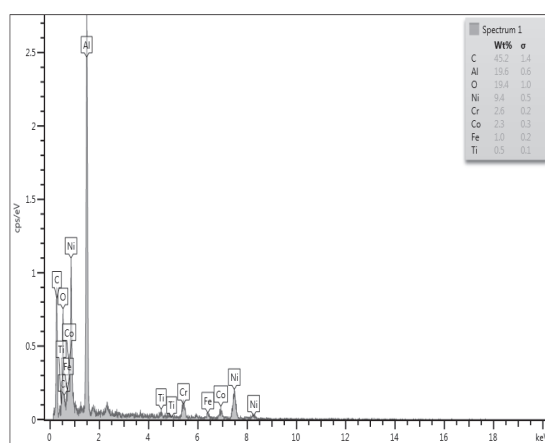
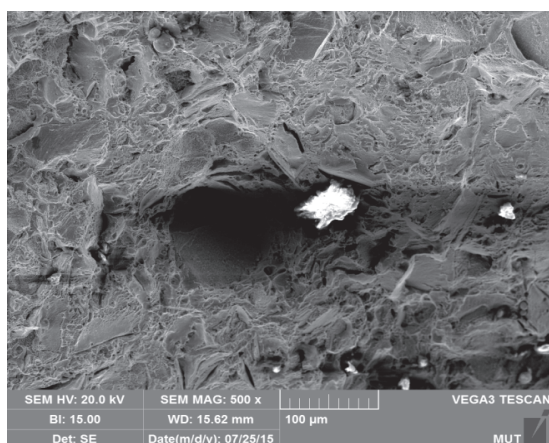
شکل ۴ نشان می‌دهد که با افزایش زیرکونیم عمر خستگی آلیاژ کاهش می‌یابد. مسیر شکست در آلیاژ Z و B در شکل ۵ نشان داده شده است. نمونه حاوی زیرکونیم، مسیر شکست نسبتاً راست و مستقیمی دارد، در حالیکه برای نمونه حاوی بور، مسیر شکست ناصاف و پر پیچ و خم می‌باشد. هنگامیکه لغزش در طول یک گروه از صفحات {۱۱۱} به گروه دیگر تغییر می‌کند، مسیرهای رشد ترک دندانه‌دار می‌شوند [۲۵]. قابل مشاهده است که رخبرگی‌های کریستالوگرافی (crystallographic facets) حین رشد ترک همانطور که در شکل ۵-ب نشان داده شده است، شکل می‌گیرند و باعث مسیر رشد زیگزاگ می‌شوند. با این وجود، رخبرگی‌های کریستالوگرافی در آلیاژ حاوی زیرکونیم مشاهده نمی‌شوند که در شکل ۵ الف نشان داده شده است. اختلاف خصوصیات سطوح شکست بین نمونه‌ها مربوط به خصوصیات ریزساختاری مانند رسوبات ۷ و کاربیدهای MC است.

الف) رسوبات ۷: همانطور که بیان شد رسوبات ۷ با مورفولوژی مشابه مکعبی در نمونه حاوی بور (با متوسط اندازه ۲۰۰ nm) نسبت به نمونه حاوی زیرکونیم (با متوسط اندازه ۲ μm) دارای اندازه ریزتر می‌باشد (شکل ۳). اندرکنش بین فاز ۷ و نابیجایی‌ها در ناحیه پلاستیک جلوی نوک ترک، مسیر رشد ترک را تحت تأثیر قرار می‌دهد. در حالت کلی رسوبات کوچک ۷، توسط نابیجایی‌ها بریده می‌شوند و نابیجایی‌ها با تشکیل حلقه اروان از رسوبات بزرگ ۷ عبور می‌کند. از نقطه نظر هندسی، مدل برش برای تشکیل رخبرگی‌های کریستالوگرافی مفید است. بنابراین، گذر از حالت برش به حالت عبور (ناشی از درشت شدن فاز ۷) منجر به صاف و هموار شدن مسیر شکست می‌گردد [۲۷].

ب) کاربید MC: تجمع نابیجایی‌ها در نزدیکی فازهای درشت



الف  
شکل ۶. سطح شکست سوپر آلیاژ Nimonic 105 پس از آزمایش خستگی کم چرخه در دمای ۷۵۰°C در دامنه کرنش ۰/۸ (الف) آلیاژ Z (ب) آلیاژ B.



الف  
شکل ۷. سطح شکست و آنالیز EDS از رسوبات آلیاژ Z پس از آزمایش خستگی کم چرخه در دمای ۷۵۰°C در دامنه کرنش ۰/۸.

حفرات با اندازه‌های کوچکتر پایدار باشند و در نتیجه تنش لازم برای تشکیل حفرات کاهش می‌یابد. اما افزایش میزان بور در مرز دانه‌ها همراه با ممانعت از حضور اکسیژن، سبب افزایش انرژی پیوند بین اتمها می‌گردد و در نتیجه تشکیل حفرات در تنش‌های بالاتر امکانپذیر می‌باشد [۲۸].

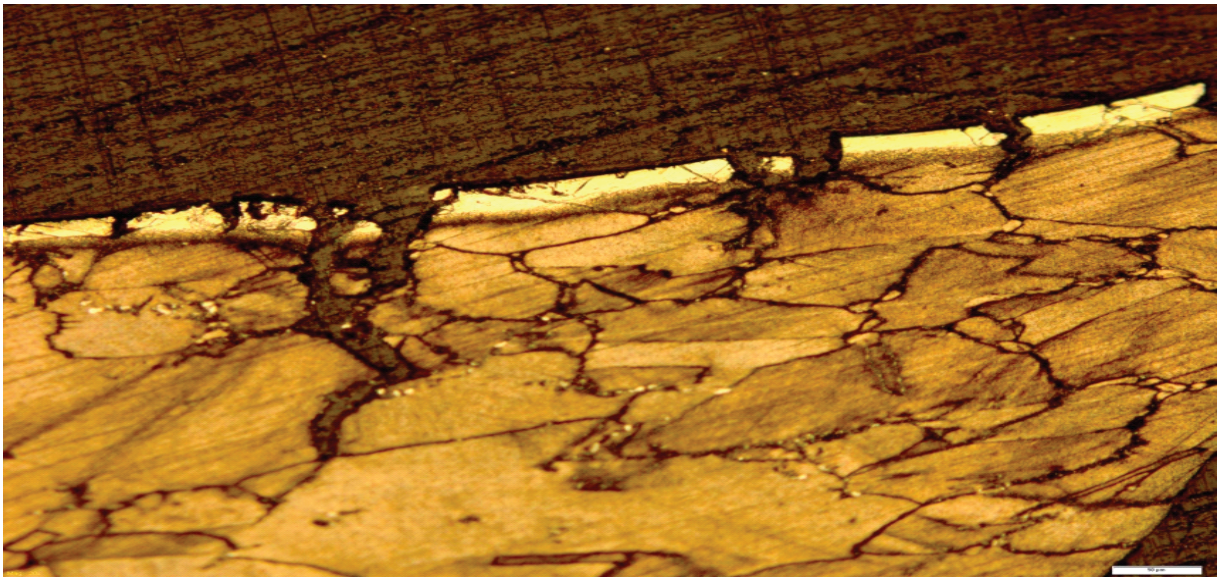
#### ۴. نتیجه گیری

در حضور عنصر بور در مقایسه با عنصر زیرکونیوم، اندازه دانه از ۷۸ میکرومتر به ۹۰ میکرومتر افزایش می‌یابد با این وجود با افزایش میزان بور، دوقلویی در ساختار به مراتب افزایش می‌یابد که افزایش میزان دوقلویی همانند مرز دانه‌ها در برابر حرکت نابجایی‌ها ممانعت به عمل آورده و سبب افزایش استحکام آلیاژ می‌گردد.

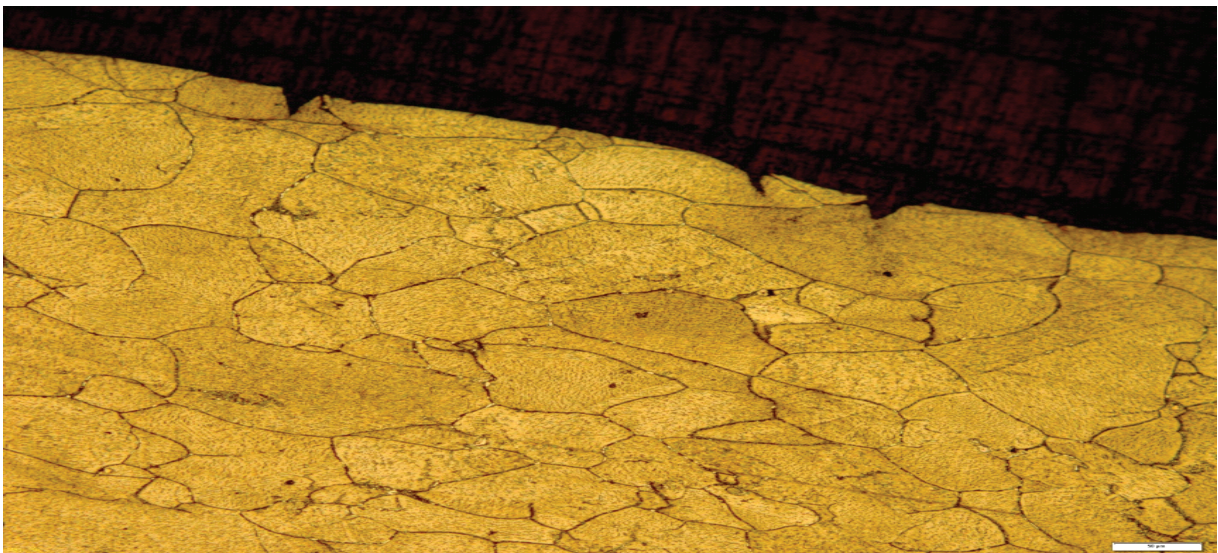
زیرکونیوم سبب تشکیل رسوبات ZrC در درون دانه و مرز دانه‌ها می‌گردد. رسوبات ترد ZrC در مرز دانه‌ها از حرکت

مشترک غیر کوهیرنت، انتشار ترک را تسریع نموده و احتمال تغییر جهت انتشار ترک را کاهش می‌دهد (شکل ۵ الف). اما برای نمونه حاوی بور شکست درون دانه‌ای با شیارهای خستگی مشاهده می‌شود (شکل ۶-ب). بررسی‌های سطح مقطع نیز (شکل ۸) از نمونه‌ها نشان می‌دهد که با افزایش میزان بور نوع شکست از بین دانه‌ای به درون دانه‌ای تغییر می‌کند که نشان می‌دهد مرز دانه‌ها در حضور بور مقاومت بیشتری نسبت به ترک بین دانه‌ای دارند. و از آنجا که سرعت رشد ترک‌های بین دانه‌ای به مراتب بسیار بیشتر از سرعت رشد ترک درون دانه‌ای می‌باشد با افزودن بور عمر خستگی آلیاژ افزایش می‌یابد. علاوه بر نوع شکست، وجود ترکهای ثانویه متعدد در سطح نمونه‌ی بدون بور (شکل ۶ الف و ۸ الف) نشان می‌دهد که عنصر بور همچنین بر جوانه‌زنی حفرات و تشکیل ترک موثر است. بور مانع از حضور اکسیژن در مرز دانه‌ها می‌گردد. در عدم حضور بور، حضور اکسیژن در مرز دانه‌ها و تشکیل فصل مشترک‌هایی با انرژی پیوندی ضعیف سبب می‌شود





الف



ب

شکل ۸. سطح مقطع سوپر آلیاژ Nimonic 105 پس از آزمایش خستگی کم چرخه در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  در دامنه کرنش  $0.8/\text{الف}$  آلیاژ B (ب) آلیاژ B

در حضور بور نوع شکست از بین دانه‌ای به درون دانه‌ای تغییر می‌کند که نشان می‌دهد؛ مرز دانه‌ها در حضور بور مقاومت بیشتری نسبت به ترک بین دانه‌ای نشان داده‌اند. در حضور بور در مقایسه با عنصر زیرکونیم، ترک‌های ثانویه در سطح نمونه کاهش می‌یابد که منجر به بهبود عمر خستگی آلیاژ می‌گردد.

مرز دانه‌ها و رشد جلوگیری کرده و سبب کاهش اندازه دانه آلیاژ حاوی زیرکونیم می‌گردد. همچنین این رسوبات با فصل مشترک غیر کوهیرنت انتشار ترک را تسریع نموده و احتمال تغییر جهت ترک را کاهش می‌دهد. در حضور بور به دلیل افزایش مراکز جوانه‌زنی و کاهش مسیر نفوذ، رشد رسوبات  $\gamma'$  کاهش می‌یابد. مسیر رشد ترک دنداندار و پریپیچ و خم شده که ناشی از کاهش اندازه رسوبات  $\gamma'$  بوده و منجر به افزایش عمر خستگی آلیاژ با افزایش بور می‌شود.

## References

- [1] Y. Xu and C. Yang, "Strengthening behavior of Al and Ti elements at room temperature and high temperature in modified Nimonic 80A", *Materials Chemistry and Physics*, 134, 2012, 706-715.
- [2] M. Dusic, "Void formation in Nimonic 105 superalloy at high temperature and stress", *Materials Science and Technology*, 2, 1986, 559-563.
- [3] V. Seetharaman and K. Bhanu, "Precipitation and Tensile Deformation Behaviour of a Nimonic 105 Superalloy", *Acta Metallurgica*, 35, 1987, 565-575.
- [4] K. K. Sharma, D. Banerjee and S. N. Tewari, "Effect of Reverse-aging Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Nimonic Alloys", *Materials Science and Engineering A*, 104, 1988, 131-140.
- [5] R. Viswanathan, «Damage Mechanisms and Life Assessment of High Temperature Components», ASM International, 1989.
- [6] E. Andrieu, G. Hochstetter, R. Molins and A. Pineau, «Intergranular Crack Tip Oxidation Mechanisms in Nickel-Based Superalloy», *Materials Science and Engineering*, 154, 1992, 21-28.
- [7] H. Ghonem and D. Zheng, «Depth of intergranular oxygen diffusion during environment-dependent fatigue crack growth in alloy 718», *Materials Science and Engineering*, 150, 1992, 151-160.
- [8] K. C. Antony, and J. F. Radavich, «Solute Effects of Boron and Zirconium on Microporosity», *Superalloys*, 1976, 137-146.
- [9] Z. Hu, H. Song, S. Guo, and W. Sun, «Role of P, S and B on Creep Behavior of Alloy 718», *Materials Science & Technology*, 17, 2001, 399-402.
- [10] H.E. Huang, and C.H. Koo, «Effect of Zirconium on Microstructure and Mechanical Properties of Cast Fine-Grain CM 247 LC Superalloy», *Materials Transactions*, 45, 2004, 554-561.
- [11] B.C. Yan and J. Zhang, «Effect of Boron Additions on the Microstructure and Transverse Properties of a Directionally Solidified Superalloy», *Materials Science and Engineering A*, 474, 2008, 39-47.
- [12] S. Floreen and J. M. Davidson, «The Effects of B and Zr on The Creep and Fatigue Crack Growth Behavior of a Ni-Base Superalloy», *Metallurgical Transactions A*, 14, 1983, 895-901.
- [13] J. Gayda and T.P. Gabb, «Fatigue Crack Propagation of Nickel-Base Superalloys at 650°C», *Low cycle fatigue*, ASTM ST942, 1988, 293-309.
- [14] Xiao, L., D. L. Chen, and M. C. Chaturvedi, «Effect of boron and carbon on thermomechanical fatigue of IN 718 superalloy: Part I. Deformation behavior», *Materials Science and Engineering A*, 437, 2006, 157-171.
- [15] L. Xiao, M. C. Chaturvedi, and D. L. Chen, «Effect of boron on the low-cycle fatigue behavior and deformation structure of INCONEL 718 at 650°C», *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35, 2004, 3477-3487.
- [16] L. Xiao, M. C. Chaturvedi, and D. L. Chen, "Low-cycle fatigue behavior of INCONEL 718 superalloy with different concentrations of boron at room temperature", *Metallurgical and materials Transactions A*, 36, 2005, 2671-2684.
- [17] L. Xiao, D. L. Chen, and M. C. Chaturvedi, "Effect of boron on fatigue crack growth behavior in superalloy IN 718 at RT and 650°C." *Materials Science and Engineering A* 428.1 (2006): 1-11.
- [18] L. Xiao, D. L. Chen, and M. C. Chaturvedi, "Effect of boron and carbon on thermomechanical fatigue of IN 718 superalloy: Part I. Deformation behavior", *Materials Science and Engineering A*, 437, 2006, 157-171.
- [19] V. Seetharaman, "Precipitation and tensile deformation behaviour of a nimonic 105 superalloy", *Acta Metallurgica*, 35, 1987, 565-575.
- [20] J. Zhang, , and R. F. Singer. "Effect of Zr and B on castability of Ni-based superalloy IN792", *Metallurgical and materials Transactions A*, 35, 2004, 1337-1342.
- [21] T. Fedorova, J. Rosler, B. Gehrman and j. klower, "influence of B and Zr on microstructure and mechanical properties of alloy 718", *superalloy 718 and derivatives*, 2010, 837-846.
- [22] P.J. Zhou, J. J. Yu, X. F. Sun, H. R. Guan, and Z. Q. Hu, "The role of boron on a conventional nickel-based superalloy", *Materials Science and Engineering A*, 491, 2008, 159-163.
- [23] C. Wang, Y. Guo, J. Guo and L. Zhou "Microstructural stability and mechanical properties of a boron modified Ni-Fe based superalloy for steam boiler applications", *Materials Science and Engineering A*, 639, 2015, 380-388.
- [24] J. Dahal, K. Maciejewski, and H. Ghonem. "Loading frequency and microstructure interactions in intergranular fatigue crack growth in a disk Ni-based superalloy", *International Journal of Fatigue*, 57, 2013, 93-102.
- [25] L. Wang, S. Wang, X. Song, Y. Liu, and G. Xu, G. "Effects of precipitated phases on the crack propagation behaviour of a Ni-based superalloy" *International Journal of Fatigue*, 62, 2014, 210-216.
- [26] S. K. Hwang, H. N. Lee, and B. H. Yoon, "Mechanism of cyclic softening and fracture of an Ni-Base  $\gamma'$ -Strengthened alloy under low-Cycle fatigue", *Metallurgical Transactions A* 20, 1989, 2793-2801.
- [27] D. D. Krueger, D. A. Stephen, and H. V. Robert, "Effects of grain size and precipitate size on the fatigue crack growth behavior of alloy 718 at 427°C", *Metallurgical transactions A*, 18, 1987, 1431-1449.
- [28] H. Ghonem, and D. Zheng, "Depth of intergranular oxygen diffusion during environment-dependent fatigue crack growth in alloy 718", *Materials Science and Engineering A*, 150, 1995, 151-160.