

Research Paper

Effects of Temperature and Time of secondary solution heat treatment on γ' phase distribution of GTD-111 polycrystalline superalloy

Mehrdad Tavakkoli¹, *Masumeh seifollahi², Seyed Mahdi Abbasi³, Seyed Mahdi Ghazi Mir Saeed¹

1- MSc., School of Metallurgy & Materials Engineering, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran.

2- Assistant Professor, School of Metallurgy & Materials Engineering, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran.

3- Associate Professor, School of Metallurgy & Materials Engineering, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran.

Citation: Tavakkoli M, seifollahi M, Abbasi S.M, Ghazi Mir Saeed S.M. Effects of Temperature and Time of secondary solution heat treatment on γ' phase distribution of GTD-111 polycrystalline superalloy. Metallurgical Engineering 2019; 22(1): 42-51 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2019.91879.1205>

doi: <http://dx.doi.org/10.22076/me.2019.91879.1205>

ABSTRACT

The creation of γ' phase uniform distribution is very important on the performance of superalloys. The addition of secondary solution annealing stage to the conventional heat treatment process of the GTD-111 polycrystalline superalloy which is one of the useful industrial superalloys can lead to improving the microstructure of this alloy by decreasing the amount of eutectic phase and increasing the volume percent and modifying distribution of γ' phase. In this article, the effects of temperatures of 960, 980 and 1000 °C and times of 1, 2, 4 and 8 hrs on the microstructure of GTD-111 superalloy are investigated. Microstructural investigations by OM and SEM methods show the secondary solution heat treatment at temperature of 980 °C for 4 hrs leads to improving the microstructure with respect to decreasing the eutectic phase amount to 4 volume percent and increasing the γ' strengthening phase volume percent to 54%. Also, the morphology of γ' phase after this heat treatment is cuboidal with unimodal and homogenous distribution in the matrix phase. The microstructures of GTD-111 heat treated at other temperatures and times are discussed in the article.

Keywords: GTD-111 superalloy, secondary solution heat treatment, γ' phase distribution, eutectic phase.

Received: 13 August 2018 | Accepted: 11 May 2019

■ ■
* Corresponding Author:

Masumeh seifollahi, PhD

Address: School of Metallurgy & Materials Engineering, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran.

Tel: +98 (9127757083)

E-mail: m_seifollahi@alumni.iust.ac.ir

اثر دما و زمان آنیل انحلالی ثانویه بر توزیع رسوبات γ' در سوپرآلیاژ ریختگی GTD-111

مهرداد توکلی^۱، *معصومه سیف اللهی^۲، سید مهدی عباسی^۳، سیدمهدی قاضی میرسعید^۱

۱- کارشناس ارشد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

۲- استادیار، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

۳- دانشیار، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

چکیده

ایجاد توزیعی یکنواخت از رسوبات γ' در سوپرآلیاژهای پایه نیکل از اهمیت بالایی برخوردار است. افزودن عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه به عملیات حرارتی مرسوم سوپرآلیاژ پلی کریستال GTD-111 که یکی از سوپرآلیاژهای پرکاربرد صنعتی است، از راههای ایجاد توزیع یکنواخت و افزایش کسر حجمی رسوبات فاز γ' است. در این تحقیق، اثر دمای آنیل انحلالی ثانویه در دماهای ۹۶۰، ۹۸۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد و زمانهای ۱، ۲، ۴ و ۸ ساعت بر ریزساختار سوپرآلیاژ پلی کریستال GTD-111 مورد بررسی قرار گرفته است. بررسی‌ها توسط میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی نشان داد که آنیل انحلالی ثانویه در دمای ۹۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت، سبب بهبود ریزساختار از جهت کاهش مقدار فاز مضر یوتکتیک به حدود ۴ درصد حجمی و بهبود توزیع و افزایش درصد حجمی فاز استحکام‌بخش γ' به حدود ۵۴ درصد حجمی می‌شود. مورفولوژی فاز γ' به دست آمده در این شرایط، مورفولوژی مطلوب مکعبی با توزیع یگانه و یکنواخت می‌باشد و این موارد از جمله تغییرات مطلوب ریزساختاری در سوپرآلیاژها هستند. در این مقاله جنبه‌های ریزساختاری GTD111 در تمام دماها و زمانهای آنیل انحلالی ثانویه مورد بحث و بررسی قرار گرفته است.

واژه‌های کلیدی: سوپرآلیاژ GTD-111، عملیات آنیل انحلالی ثانویه، توزیع رسوبات فاز γ' ، فاز یوتکتیک.

دریافت: ۱۳۹۷/۵/۲۲ | پذیرش: ۱۳۹۸/۲/۲۱

۱. مقدمه

کنترل دقیق پارامترهای فرآیند همانند دما و زمان عملیات آنیل انحلالی اولیه و ثانویه، سرعت سرد شدن از دمای آنیل و نیز دما و زمان عملیات پیرسازی از اهمیت بسیار بالایی برخوردار هستند [۱، ۶، ۷، ۸].

با توجه به این که کاربرد سوپرآلیاژ GTD-111 در سال‌های اخیر افزایش یافته است [۴ و ۹] و اطلاعات اندکی از بهسازی عملیات حرارتی این آلیاژ در منابع موجود است، بررسی تأثیر پارامترهای عملیات حرارتی این آلیاژ بر روی ریزساختار آن و بهینه‌سازی این پارامترها می‌تواند منجر به توسعه زمینه‌های کاری [۱۰ و ۱۱] این آلیاژ شود. در سوپرآلیاژ GTD-111 به علت حضور عناصر سنگین، درصدی از فاز یوتکتیک حتی پس از عملیات همگن‌سازی باقی می‌ماند که در مرحله آنیل اولیه قابل حذف نیست [۱۱]. همین مقدار یوتکتیک افت خواص مکانیکی را در بر خواهد داشت [۱۲]. با ایجاد یک مرحله آنیل انحلالی ثانویه می‌توان بخشی از فاز یوتکتیک را حذف کرد و علاوه بر آن پتانسیل بیشتری برای رسوب فاز γ' فراهم کرد [۹ و ۱۳].

سوپرآلیاژ GTD-111 آلیاژی از خانواده سوپرآلیاژهای پایه نیکل است که استحکام خود را علاوه بر استحکام ناشی از محلول جامد از ایجاد رسوبات سخت γ' در حین عملیات حرارتی پیرسازی به دست می‌آورد. این آلیاژ دارای خواص خوردگی و مکانیکی مطلوبی در دمای بالا است و به همین دلیل امروزه به یکی از پرکاربردترین سوپرآلیاژهای موجود در صنعت تبدیل شده است [۴-۱]. این آلیاژ ترکیبی مشابه با سوپرآلیاژهای IN738 و Rene80 دارد و تنها تفاوت آن با ترکیب Rene80 در میزان کربن، تانتالوم و مولیبدن است که منجر به بهبود مقاومت به خوردگی داغ این آلیاژ شده و خواص دیگر آن مشابه سوپرآلیاژهای مذکور است [۵].

مراحل عملیات آنیل انحلالی و پیرسازی از اصلی‌ترین مراحل تولید سوپرآلیاژهای مختلف و از جمله سوپرآلیاژ GTD-111 می‌باشند. در این مراحل از عملیات حرارتی، جهت دستیابی به خواص مکانیکی و ساختاری مورد نظر، انتخاب و

* نویسنده مسئول:

دکتر معصومه سیف اللهی

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

تلفن: (۹۱۲۷۷۵۷۰۸۳) ۰۹۸+

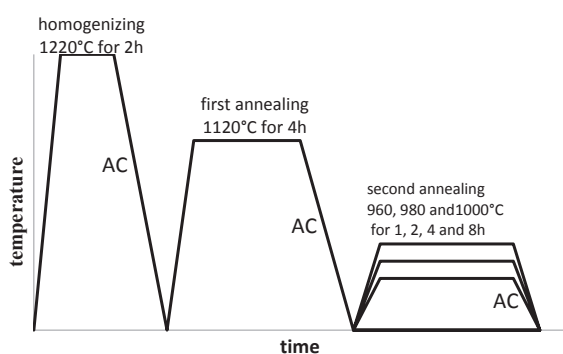
پست الکترونیکی: m_seifollahi@alumni.iust.ac.ir

جدول ۱. ترکیب شیمیایی استاندارد سوپرآلیاژ GTD-111 و ترکیب شمش پروژه (بر حسب درصد وزنی)

Ni	B	C	Ta	Ti	Al	W	Mo	Co	Cr	عنصر آلیاژی
Balanced	0/01	0/1	2/9	4/8	3/2	1/5	1/3	9/9	13/5	آلیاژ تهیه شده در این پژوهش
Balanced	0/01	0/1	3/15	5/0	3/0	3/8	1/5	9/5	14/1	ترکیب استاندارد

جدول ۲. محلول‌های اجانت مورد استفاده

نحوه اچ	ترکیب محلول	توضیحات
غوطه‌وری	10ml Hcl, 50 ml CuSO_4 , 50ml H_2O	زمان اچ ۱۵-۱۰ ثانیه
الکترو اچ	37mL H_3PO_4 , 56 ml glycerol, 7mL H_2O	۶ ولت - ۸ ثانیه



شکل ۱. سیکل عملیات حرارتی اعمالی بر GTD111 در این پژوهش

آنیل انحلالی ثانویه بر توزیع و کسر حجمی رسوبات فاز γ' و همچنین عرض کانال فاز زمینه موثر است. اثر آنیل انحلالی ثانویه در سوپرآلیاژ IN738 که مشابهت با GTD 111 دارد؛ نسبتاً جامع بررسی شده است [۱۵، ۱۱، ۱۴]. ولی در سوپرآلیاژ GTD111 بسیار محدود بررسی شده که نیاز به تحقیق بیشتری دارد. با توجه به کاربرد زیاد GTD-111 در صنعت، اصلاح ریزساختار تأثیر بسزایی در افزایش کارایی این آلیاژ خواهد داشت. در پژوهش حاضر به بررسی عملیات حرارتی "آنیل انحلالی ثانویه" یا "پیرسازی اولیه" بر مشخصات ریزساختاری سوپرآلیاژ GTD-111 پرداخته شده و در نهایت مناسب‌ترین دما و زمان برای این عملیات حرارتی معرفی شده است.

۲. مواد و روش تحقیق

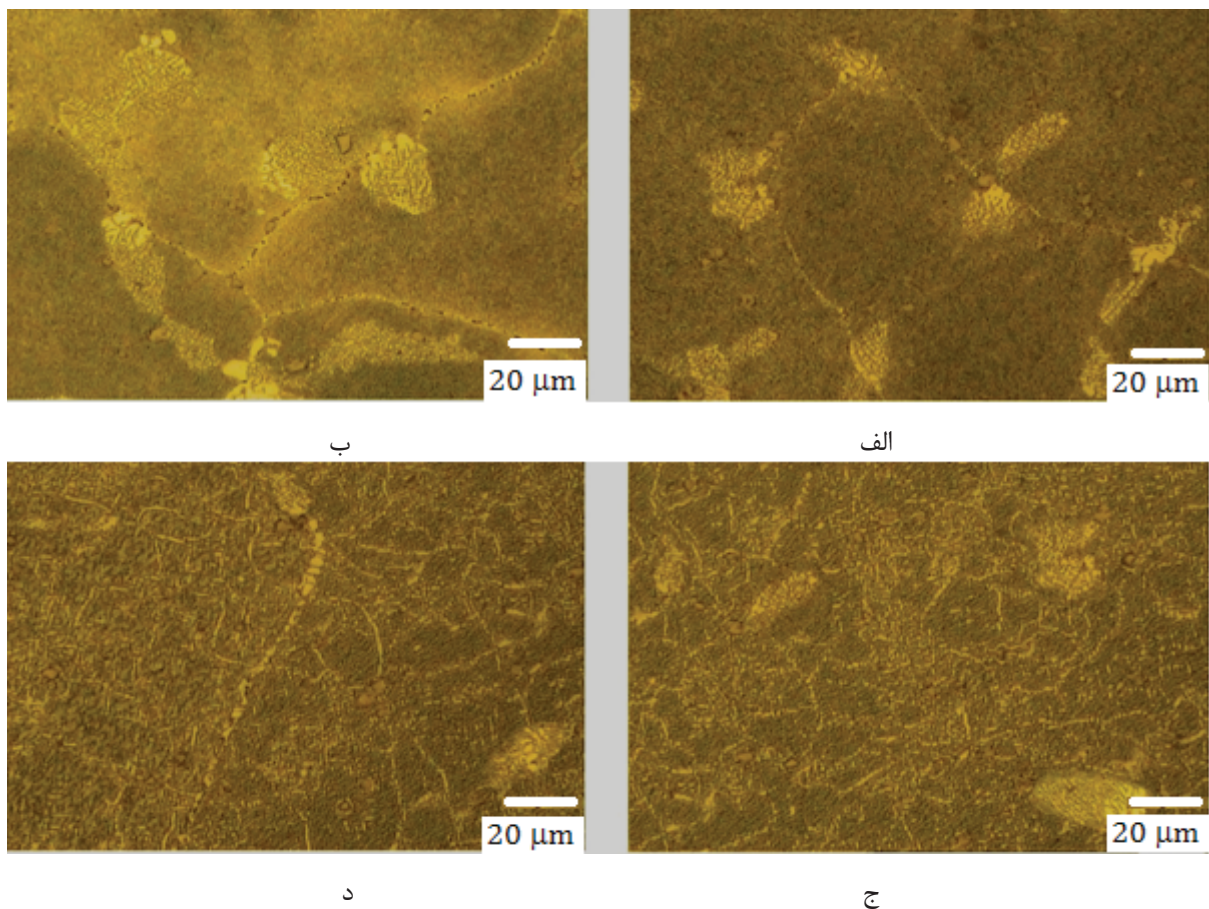
شمش ریخته‌گری پلی کریستال سوپرآلیاژ GTD-111 به روش ذوب القایی در خلأ (VIM) تهیه شده است. ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ تهیه شده، با استفاده از دستگاه کوانتومتر (مدل Vario lab شرکت Benek) اندازه‌گیری شد. ترکیب شیمیایی آلیاژ تهیه شده در این پژوهش در مقایسه با ترکیب استاندارد در جدول ۱ آمده است. همانطور که مشاهده می‌شود؛ ترکیب مطابقت با ترکیب استاندارد دارد.

نمونه‌ها مطابق با سیکل عملیات حرارتی اشاره شده در شکل ۱ تحت عملیات حرارتی همگن‌سازی، آنیل انحلالی اولیه و آنیل انحلالی ثانویه در دما و زمان مختلف قرار گرفتند. محدوده‌ی دماهای عملیات حرارتی با توجه به استاندارد آلیاژ، منحنی TTP و نتایج ذکر شده در مراجع [۱۱، ۲، ۱۶] در خصوص ویژگی‌های فاز گام‌پرایم و ریزساختار آلیاژ و همچنین تحقیقات نویسندگان مقاله [۱۷] انتخاب شدند. به منظور بررسی ریزساختار، نمونه‌ها پس از سنباده‌زنی و پولیش با محلول سوسپانسیون آلومینای ۰/۳ میکرون، با محلول‌های اچ مختلف معرفی شده در جدول ۲ حکاکی شدند. در برخی موارد نیاز به الکترواچ بود که شرایط آن در جدول بیان شده است. جهت انجام الکترو اچ از یک دستگاه مولد جریان مستقیم آزمایشگاهی بانام تجاری Megatak مدل MP-3005 با دقت تنظیم ولتاژ ۰/۷۱ و جریان ۰/۰۱ آمپر استفاده شد.

ریزساختار نمونه‌های آماده‌سازی شده از طریق میکروسکوپ نوری مدل Olympus و سپس میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل Tescann تهیه گردیده است؛ همچنین برای آنالیز کمی نتایج متالوگرافی، از نرم‌افزار Celemex استفاده شده است. برای اندازه‌گیری رسوبات مکعبی، طول ضلع مربع، و برای رسوبات کروی قطر دایره اندازه‌گیری شد. به طوری که برای هر مورد حداقل اندازه ۱۰۰ ذره از آن نمونه اندازه‌گیری و بررسی شده است.

۳. نتایج و بحث

عملیات آنیل انحلالی ثانویه در دماهای ۹۶۰، ۹۸۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱، ۲، ۴ و ۸ ساعت روی نمونه‌های همگن‌سازی شده، اعمال شده است. هدف از عملیات آنیل انحلالی ثانویه، رشد و توزیع مناسب رسوبات فاز γ' کاهش عرض کانال فاز زمینه و میزان فاز یوتکتیک باقیمانده، به منظور فراهم آوردن پتانسیل بالاتر برای رسوب فاز γ' ثانویه است. بر این اساس با توجه به منحنی TTP آلیاژ GTD111 [۱۶] و محدوده‌ی تشکیل و انحلال فازهای کاربیدی، γ' و فاز مضر سیگما، محدوده‌ی دمایی ۹۶۰-۱۰۰۰ درجه‌ی سانتیگراد در این پژوهش انتخاب و بررسی گردید. به عنوان نمونه، تصاویر میکروسکوپ نوری به دست‌آمده از عملیات آنیل انحلالی ثانویه در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت زمان‌های

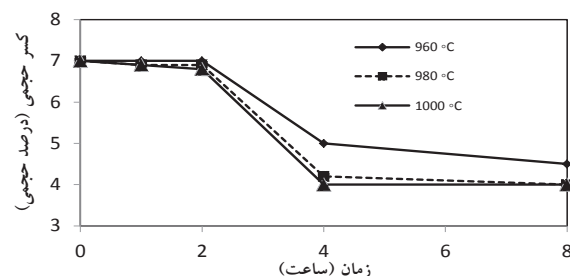


شکل ۲. تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار سوپرآلیاژ GTD-111 که تحت عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد قرار گرفته است. الف- ۱ ساعت؛ ب- ۲ ساعت؛ ج- ۴ ساعت؛ د- ۸ ساعت

اندازه فاز یوتکتیک با افزایش زمان و دمای انجام عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه می‌باشد. پس از زمان ۱ و ۲ ساعت، میزان فاز یوتکتیک تغییر چندانی نسبت به مراحل قبلی عملیات حرارتی یعنی مراحل آنیل انحلالی و همگن‌سازی نداشته است؛ توجه به اینکه این فرآیند توسط نفوذ کنترل می‌شود و نفوذ وابسته به زمان است؛ لذا احتمالاً به دلیل عدم فراهم آمدن انرژی فعالسازی نفوذی، میزان فاز یوتکتیک تا ۲ ساعت، تغییر چندانی نداشته است. مقدار این فاز در زمان ۱ و ۲ ساعت، پس از بررسی‌های کمی در حدود ۷ درصد تعیین شده است و اندازه میانگین این فاز در ساختار نیز در حدود ۲۵ میکرومتر است و به نظر می‌رسد که زمان‌های ۱ و ۲ ساعت برای ایجاد تغییرات مطلوب و مشخص در ریزساختار از قبیل کاهش فاز یوتکتیک ناکافی است. کاهش فاز یوتکتیک به دلیل ایجاد پتانسیل برای رسوب مقادیر بیشتری از ذرات γ' در مراحل بعدی عملیات حرارتی مفید است و علاوه بر کاهش اثر مضر یوتکتیک بر خواص مکانیکی [۱۳]، از این طریق نیز خواص آلیاژ را بهبود می‌بخشد [۱۸].

اندازه و درصد حجمی این فاز در بیشترین زمان یعنی زمان ۸ ساعت در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به ترتیب

۱، ۲، ۴ و ۸ ساعت در شکل ۲ ارائه شده است. مرزخانه‌های آستنیت، فاز زمینه و یوتکتیک در تصاویر مشخص است. از جمله مهمترین تغییرات در این تصاویر، تغییر میزان فاز یوتکتیک با زمان آنیل است. درصد فاز یوتکتیک در تمام دماها و زمان‌های آنیل انحلالی ثانویه اندازه‌گیری و در شکل ۳ گزارش شده است.



شکل ۳. تغییرات کسر حجمی فاز یوتکتیک بر حسب زمان در دماهای مختلف آنیل انحلالی ثانویه

یکی از روندهایی که با افزایش زمان عملیات حرارتی در هر سه دما مشاهده می‌شود، کاهش کسر حجمی و همچنین

جدول ۳. خلاصه‌ای از فازهای تشکیل شده در شرایط مختلف آنیل انحلالی ثانویه

نام نمونه	نوع فاز	درصد حجمی (%)	اندازه میانگین (میکرومتر)
4-SSA-1000	کاربید (عمدتاً از نوع $M_{23}C_6$)	۳	۲-۴
	فاز یوتکتیک γ/γ'	۴	۸
	فاز رسوبی γ'	۵۰	۰/۷
4-SSA-980	کاربید (عمدتاً از نوع $M_{23}C_6$)	۳	۲-۴
	فاز یوتکتیک γ/γ'	۴	۸
	فاز رسوبی γ'	۴۸	۰/۶۵
4-SSA-960	کاربید (عمدتاً از نوع $M_{23}C_6$)	۳	۲-۴
	فاز یوتکتیک γ/γ'	۵	۱۰
	فاز رسوبی γ'	۴۴	۰/۵

به مقادیر ۴ درصد و ۷ میکرومتر رسیده است. کاهش کسر حجمی این فاز در ریزساختار سوپرآلیاژ GTD-111، پدیده مطلوبی به شمار می‌رود و یکی از اهداف انجام عملیات آنیل انحلالی ثانویه است، زیرا فاز یوتکتیک به دلیل استحکام پایین و ایجاد ناپیوستگی در توزیع فازهای رسوبی γ' در فاز زمینه، سبب افت خواص مکانیکی آلیاژ می‌شود [۱۴، ۱۹ و ۲۰]. انحلال یوتکتیک فرآیندی وابسته به نفوذ است [۲۱] و از آنجاییکه حاوی عناصر سنگین نظیر تنگستن است به دما و زمان بالا برای انحلال و حذف آن از ریزساختار نیاز دارد. لذا در زمان ۱ و ۲ ساعت تغییر قابل توجهی در کسر حجمی یوتکتیک مشاهده نمی‌شود.

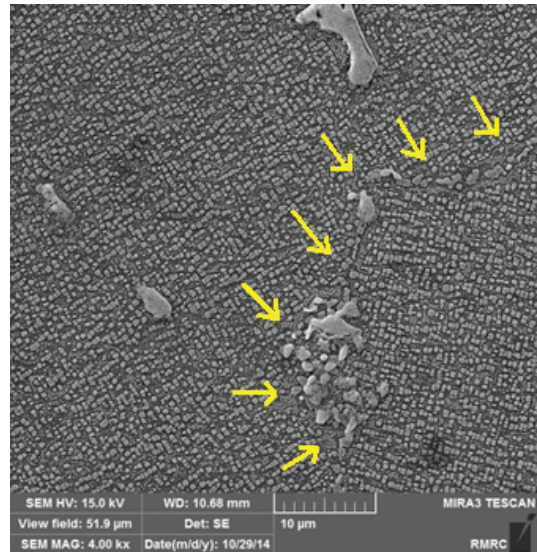
با توجه به شکل ۳، برای نمونه‌های آنیل شده در دمای ۹۶۰ و ۹۸۰ درجه سانتیگراد، درصد فاز یوتکتیک در ریزساختار آلیاژ، پس از گذشت زمان ۴ ساعت شروع به کاهش نموده است. همچنین کولونی‌های فاز γ' پس از گذشت زمان چهار ساعت در تمامی دماهای عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه (دماهای ۹۶۰، ۹۸۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد) در تصاویر میکروسکوپ نوری در حال ظهور هستند که این موضوع نشان‌دهنده مناسب بودن زمان حداقل چهار ساعت و احیاناً زمان‌های بالاتر از این مقدار برای انجام عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه در این دما است.

پیدایش کولونی‌های فاز γ' در تصاویر به دلیل رشد تدریجی فاز γ' موجود در ریزساختار آلیاژ به دلیل حرارت دادن در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد می‌باشد و پس از مدت زمان دو ساعت این کولونی‌ها در ریزساختار آلیاژ ظاهر شده‌اند. با افزایش زمان عملیات آنیل انحلالی ثانویه از دو به چهار ساعت (شکل ۲-ج)، کولونی‌های فاز رسوبی γ' اولیه به وضوح قابل مشاهده هستند و با افزایش زمان به ۸ ساعت، مقدار این کولونی‌ها افزایش بیشتری دارد (شکل ۲-د). این امر به دلیل نفوذی بودن فرآیند رشد ذرات γ' [۲۲] و نشان‌دهنده وابستگی آن به گذشت زمان می‌باشد که هم در این دما و هم در سایر دماهای عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه (دماهای

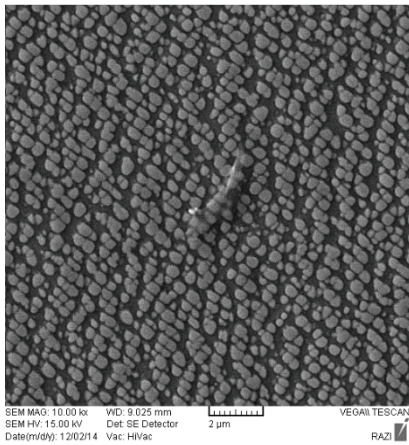
در بررسی‌های بعدی به مشاهدات کمی و کیفی دقیقتر فاز رسوبی γ' اولیه با استفاده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی پرداخته شده است. در شکل ۵، تصاویر میکروسکوپی الکترون روبشی نمونه‌هایی که در دمای ۱۰۰۰، ۹۸۰ و ۹۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ و ۸ ساعت تحت آنیل انحلالی ثانویه قرار گرفته‌اند؛ نشان داده شده‌اند. همانطور که در شکل ۵-الف مشخص است، پس از انجام عملیات آنیل انحلالی ثانویه به مدت چهار ساعت در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد، مورفولوژی رسوبات γ' به دلیل قرار گرفتن در معرض دمای نسبتاً بالای آنیل انحلالی ثانویه به مدت چهار ساعت از حالت مکعبی خارج شده است و در حالت نزدیک شدن به مورفولوژی مکعبی-هشت‌گوش می‌باشد. این نوع از مورفولوژی نسبت به مورفولوژی مکعبی، شکل مطلوبی به شمار نمی‌رود [۱۵] و سبب افت خواص مکانیکی سوپرآلیاژ در دمای بالا می‌شود و بهترین مورفولوژی گزارش شده از لحاظ افزایش خواص مکانیکی آلیاژ، مورفولوژی مکعبی می‌باشد [۲۴].

همانطور که در شکل ۵-د مشاهده می‌شود با افزایش زمان آنیل انحلالی ثانویه در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۸ ساعت، علاوه بر وجود مورفولوژی مکعبی-هشت‌وجهی،

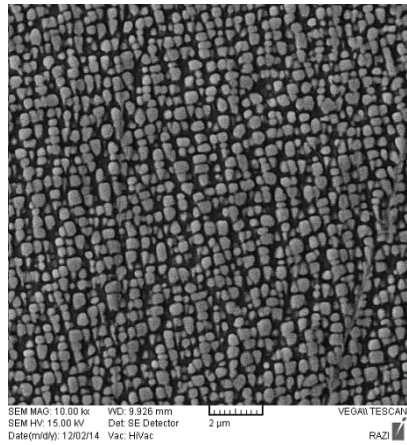
El	Line	Int	Error	K	Kr	W%	A%	ZAF
C	Ka	51.0	13.2646	0.0793	0.0580	18.79	64.67	0.3084
Ti	Ka	382.4	0.7498	0.2651	0.1936	1.98	1.39	0.9703
Cr	Ka	12.0	0.7498	0.0112	0.0082	46.20	10.55	0.9920
Co	Ka	2.1	0.8689	0.0035	0.0026	0.25	0.17	1.0522
Ni	Ka	13.8	0.8689	0.0291	0.0212	19.96	17.22	1.0750
Nb	La	219.3	8.3813	0.1183	0.0864	12.00	5.34	0.7199
Ta	La	52.9	0.8689	0.4935	0.3606	0.82	0.65	0.7803
				1.0000	0.7305	100.00	100.00	



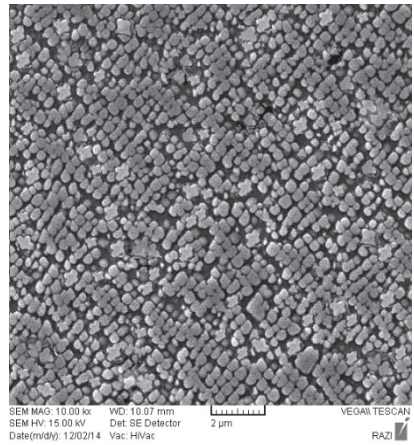
شکل ۴. وجود کاربیدهای $M_{23}C_6$ با توزیع خطی گسسته و آنالیز EDS در ریزساختار نمونه آنیل شده در دمای ۹۸۰ به مدت ۴ ساعت



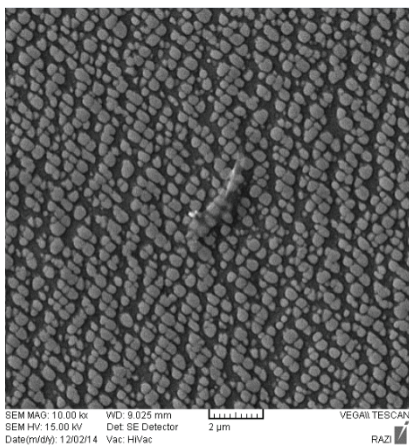
ج



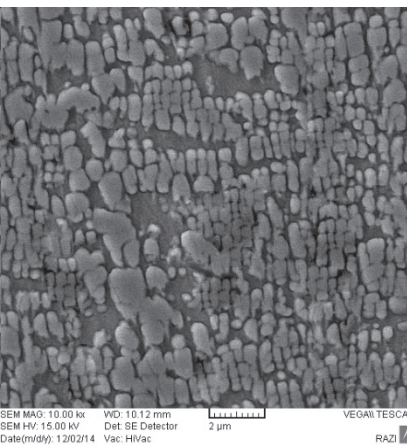
ب



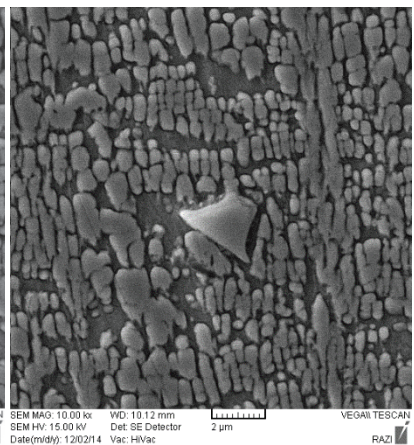
الف



و

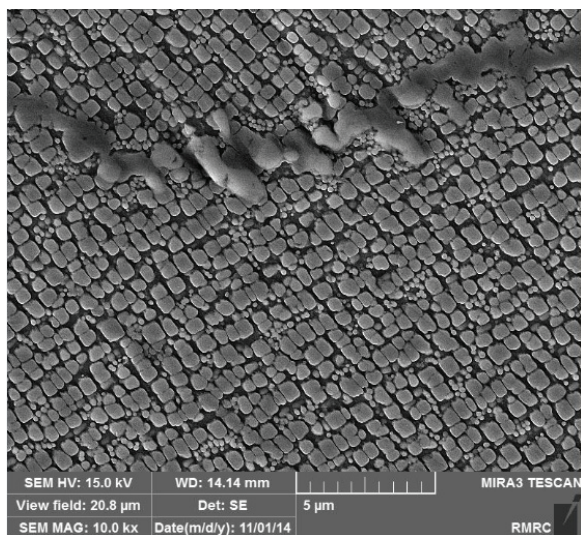


ه



د

شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی آلیاژ GTD111 پس از آنیل انحلالی در شرایط الف) ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد و ۴ ساعت، ب) ۹۸۰ درجه سانتیگراد و ۴ ساعت، ج) ۹۶۰ درجه سانتیگراد و ۴ ساعت، د) ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد و ۸ ساعت، ه) ۹۸۰ درجه سانتیگراد و ۸ ساعت، و) ۹۶۰ درجه سانتیگراد و ۸ ساعت.



شکل ۶. وجود ذرات فاز γ' ثانویه در کانال‌های موجود بین فاز رسوبی γ' اولیه در نمونه آنیل شده در دمای ۹۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت

دمای ۹۸۰ درجه سانتیگراد (شکل ۵-ه) شرایط مشابهی با عملیات حرارتی پس از ۸ ساعت در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد (شکل ۵-د) مشاهده گردید. افزایش زمان، سبب تغییر مورفولوژی مکعبی ذرات این فاز و ایجاد مورفولوژی هشت‌گوش و ستاره‌ای شکل شده است که مورفولوژی مناسبی به شمار نمی‌رود. افزایش زمان سبب تخریب توزیع یگانه فاز γ' و ایجاد توزیع چندشکلی و نامنظم فاز γ' شده است. با افزایش زمان به دلیل فراهم شدن شرایط نفوذ، فاز γ' شروع به رشد و انحلال در داخل زمینه می‌کند و توزیع عناصر آلیاژی در داخل رسوبات را تغییر می‌دهد؛ تغییر توزیع عناصر در γ' می‌تواند منجر به تغییر عدم انطباق رسوب و زمینه و در نتیجه تغییر مورفولوژی رسوبات γ' گردد [۲۷].

با توجه به این نتایج می‌توان گفت که افزایش زمان عملیات آنیل انحلالی ثانویه به زمان‌های بیشتر از چهار ساعت، تغییر مطلوبی به شمار نمی‌رود و سبب افت ریزساختار آلیاژ از لحاظ مورفولوژی و اندازه و همچنین توزیع فاز γ' می‌شود و در نتیجه مناسب‌ترین زمان برای انجام عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه در دمای ۹۸۰ درجه سانتیگراد نیز زمان ۴ ساعت می‌باشد.

همانطور که در شکل ۵-ج و پس از انجام عملیات حرارتی در دمای ۹۶۰ درجه سانتیگراد به مدت زمان ۴ ساعت مشخص است، در این دما درصد حجمی و اندازه ذرات فاز γ' نسبت به زمان مشابه در دماهای ۹۸۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد کمتر است که این امر به دلیل پائین‌تر بودن دمای این عملیات نسبت به دو عملیات قبلی است.

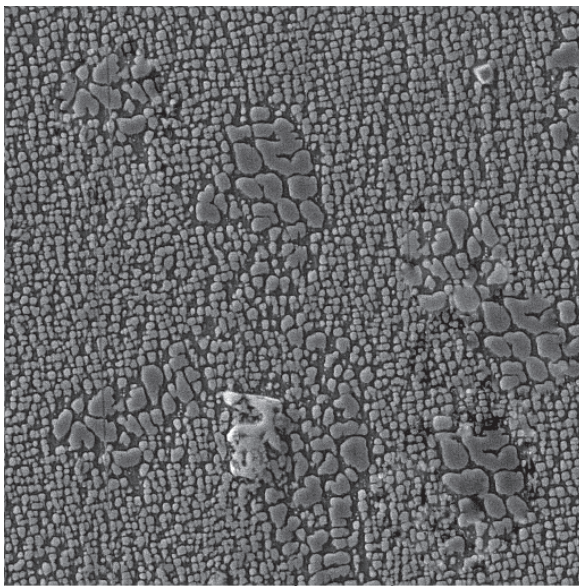
از آنجائیکه رشد ذرات فاز γ' به دلیل نفوذ شیمیایی عناصر تشکیل‌دهنده و محلول این فاز در دماهای بالا و پیوستن این عناصر به ذرات فاز رسوبی γ' موجود اتفاق می‌افتد، پائین‌تر بودن دمای ۹۶۰ درجه سانتیگراد نسبت به

ذرات فاز γ' اولیه به دلیل رشد بیش از حد در اثر افزایش زمان عملیات آنیل، در بسیاری از بخش‌های ریزساختار به یکدیگر پیوسته‌اند و کانال‌های بین فاز γ' در این مناطق از بین رفته است و در پاره‌ای از موارد، ذراتی خشن با اندازه‌ای در حد ۱ میکرومتر از رشد و به هم پیوستن ذرات کوچکتر ایجاد شده‌اند. با توجه به تاثیر انرژی سطحی ذرات و پتانسیل شیمیایی، پتانسیل شیمیایی و در نتیجه حلالیت با اندازه ذرات رابطه عکس داشته و هر چه ذرات کوچکتر باشند، حلالیت بالایی دارند. لذا ذرات کوچکتر در زمینه حل شده و گرادیان غلظتی در زمینه ایجاد می‌کنند. گرادیان غلظتی سبب رشد ذرات بزرگتر و باز هم کوچک‌تر شدن ذرات کوچک می‌شود. ذرات کوچکتر به دلیل انرژی سطحی وجود کانال‌های بین ذرات رسوبی فاز γ' در سوپرآلیاژها از عوامل افزایش مقاومت به خزش سوپرآلیاژهای پایه نیکل در دماهای بالا می‌باشد [۲۵]. دلیل این امر عدم ایجاد مناطق جنگل نابجائی در این مناطق است، زیرا انباشتگی نابجائی‌ها در این مناطق سبب ایجاد مناطق با تمرکز تنش بالا و در نتیجه ایجاد ترک‌های خزشی می‌شود. توزیع ترجیحی و مطلوب ذرات رسوبی فاز γ' اولیه در سوپرآلیاژهای پایه نیکل و سوپرآلیاژ GTD-111 نوعی از توزیع است که در آن کانال‌هایی از فاز زمینه γ با توزیع یکنواخت جهت حرکت آزادانه نابجائی‌ها و جلوگیری از ایجاد مناطق دارای تمرکز تنش وجود داشته باشند [۲]. بنابراین مورفولوژی موجود در شکل ۵-د، به هیچ عنوان مورفولوژی مناسبی برای انجام عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه نمی‌باشد و زمان ۸ ساعت برای انجام این عملیات در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد نامناسب است.

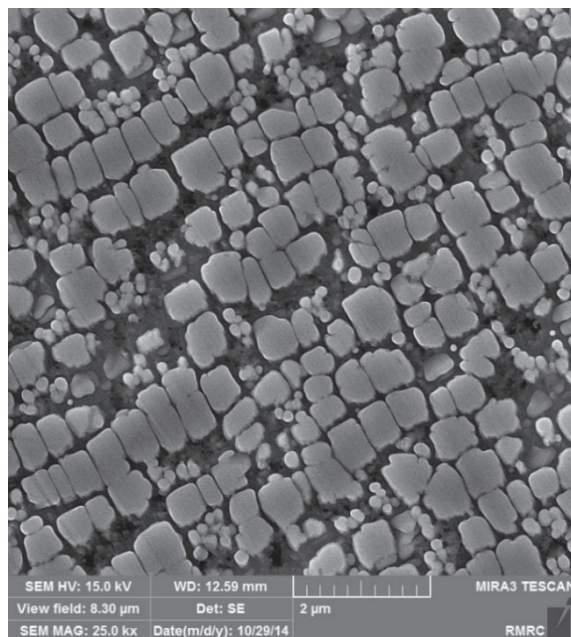
در شکل ۵-ب، تصویر میکروسکوپ الکترونی از ریزساختار آلیاژ پس از عملیات حرارتی در دمای ۹۸۰ درجه سانتیگراد به مدت چهار ساعت مشاهده می‌شود. همانطور که در این تصویر مشخص است، ذرات فاز γ' عمدتاً دارای مورفولوژی مکعبی و با اندازه‌ای در حدود ۰/۶ میکرومتر می‌باشند و درصد حجمی این فاز در ریزساختار پس از این عملیات در حدود ۴۷ درصد است. وجود مورفولوژی مکعبی در اکثر ذرات فاز رسوبی γ' نشان‌دهنده توزیع یک‌شکل و یکنواخت فاز γ' اولیه در این شرایط می‌باشد.

در شکل ۶، ذرات فاز γ' ثانویه در ریزساختار و در درون کانال‌های فاز زمینه‌ی نمونه‌ی آنیل شده در دمای ۹۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت، با اندازه‌ای در حدود ۱۲۰ الی ۱۴۰ نانومتر دیده می‌شوند. حضور این ذرات هم از لحاظ جلوگیری از حرکات نابجائی‌ها و استحکام‌دهی دما بالای آلیاژ مفید است و هم از لحاظ به هم پیوستن در حین عملیات حرارتی پیرسازی و افزایش اندازه فاز رسوبی γ' تا حد مطلوب حائز اهمیت است [۲۶، ۲۱، ۶].

در تصویر به دست‌آمده از ریزساختار آلیاژ پس از انجام عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه به مدت ۸ ساعت در



SEM MAG: 5.00 kx WD: 9.925 mm
SEM HV: 15.00 kV Det: SE Detector 5 μm
Date(m/d/y): 12/02/14 Vac: HiVac
VEGA M TESCAN
RAZI



SEM HV: 15.0 kV WD: 12.59 mm
View field: 8.30 μm Det: SE 2 μm
SEM MAG: 25.0 kx Date(m/d/y): 10/29/14
MIRA 3 TESCAN
RMRC

شکل ۷. الف) توزیع و مورفولوژی فاز ۷؛ ب) ذرات فاز ۷ ثانویه در نمونه آنیل شده در دمای ۹۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۸ ساعت

۴. نتیجه گیری

- ۱- یکی از مهمترین اهداف آنیل انحلالی ثانویه کاهش کسر فاز یوتکتیک به منظور ایجاد پتانسیل بیشتر برای رسوب ذرات ۷ در مراحل بعدی عملیات حرارتی است که این مهم در دمای ۹۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ ساعت حاصل شده است.
- ۲- بررسی توزیع ذرات ۷ در شرایط مختلف آنیل انحلالی ثانویه نشان داد که مناسب ترین شرایط برای انجام عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه، دمای ۹۸۰ درجه سانتیگراد به مدت زمان چهار ساعت است.

دو دمای قبلی عملیات آنیل انحلالی ثانویه سبب شده است که ذرات رشد کمتری داشته باشند و کانال های فاز زمینه موجود در میان ذرات رسوبی، کانال های عریض تری باشند. عریض تر بودن کانال های فاز زمینه سبب حرکت آسان تر نابجائی ها در دماهای بالا می شود و حرکت آسان تر نابجائی ها به نوبه خود موجب کاهش خواص مکانیکی دما بالای آلیاژ می شود [۷، ۱۹].

در تصاویر میکروسکوپ الکترونی به دست آمده از نمونه هایی که در مدت هشت ساعت در دمای ۹۶۰ درجه سانتیگراد حرارت دهی شده اند (شکل ۵-و) نیز درصد و اندازه فاز رسوبی ۷ تغییر چندانی با انجام این عملیات در زمان ۴ ساعت نداشته است. با توجه به افزایش زمان تا ۸ ساعت ولی با توجه به کم بودن دمای آنیل، به نظر می رسد که انرژی فعال سازی نفوذی برای رشد رسوبات ۷ فراهم نشده است. درصد فاز ۷ در این شرایط ۴۵ درصد و اندازه میانگین ذرات این فاز کمتر از ۰/۶ میکرومتر است که از میزان درصد و اندازه ایجاد شده پس از عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه در زمان چهار ساعت در دماهای بالاتر، کمتر است.

تفاوت قابل توجه نمونه هایی که به مدت ۴ ساعت و ۸ ساعت در دمای ۹۶۰ درجه سانتیگراد تحت عملیات حرارتی قرار گرفته اند (شکل های ۵-ج و ۵-و)، این است که پس از گذشت زمان ۸ ساعت، از آنجائیکه این دما برای رشد کامل تمام ذرات رسوبی فاز ۷ اولیه کافی نبوده است، تنها برخی از ذرات رشد مشخص و قابل توجهی داشته اند و عدم رشد کامل تمامی ذرات به جای مانده از مرحله آنیل انحلالی سبب اختلاف اندازه قابل توجهی بین ذرات رسوبی شده است و توزیع نامنظمی را از لحاظ اختلاف اندازه بین ذرات فاز رسوبی ۷ اولیه در بخش هایی از ریزساختار ایجاد کرده است. این توزیع نامنظم در شکل ۷-الف نشان داده شده است. همچنین پس از انجام عملیات حرارتی آنیل انحلالی ثانویه حتی به مدت ۸ ساعت در دمای ۹۶۰ درجه سانتیگراد، ذرات فاز ۷ ثانویه تشکیل شده اندازه بسیار کوچکی در حد کمتر از ۱۰۰ نانومتر دارند که اندازه آن ها کمتر از اندازه این ذرات در عملیات حرارتی در دماهای بالاتر مثل ۹۸۰ درجه سانتیگراد است (شکل ۷-ب). افزایش دما شرایط را برای شروع و پیشرفت استحاله ی نفوذی فراهم می کند. با افزایش دما از ۹۶۰ به ۹۸۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد شرایط برای نفوذ عناصر تشکیل دهنده ی گامپرایم از طریق زمینه فراهم شده و برای فاز گامپرایم از لحاظ ترمودینامیکی و سینتیکی شرایط لازم فراهم شده و با اندازه و مورفولوژی مطلوب رسوب می کند. از آنجائیکه حضور این ذرات در کانال های فاز ۷ سبب به دام انداختن نابجائی ها در دمای بالا و افزایش استحکام دما بالای آلیاژ می شود [۲۸]، دمای ۹۶۰ درجه سانتیگراد دمای مناسبی برای تشکیل قابل توجه این ذرات نبوده است.

می تواند منجر به تغییر عدم انطباق رسوب و زمینه و در نتیجه تغییر مورفولوژی رسوبات γ' گردد.
 ۴- در دمای ۹۶۰ درجه سانتیگراد و زمان ۴ ساعت نیز توزیع نامنظمی از رسوبات γ' در بخش‌هایی از ریزساختار مشاهده می‌شود که نتیجه‌ای نامطلوب است.

۳- در دمای ۱۰۰۰ و ۹۸۰ درجه سانتیگراد به مدت ۸ ساعت، ذرات γ' رشد نامطلوبی داشته و مورفولوژی آن از حالت مکعبی و هشت‌گوش تغییر یافته است. با افزایش زمان به دلیل فراهم شدن شرایط نفوذ، فاز γ' شروع به رشد و انحلال در داخل زمینه می‌کند و توزیع عناصر آلیاژی در داخل رسوبات را تغییر می‌دهد؛ تغییر توزیع عناصر در γ'

References

- [1] S. A. Sajjadi, S. Nategh, and R. I. L. Guthrie, "Study of microstructure and mechanical properties of high performance Ni-base superalloy GTD-111," *Materials Science and Engineering A325*, pp. 484-489, 2002.
- [2] V. K. Panyawat Wangyao and N. P. Pongsak Tuengsook, "The Relationship Between Reheat-Treatment and Hardness Behaviour of Cast Nickel Superalloy, GTD-111," *J. Mater. Miner.*, vol. 16, pp. 55-62, 2006.
- [3] R. C. Reed, *The Superalloys fundamentals and applications*, vol. 9780521859042, 2006.
- [4] T. M. Pollock and S. Tin, "Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties," *J. Propuls. Power*, vol. 22, no. 2, pp. 361-374, 2006.
- [5] E. Lvova, "A comparison of aging kinetics of new and rejuvenated conventionally cast GTD-111 gas turbine blades," in *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2007, vol. 16, no. 2, pp. 254-264.
- [6] K. Rontong, "The effect of reheat treatments on microstructural restoration in cast nickel superalloy turbine blade, GTD-111," *Acta Metall. slovacca*, vol. 11, pp. 171-182, 2010.
- [۷] م. م. اصفهانی س. ح. رضوی ش. میردامادی، «تأثیر تنش حرارتی در سیکل عملیات حرارتی رسوب‌سختی بر ریزساختار و سختی سوپرآلیاژ GTD111»، دومین همایش مشترک انجمن مهندسين متالورژی و جامعه ریخته‌گران ایران، ۱۳۸۷.
- [۸] ا. کاظمی. س. رستگاری. حسین، عربی، «اثر سرعت سرد شدن پس از عملیات حرارتی انحلال جزئی در دمای ۱۱۲۰ درجه سانتیگراد بر ریزساختار سوپرآلیاژ GTD111»، هفتمین سمینار ملی مهندسی سطح و عملیات حرارتی، ۱۳۸۵.
- [9] A. Dadkhah and A. Kermanpur, "On the precipitation hardening of the directionally solidified GTD-111 Ni-base superalloy: Microstructures and mechanical properties," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 685, pp. 79-86, 2017.
- [۱۰] ح. عربی. م. دلفان، «تأثیر ترتیب اعمال سیکل پوشش‌دهی و عملیات حرارتی بر ریزساختار پره‌های متحرک توربین‌های گازی ساخته‌شده از جنس سوپرآلیاژ GTD111 in»، نوزدهمین کنفرانس بین‌المللی برق، ۱۳۸۲.
- [11] P. Wongbunyakul, P. Visuttipitukkul, P. Wangyao, G. Lothongkum, and P. Sricharoenchai, "Effect of reheat treatment on microstructural refurbishment and hardness of the as-cast inconel 738," *High Temp. Mater. Process.*, vol. 33, no. 5, pp. 453-461, 2014.
- [12] Y. Kim, D. K. Lee, I. H. Shin, J. M. Koo, and C. S. Seok, "Microstructural analysis of TMF failure mechanism of GTD-111 applied to gas turbine blades," in *Procedia Engineering*, 2013, vol. 55, pp. 204-209.
- [13] C. Yang et al., "Improvement of stress-rupture life of GTD-111 by second solution heat treatment," *Mater. Des.*, vol. 45, pp. 308-315, 2013.
- [14] E. Balikci, A. Raman, and R. a. Mirshams, "Influence of various heat treatments on the microstructure of polycrystalline IN738LC," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 28A, no. October, pp. 1993-2003, 1997.
- [15] C. Monti, A. Giorgetti, L. Tognarelli, and F. Mastromatteo, "On the Effects of the Rejuvenation Treatment on Mechanical and Microstructural Properties of IN-738 Superalloy," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 26, no. 5, pp. 2244-2256, 2017.
- [16] J.M. Vitek, D. W. Gandy, S.S. Babu, G.J. Frederick, "Alloy Development of Nickel-based superalloy weld filler metals using computational thermodynamics," *Mater. Des.*, vol. 27, pp. 308-315, 2007.
- [۱۷] م. توکلی، م. سیف‌اللهی، س. م. عباسی، «تأثیر عملیات همگن‌سازی بر ریزساختار و سختی ساختار ریختگی سوپرآلیاژ GTD111» مجله مواد و فناوری‌های پیشرفته، دوره ۶، شماره ۴، زمستان ۹۶، صفحه ۳۲-۲۵.
- [18] A. R. Ibanez, V. S. Srinivasan, and A. Saxena, "Creep deformation and rupture behaviour of directionally solidified GTD 111 superalloy," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 29, no. 12, pp. 1010-1020, 2006.
- [19] S. A. Sajjadi, S. M. Zebarjad, R. I. L. Guthrie, and M. Isac, "Microstructure evolution of high-performance Ni-base superalloy GTD-111 with heat treatment parameters," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 175, no. 1-3, pp. 376-381, 2006.
- [20] N. El-Bagoury, M. Waly, and A. Nofal, "Effect of various heat treatment conditions on microstructure of cast polycrystalline IN738LC alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 487, no. 1-2, pp. 152-161, 2008.
- [21] H. S. Lee, D. S. Kim, K. B. Yoo, and K. S. Song, "Quantitative analysis of carbides and the sigma phase in thermally exposed GTD-111," *Met. Mater. Int.*, vol. 18, no. 2, pp. 287-293, 2012.
- [22] J. Safari and S. Nategh, "On the heat treatment of Rene-80 nickel-base superalloy," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 176, no. 1-3, pp. 240-250, 2006.
- [23] G. Lvov, V. I. Levit, and M. J. Kaufman, "Mechanism of primary MC carbide decomposition in Ni-base superalloys," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 35, no. 6, pp. 1669-1679, 2004.
- [24] H. lee; s. w. Lee, "the morphology and formation of gamma prime in nickel-base superalloy," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 9, pp. 516-519, 1990.
- [25] T. M. Smith, Y. Rao, Y. Wang, M. Ghazisaeidi, and M. J. Mills, "Diffusion processes during creep at intermediate temperatures in a Ni-based superalloy," *Acta Mater.*, vol. 141, pp. 261-272, 2017.

- [26] B. G. Choi, I. S. Kim, D. H. Kim, and C. Y. Jo, "Temperature dependence of MC decomposition behavior in Ni-base superalloy GTD 111," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 478, no. 1-2, pp. 329-335, 2008.
- [27] J.S. Van Sluytman, A. Suzuki, A. Bolcavage, R. C. Helmink, D.L. Ballard, T. M. Pollock, "Gamma prime morphology and creep properties of Nickel Base superalloys with Platinum group metal additions", TMS, superalloys 2008.
- [28] B. G. Choi, I. S. Kim, D. H. Kim, S. M. Seo, and C. Y. Jo, "ETA Phase Formation During Thermal Exposure and Its Effect on Mechanical Properties in Ni-Base Superalloy GTD 111," in *Superalloys 2004 (Tenth International Symposium)*, 2004, pp. 163-171.