

بررسی تأثیر عملیات همگن سازی بر توزیع عناصر آلیاژی، ریزساختار و سختی

سوپرآلیاژ بر پایه ترکیب Co-Al-W-Ti-Ta

مصطفی اطمینان، مریم مرکباتی* و سیدمهدی قاضی میرسعید

دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران

(دریافت مقاله: ۱۳۹۸/۱۰/۱ - دریافت نسخه نهایی: ۱۳۹۹/۶/۱۹)

چکیده- هدف از انجام این پژوهش، بررسی تأثیر دما و زمان عملیات همگن سازی بر ریزساختار، توزیع عناصر آلیاژی و سختی سوپرآلیاژ پایه کبالت نسل جدید با ترکیب Co-7Al-7W-4Ti-2Ta است. به این منظور نمونه ها تحت عملیات همگن سازی در دو دمای ۱۲۵۰ و ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد طی زمان های ۲، ۴، ۶ و ۸ ساعت قرار گرفته و سپس در آب سرد شدند. در ادامه نمونه ها تحت بررسی های ریزساختاری به وسیله میکروسکوپ نوری و الکترونی و سختی سنجی قرار گرفتند. نتایج نشان داد که با افزایش دمای عملیات همگن سازی تا ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد، تخلخل حاصل از اکسیداسیون تیتانیم به همراه ذوب موضعی ترکیب های یوتکتیکی حاوی Al-Co-Ti، منجر به کاهش سختی تا ۹۰ ویکرز شده است. این پدیده به علت جدایش زیاد عناصر آلیاژی در ساختار ریختگی است که با ذوب مجدد آلیاژ از شدت و آثار مخرب این جدایش کاسته شد. اما با همگن سازی در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد ذوب موضعی مناطق یوتکتیک یا تخلخل در نمونه ها مشاهده نشد و با افزایش زمان ساختار یکنواخت تری حاصل شده است. حداقل و حداکثر سختی حاصل شده پس از همگن سازی در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد به ترتیب ۳۴۸ و ۴۰۶ ویکرز به دست آمد. همچنین در این دما با افزایش زمان عملیات همگن سازی ساختار یکنواخت تری حاصل شده است.

واژه های کلیدی: سوپرآلیاژ پایه کبالت نسل جدید، عملیات همگن سازی، ریزساختار، سختی.

Investigation of the Effect of Homogenization Treatment on Distribution of Alloying Elements, Microstructure and Hardness of Co-Al-W-Ti-Ta-Base Superalloy

M. Etminan, M. Morakabati* and S. M. Qazimirsaeid

Malek Ashtar University, Tehran, Iran.

Abstract: The aim of this study was to investigate the effect of temperature and time of homogenization treatment on the microstructure, distribution of alloying elements and hardness of the novel Co-based superalloy Co-7Al-7W-4Ti-2Ta. For this purpose, the specimens were first homogenized at 1250 and 1300 °C for 2, 4, 6 and 8 hours and then water-cooled. Subsequently, the specimens were subjected to hardness testing and microstructural examinations by optical and electron microscopy. The

*: مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: m_morakabati@mut.ac.ir

results showed that by increasing the homogenization temperature to 1300 °C, the porosity created by Ti oxidation and local melting of the Co-Al-Ti eutectic compounds led to a decrease in hardness to 90 Vickers. This phenomenon was due to high segregation of alloying elements in the cast structure. The intensity and destructive effects of this segregation were reduced by remelting of alloy. However, by homogenization at 1250 °C, no local melting of eutectic zones or porosity were observed in the specimens and a more uniform structure was obtained with increasing time. Minimum and maximum hardness values after homogenization at 1250°C were 348 and 406 Vickers, respectively. Moreover, the microstructure became more homogenous by increasing the homogenization treatment time at this temperature.

Keywords: Novel co-based superalloy, Homogenization treatment, Microstructure, Hardness.

۱- مقدمه

در سال ۲۰۰۶ میلادی، ساتو و همکاران [۱] در پژوهشی روی سیستم سه‌گانه Co-Al-W توانستند به فاز γ' با ترکیب $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$ دست یابند. این رسوبات ساختار بلوری $L1_2$ دارند و به همین دلیل در دماهای بالا رفتار غیرمتعارف نقطه تسلیم را نشان می‌دهند. به عبارت دیگر، در دماهای بالا با ورود ناهنجاری‌ها به داخل این رسوبات، مرزهای ضدفازی γ'/APB ایجاد می‌شوند که از حرکت ناهنجاری‌های متحرک جلوگیری می‌کند. این پدیده مشابه اثر عیوب نقص چیدمان بر استحکام است. از این‌رو با افزایش دما استحکام این مواد افزایش می‌یابد [۲]. این موضوع توجه بسیاری از پژوهشگران را به سوپرآلیاژهای پایه کبالت نسل جدید که به کمک رسوبات γ' استحکام بخشی می‌شوند، معطوف کرد. ساختار سوپرآلیاژهای پایه کبالت نسل جدید مشابه ساختار سوپرآلیاژهای پایه نیکل حاوی فاز γ' است و رسوبات مکعبی γ' داخل یک زمینه آستنیتی (γ) توزیع شده‌اند [۳]. تحقیقات زیادی روی اثر عناصر مختلف، شرایط و عملیات حرارتی متفاوت بر استحکام و ریزساختار سوپرآلیاژهای پایه کبالت نسل جدید انجام یافته است [۴-۱]. مطالعات نشان می‌دهند ترکیب رسوبات γ' روی دمای انحلال و کسر حجمی رسوبات مؤثر است و همچنین با تغییر عناصر آلیاژی شکل و اندازه رسوبات نیز تغییر می‌کند [۱، ۲ و ۴]. با جایگزین کردن مقداری تانتالیم به جای تنگستن، کسر حجمی، دمای انحلال و استحکام رسوبات γ' افزایش می‌یابد [۵-۷]. برای استحکام بخشی مرزدانه در سوپرآلیاژهای پایه کبالت از عناصر بور و زیرکونیم استفاده می‌شود و این عناصر با ایجاد رسوبات سوزنی شکل در

مرزدانه استحکام خزشی را بسیار افزایش می‌دهند [۲ و ۵]. در این سوپرآلیاژها، فازهای بین‌فلزی $\mu(\text{Co}_3\text{W})$ ، $\beta(\text{CoAl})$ و $\chi(\text{Co}_7\text{W}_6)$ حین همگن سازی تشکیل می‌شوند که مقاومت به خزش را کاهش می‌دهند و باید با بهینه سازی و کاهش دما و زمان همگن سازی از تشکیل این فازها جلوگیری کرد. پژوهش‌ها نشان می‌دهند که در دماهای بیشتر همگن سازی فاز β نیز بیشتر رسوب گذاری می‌کند [۸-۱۳]. پیرسازی نیز با تغییر اندازه و مورفولوژی رسوبات منجر به تغییر خواص خزشی می‌شود. بنابراین باید حد بهینه پیرسازی نیز لحاظ شود تا مناسب ترین خواص خزشی حاصل شود.

پژوهشگران دریافته اند که حساس ترین عنصر طی عملیات حرارتی و به خصوص همگن سازی، عنصر تیتانیوم است [۲، ۱۲ و ۱۳]. ضریب نفوذ عنصر تیتانیوم در سوپرآلیاژهای پایه کبالت نسل جدید بیش از دو برابر سایر عناصر است و با تشکیل ترکیب های بین فلزی با سایر عناصر نقش تعیین کننده ای در خواص مکانیکی و ریزساختار ایفا می کند. پژوهشگران نشان دادند که بازه دمایی ۱۲۰۰ تا ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد مناسب ترین دماها برای انجام عملیات حرارتی همگن سازی هستند [۱۱-۱۳].

با تغییر زمان و دمای پیرسازی کسر حجمی و مورفولوژی رسوبات γ' تغییر می کند. در حالت ایده آل با اعمال شرایط خزش، ناهنجاری های متحرک توسط رسوبات γ' مهار می شوند. اما مطابق مطالعات انجام شده، کسر حجمی بهینه برای اثربخشی حدود ۷۰ درصد است [۹ و ۱۲]. اگر کسر حجمی کمتر از این مقدار باشد، بیشترین میزان تغییر شکل در داخل فاز زمینه محدود می شود و اگر کسر حجمی رسوبات γ' بیش از ۷۰

جدول ۱- برنامه عملیات همگن سازی انجام شده روی نمونه های مختلف آلیاژ مورد بررسی

نمونه	۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷	۸	۹
دما (درجه سانتی گراد)	-	۱۲۵۰	۱۲۵۰	۱۲۵۰	۱۲۵۰	۱۳۰۰	۱۳۰۰	۱۳۰۰	۱۳۰۰
زمان (ساعت)	-	۲	۴	۶	۸	۲	۴	۶	۸

درصد باشد، اثر فصل مشترک رسوب زمینه در مقاومت به خزش کاهش پیدا می کند. به این ترتیب ترکیب شیمیایی، شکل، اندازه و کسر حجمی رسوبات γ' روی عمر خزشی این دسته از مواد تأثیر می گذارد [۱، ۵، ۹ و ۱۰].

سوپرآلیاژهای پایه کبالت نسل جدید علاوه بر جوش پذیری بهتر و دمای ذوب بیشتر نسبت به هم تایان پایه نیکل خود به دلیل ریزساختار γ' / γ از خواص استحکامی و خزشی خوبی بهره مند هستند و به تازگی به عنوان جایگزین های مناسب سوپرآلیاژهای پایه نیکل برای کاربردهای دما بالا مطرح شده اند [۵]. از آنجایی که این دسته از آلیاژهای دما بالا به تازگی معرفی شده اند، تحقیقات پراکنده ای روی تأثیر عناصر آلیاژی و به خصوص تأثیر عملیات حرارتی همگن سازی و پیرسازی روی خواص آنها منتشر شده است. به خصوص اینکه تحقیق کامل و معتبری در رابطه با تأثیر عملیات حرارتی بر خواص این آلیاژها انجام نشده و اکثر تحقیقات روی تأثیر عناصر آلیاژی متمرکز شده اند [۵-۱]. بر این اساس، هدف از پژوهش حاضر بررسی تأثیر عملیات همگن سازی بر ریزساختار و سختی سوپرآلیاژ پایه کبالت نسل جدید بر پایه ترکیب Co-7Al-7W-4Ti-2Ta است.

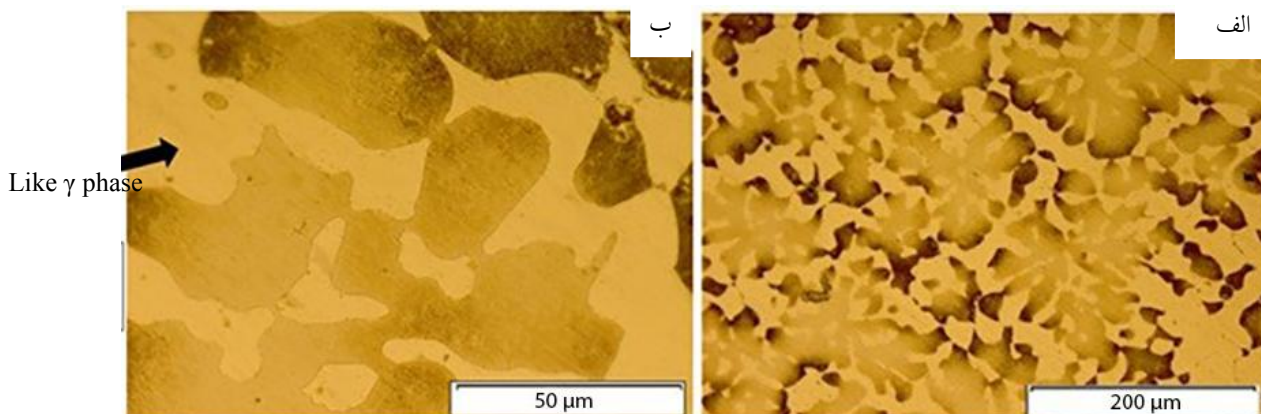
۲- مواد و روش تحقیق

ابتدا با استفاده از مواد اولیه با خلوص بیش از ۹۹/۷ درصد، که از شرکت های شیمیایی پارسیان و پارس مولیبدن تهیه شدند، یک شمش مکعبی با وزن دو کیلوگرم با مقطع ۶۰×۵۰ میلی متر از جنس سوپرآلیاژ پایه کبالت نسل جدید با ترکیب اسمی (Co-7Al-7W-4Ti-2Ta %wt) به وسیله کوره القایی تحت خلأ (VIM) واقع در دانشگاه صنعتی مالک اشتر تهران با خلأ $۱۰^{-۲}$ میلی بار تولید شد. بر اساس پژوهش های انجام شده، ترکیب

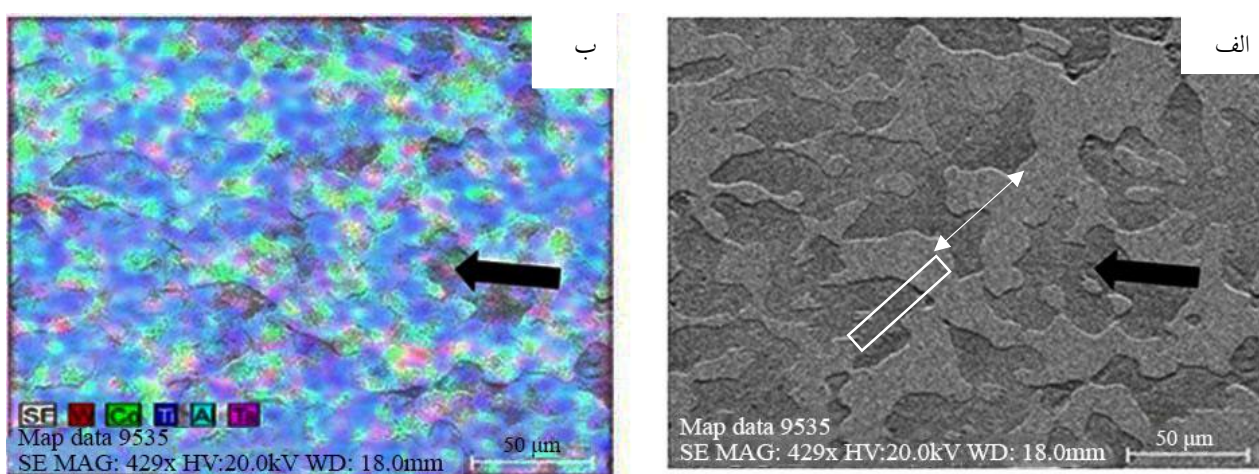
پیشنهادی در این پژوهش، مناسب ترین خواص خزشی را داشته است [۶-۱]. عملیات ذوب مجدد نیز به وسیله کوره قوس الکتریکی ذوب مجدد تحت خلأ (VAR) واقع در دانشگاه صنعتی مالک اشتر تهران با خلأ $۱۰^{-۲}$ میلی بار به منظور کاهش جدایش عناصر آلیاژی انجام پذیرفت. به منظور بررسی تأثیر شرایط عملیات حرارتی همگن سازی بر ریزساختار و خواص این سوپرآلیاژ، نمونه هایی به ابعاد $۱۰ \times ۵ \times ۵$ میلی متر از نیمه بالایی شمش بریده شدند. نه نمونه از مقطع شمش به گونه ای برش خوردند که مسیر انجمادی و جدایش های انجمادی نیز تأثیری بر نتایج مطالعه ایجاد نکنند. سپس نمونه ها به مدت زمان و دماهای متفاوت داخل کوره تحت اتمسفر هوا قرار داده شدند و پس از آن در آب کوئنچ شدند و تأثیر عملیات همگن سازی بررسی شد. جدول (۱) شرایط عملیات همگن سازی انجام یافته روی نمونه ها را نشان می دهد.

پس از همگن سازی نمونه ها در شرایط متفاوت، سطح آنها سنباده زنی و پولیش شد. نمونه ها داخل محلول اچ با ترکیب ۱۰ میلی لیتر اسید نیتریک (HNO_3)، ۱۰۰ میلی لیتر H_2O_2 و ۱۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک (HCl) به مدت دو تا ۲۰ دقیقه قرار گرفتند و سطح آنها به کمک میکروسکوپ نوری^۴ و میکروسکوپ الکترونی روبشی^۵ (SEM) بررسی شد.

بررسی های ریزساختاری به کمک میکروسکوپ نوری Olympus DP25 انجام شد. به منظور تصویربرداری با میکروسکوپ الکترونی و بررسی نقشه توزیع عناصر از میکروسکوپ الکترونی روبشی، ساخت شرکت Zeiss و مدل DSM-960A استفاده شد. همچنین با استفاده از دستگاه سختی سنج مدل Easy way سختی نمونه ها در مقیاس میکرو و ماکرو و برای هر نمونه سه مرتبه اندازه گیری شد. بار اعمالی



شکل ۱- تصاویر میکروسکوپی نوری سوپر آلیاژ Co-7Al-7W-4Ti-2Ta پس از ریخته‌گری در بزرگنمایی‌های: الف) ۲۰۰ و ب) ۱۰۰۰ برابر



شکل ۲- الف) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه ریخته‌گری و ب) نقشه توزیع عناصر آلیاژی متناظر با آن (رنگی در نسخه الکترونیکی)

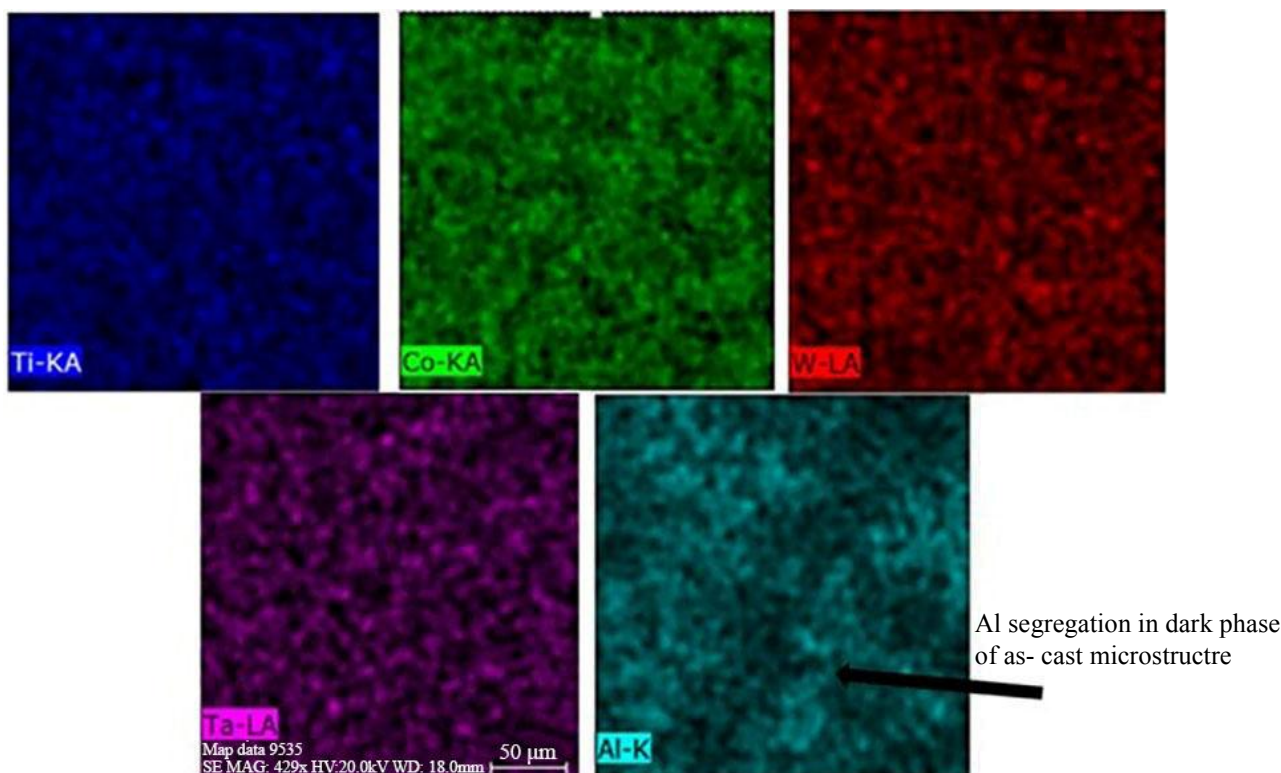
درصد کسر سطحی ساختار را فاز بین‌دندریتی تشکیل داده است. برای بررسی بیشتر و بهتر تصاویر میکروسکوپی الکترونی و نقشه‌های توزیع عناصر، ارائه شده است. شکل (۲) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و نقشه توزیع عناصر مربوط به آلیاژ مورد بررسی در حالت ریخته‌گری را نشان می‌دهد. شکل (۳) نیز، نقشه توزیع هر یک از عناصر آلیاژی متناظر با شکل (۲-الف) را نشان می‌دهد.

واضح است که تنگستن و تانتالیم جدایش چندانی ندارند. زیرا اگر این عناصر که عدد جرمی بالایی دارند داخل یک فاز جدایش یابند، آن فاز بسیار روشن‌تر از سایر فازها خواهد بود. تصاویر میکروسکوپی الکترونی نیز همان ساختار دوفازی

برای انجام آزمایش سختی‌سنجی ماکرو برابر با ۳۰ کیلوگرم و در آزمایش سختی‌سنجی میکرو برابر با ۳۰۰ گرم انتخاب شد و در هر دو حالت سختی‌سنجی ماکرو و میکرو نیز زمان اعمال بار سه ثانیه اتخاذ شد.

۳- نتایج و بحث

شکل (۱)، تصویر میکروسکوپی نوری آلیاژ مورد بررسی در حالت ریخته‌گری را نشان می‌دهد. با توجه به اختلاف زیاد نقطه ذوب عناصر آلیاژی، وجود جدایش‌های میکروسکوپی امری قابل پیش‌بینی است. در این شکل ساختار دندریتی با میانگین اندازه بازوهای دندریت ۱۵ میکرومتر مشاهده می‌شود که ۵۷



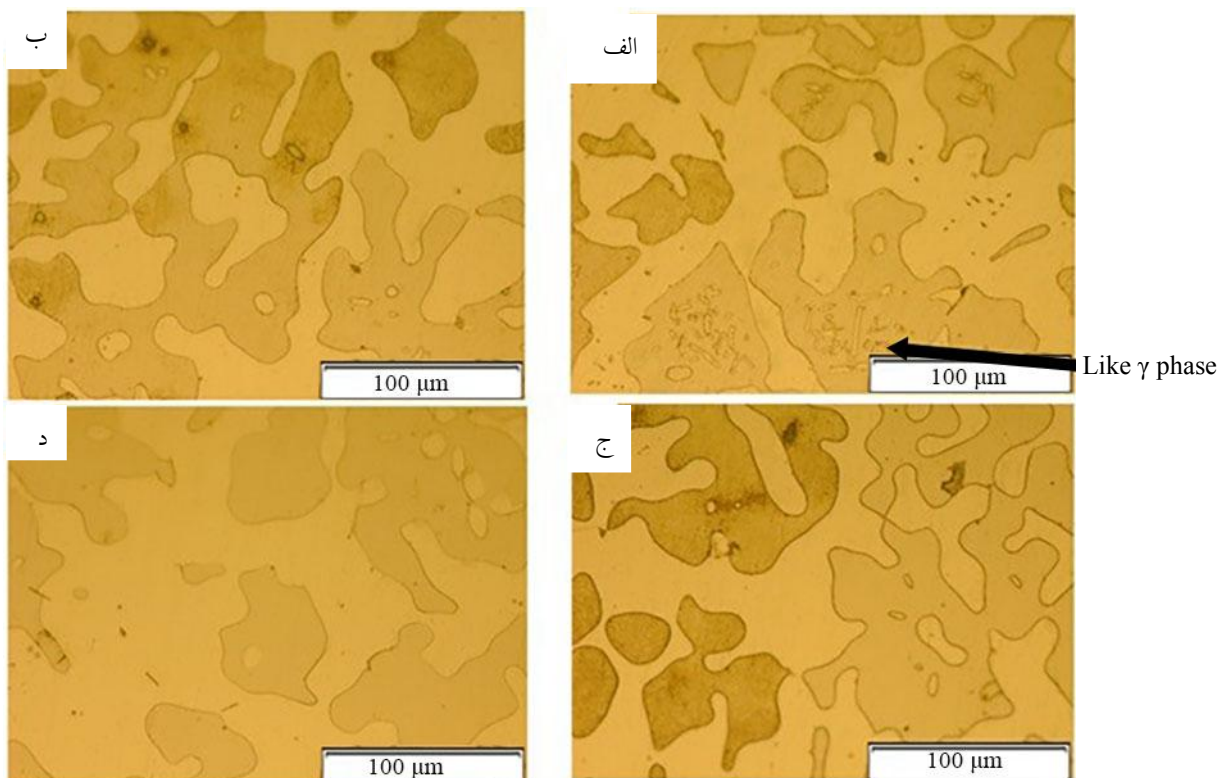
شکل ۳- نقشه‌های توزیع عناصر کبالت، آلومینیم، تنگستن، تیتانیم و تانتالیم متناظر با شکل (۲- الف) (رنگی در نسخه الکترونیکی)

کسر سطحی فاز بین دندردیتی با انجام عملیات همگن‌سازی پس از همگن‌سازی در دمای 1250°C درجه سانتی‌گراد به مدت زمان‌های ۲، ۴، ۶ و ۸ ساعت به ترتیب به ۴۲، ۴۷، ۵۱ و ۳۷ درصد کاهش یافته است. درباره دمای 1300°C درجه سانتی‌گراد اندازه‌گیری کسر سطحی فاز تیره به دلیل تداخل ایجاد شده قابل محاسبه نبوده است. در رابطه با همگن‌سازی در دمای 1250°C درجه سانتی‌گراد، روند تصاویر شکل (۴- الف) تا (۴- د) نشان می‌دهد که در ابتدا وسعت فاز روشن که با توجه به نتایج طیف‌سنجی تفکیک انرژی^۶ (EDS) ترکیب مشابه فاز زمینه γ را دارد، افزایش یافته است. سپس با گذشت زمان علاوه بر رشد، از کسر حجمی فاز تیره‌تر کاسته می‌شود. در مطالعات انجام یافته [۷ و ۱۶] گزارش شده است که فاز تیره که ترکیب نزدیک به فازهای β و γ' دارد داخل فاز γ انحلال می‌یابد.

اما در رابطه با دمای 1300°C درجه سانتی‌گراد، در تصاویر شکل (۵- الف) تا (۵- د) فاز تیره موجود مشابه نمونه‌های قبلی مشاهده نمی‌شود. این موضوع نشان می‌دهد که در این دما

حاصل از متالوگرافی نوری را نشان می‌دهند. شکل (۲) نشان می‌دهد که در ساختار ریختگی آلومینیم و تیتانیم به‌طور یکنواخت توزیع نشده‌اند. پژوهش‌ها [۲، ۷ و ۱۶] نشان می‌دهد، این دو عنصر نسبت به دیگر عناصر جدایش بیشتری می‌یابند و تمایل بیشتری به جایگیری در فاز تیره‌تر دارند. علت این جدایش، دمای ذوب پایین‌تر آلومینیم و چگالی پایین این دو عنصر است. آنالیز عناصر دیگر در نمونه ریختگی نشان داد که دیگر عناصر توزیع یکنواخت‌تری دارند. به عبارت دیگر، این جدایش طی انجماد مذاب ایجاد شده است. با توجه به تجمع عناصر تیتانیم و آلومینیم در فاز تیره [۷ و ۱۶]، می‌توان نتیجه گرفت که ترکیب فاز تیره به ترکیب فازهای γ' و β نزدیک است و همچنین ترکیب فاز روشن نیز مشابه ترکیب فاز زمینه γ است.

نتایج حاصل از بررسی‌های ریزساختاری به‌وسیله میکروسکوپ نوری نمونه‌های همگن‌سازی شده در دماها و زمان‌های مختلف در شکل‌های (۴) و (۵) قابل مشاهده است.



شکل ۴- تصاویر میکروسکوپی نوری نمونه‌های همگن‌سازی شده در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد و زمان‌های:

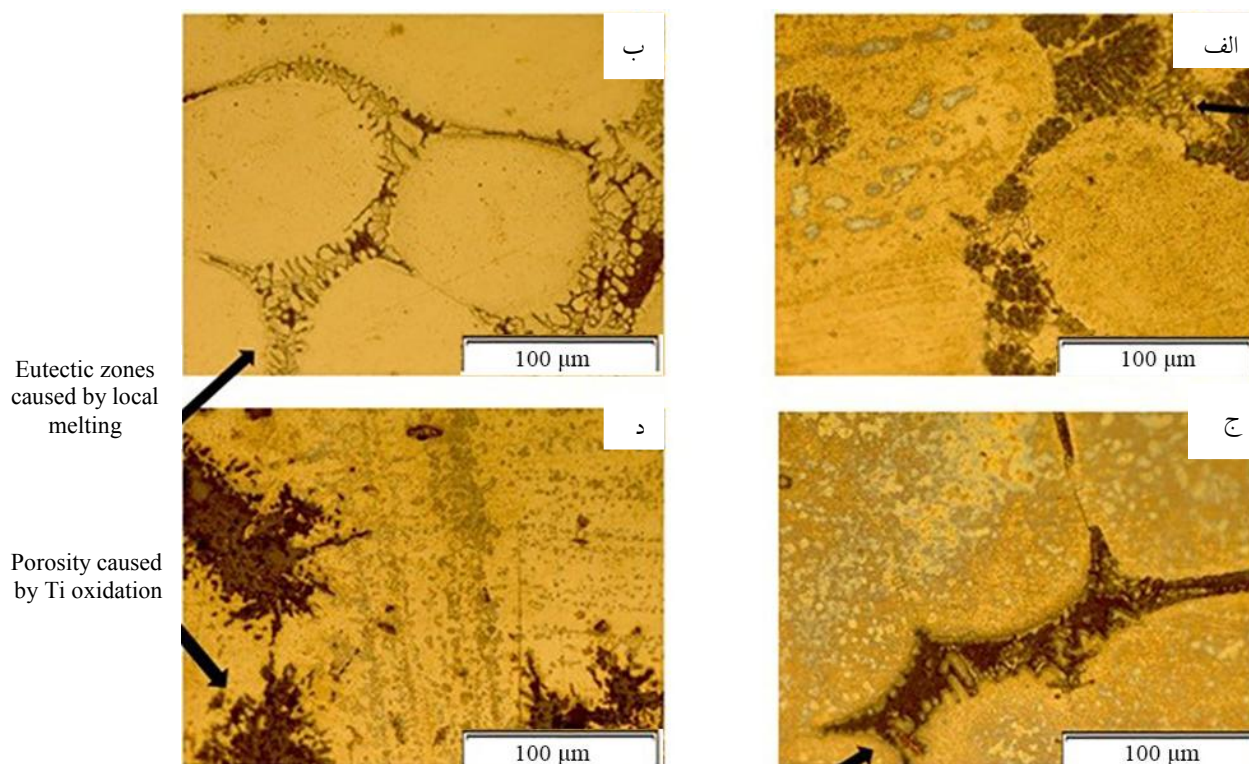
الف (۲، ب) ۴، ج) ۶ و د) ۸ ساعت

همگن‌سازی (۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد) است [۲ و ۱۶]، در این نقاط ذوب موضعی نیز روی داده که مناطق مشخص شده با پیکان در شکل (۶- ب) تأیید کننده آن است. در نگاه اول و بدون توجه به نقشه‌های توزیع عناصر، شکل (۶)، واضح است که تنگستن و تانتالیم جدایش چندانی ندارند. زیرا فازها اختلاف رنگ چندانی ندارد و وضوح فازها که ناشی از بازگشت الکترون‌های ثانویه است، زیاد نیست. تصاویر میکروسکوپ الکترونی نیز همان ساختار دوفازی حاصل از متالوگرافی نوری را نشان می‌دهند. نقاط سفیدرنگ داخل نقشه‌های توزیع عنصری نیز مربوط به تجمع الکترون‌های ثانویه است. این موضوع باعث می‌شود تا اثر و انرژی الکترون‌های برگشتی بازتابیده از عناصر مختلف به وسیله دستگاه قابل شناسایی نباشند. بنابراین در این نقاط آنالیز عنصری دقت کمتری دارد.

شکل (۷) نقشه تفکیک شده توزیع هر عنصر متناظر با

پایداری فاز روشن بیشتر از سایر فازها است. با گذشت زمان نیز، از کسر حجمی فاز تیره کاسته شده و کسر حجمی فاز روشن افزایش می‌یابد. شکل (۶) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی با استفاده از الکترون ثانویه نمونه‌های همگن‌سازی شده در دماهای متفاوت را نشان می‌دهد. با توجه به شکل (۶- ب)، نکته قابل توجه این است که نواحی تیره داخل تصاویر مشابه فاز تیره نمونه ریختگی نیستند، بلکه این نواحی مربوط به تخلخل ایجاد شده در اثر اکسیداسیون تیتانیم و آلومینیم هستند. این امر ناشی از آن است که به جهت انجام آزمایش‌ها در مقیاس نیمه صنعتی، اتمسفر کوره تحت هوا انتخاب شده بود. در پژوهش‌های دیگر [۱ و ۵] نیز به وقوع اکسیداسیون در آلیاژهای مشابه به واسطه عملیات همگن‌سازی در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد اشاره شده است.

همچنین از آنجایی که دمای ذوب آلومینیم (۶۶۰ درجه سانتی‌گراد) و ترکیبات یوتکتیک حاوی آلومینیم کمتر از دمای



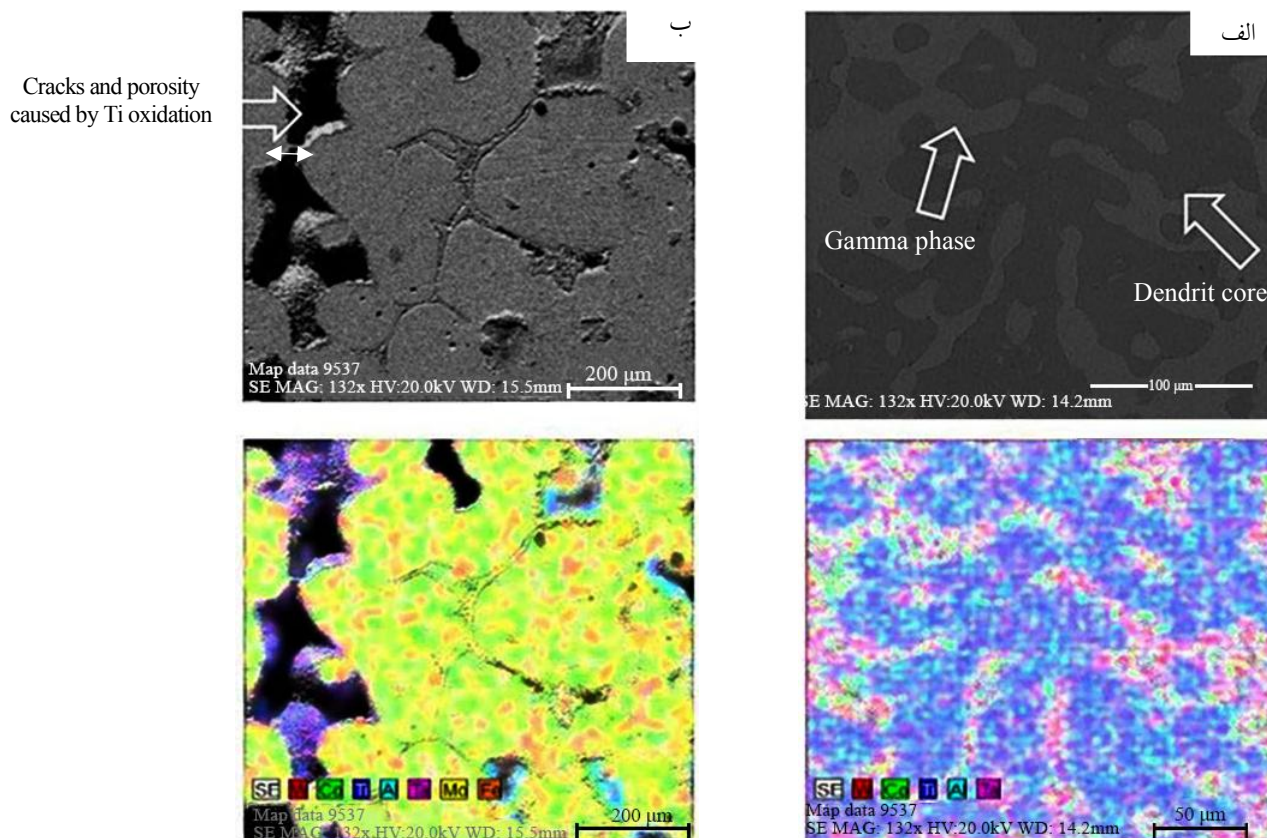
شکل ۵- تصاویر میکروسکوپی نوری نمونه‌های همگن‌سازی شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد و زمان‌های:

(الف) ۲، (ب) ۴، (ج) ۶ و (د) ۸ ساعت

بنابراین تقریباً در تمامی ساختار مقدار تیتانیوم به‌شدت کاهش پیدا کرده است. علاوه بر آنالیز عنصری، کاهش شدید سختی در نمونه‌های همگن‌سازی شده در ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد نیز مؤید اکسید شدن تیتانیوم است. آلومینیم هم تمایل به تشکیل Al_2O_3 دارد، اما از آنجایی که اکسید آلومینیم یک لایه محافظ در برابر اکسیداسیون است با تشکیل اولین لایه Al_2O_3 نرخ اکسیداسیون آلومینیم کاهش پیدا کرده و مانع از اکسید شدن کل آلومینیم شده است.

همچنین نقاط تیره‌ای که در کل نقشه‌های شکل‌های (۷-ب) و (۶-ب) مشترک هستند، بیانگر عدم وجود هر یک از عناصر آلیاژی است. مطالعات [۲، ۵ و ۷] نشان می‌دهند، به دلیل اینکه آلومینیم از عناصر اصلی تشکیل‌دهنده فاز β و ترکیبات یوتکتیک آلومینیم، تیتانیوم و کبالت است که نقطه ذوب کمتر از ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد دارند، با همگن‌سازی در دمای اشاره شده در برخی مناطق ساختار، ذوب موضعی مشاهده می‌شود. شکل (۸)، نتایج حاصل از آنالیز خطی عناصر آلیاژی

شکل (۶-الف) و (۶-ب) را نشان می‌دهد. با توجه به شکل‌های (۲-ب) و (۶-الف)، در حین همگن‌سازی در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد توزیع عناصر کبالت، تنگستن و تانتالیم یکنواخت‌تر شده است. اما تیتانیوم و آلومینیم رفتار غیرمتعارفی دارند و جدایش بیشتری یافته‌اند. مطابق پژوهش‌ها، علت این رفتار، جدایش زیاد در ساختار ریختگی است [۲، ۴، ۷ و ۱۶]. این عناصر تمایل بیشتری به جایگیری در فاز تیره در شکل‌های (۲-الف) و (۶-الف) دارند و با گذشت زمان در دمای بالا که نفوذ به‌سادگی رخ می‌دهد، این عناصر به داخل فاز تیره نفوذ کرده‌اند. مطابق با شکل (۷-ب)، با همگن‌سازی نمونه‌ها در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد، توزیع کبالت، تنگستن و تانتالیم یکنواخت‌تر شده است. اما آلومینیم و تیتانیوم رفتاری کاملاً متضاد دارند. این دو عنصر در نواحی تیره‌تر شکل (۷-ب) جایگیری کرده‌اند و جدایش این عناصر شدیدتر شده است. نکته دیگر مربوط به تیتانیوم است؛ تیتانیوم تمایل زیادی به ترکیب شدن با اکسیژن موجود در هوا و تشکیل Ti_2O دارد.

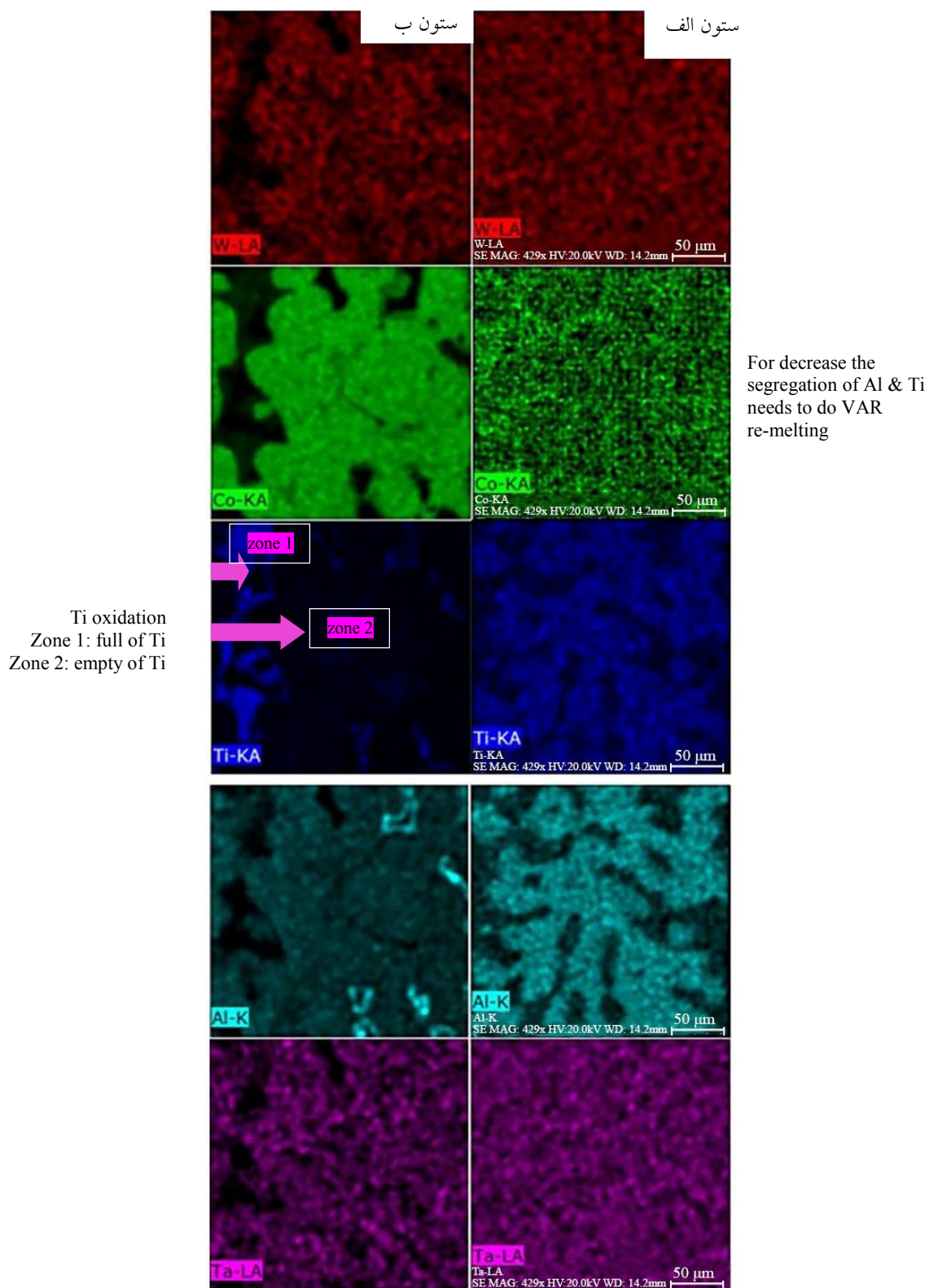


شکل ۶- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و نقشه توزیع عناصر متناظر با آن مربوط به نمونه‌های همگن‌سازی شده به مدت ۸ ساعت در دماهای: الف) ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد و ب) ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد

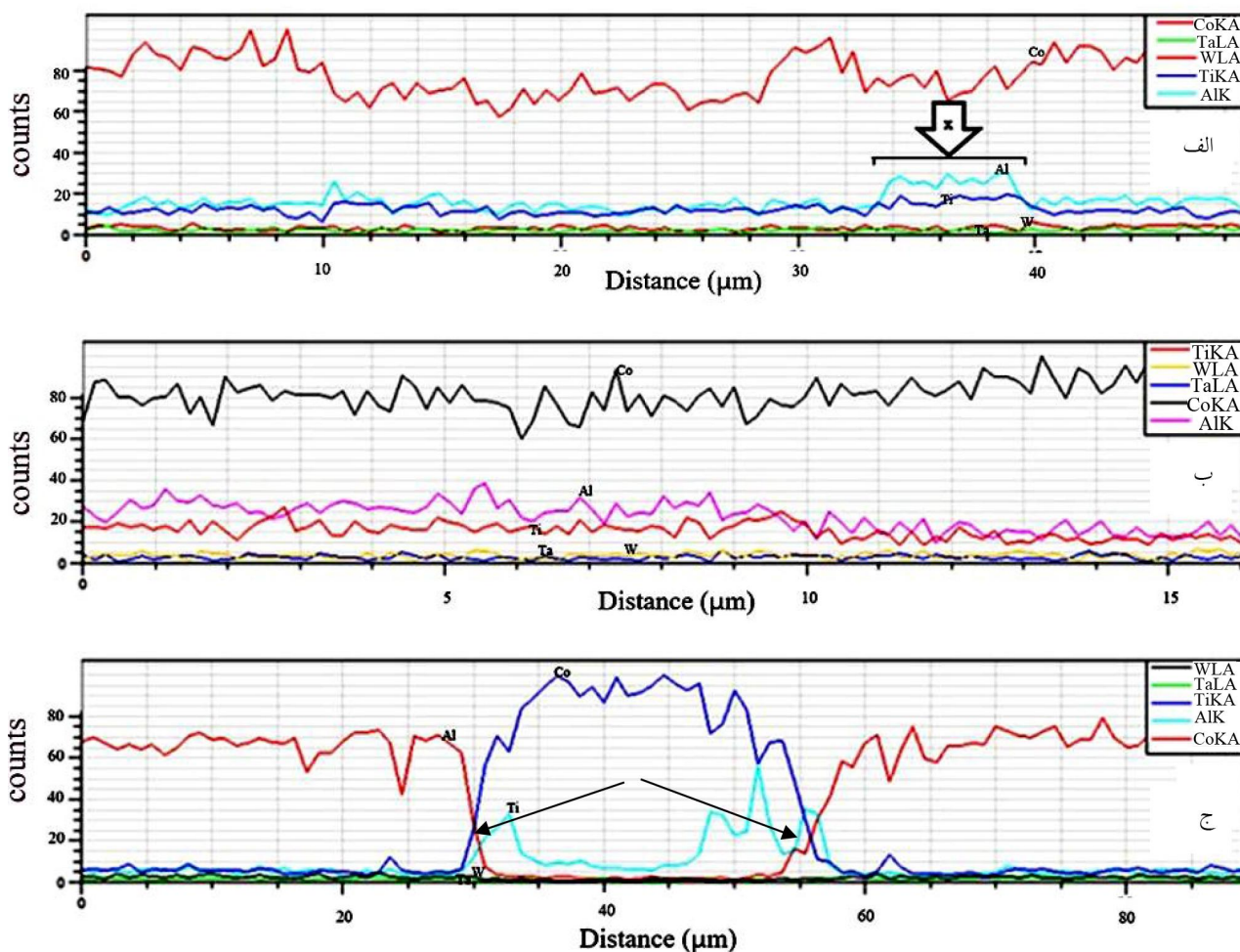
نمونه‌های ریختگی بوده و در حدود ۲۵ واحد است. تانتالیم و تنگستن نیز همانند شکل (۷-الف) توزیع یکنواختی دارند که نسبت به نمونه ریختگی همگن‌تر شده است. شکل (۸-ب) نشان می‌دهد که با وجود اختلاف زیاد غلظت تیتانیوم و آلومینیم در راستای خط آنالیز شده در نمونه همگن شده به مدت ۸ ساعت در ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد (در حدود ۳۰ واحد)، در قیاس با نمونه ریختگی (شکل ۸-الف) توزیع این دو عنصر بهبود یافته است.

در منحنی مربوط به تیتانیوم و آلومینیم در شکل (۸-ب) ناحیه‌ای مشابه با ناحیه x وجود ندارد که به معنای توزیع یکنواخت‌تر این عناصر در نمونه همگن‌سازی شده در ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۸ ساعت است. همان‌طور که پیش‌تر درباره شکل (۷-ب) بیان شد، همگن‌سازی در ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد باعث اکسید شدن و ذوب موضعی شده است.

نمونه‌های ریختگی، پس از همگن‌سازی در ۱۲۵۰ و ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۸ ساعت را نشان می‌دهد. در شکل (۸-الف) مشاهده می‌شود که اختلاف غلظت کبالت در راستای خط آنالیز شده بیش از ۳۰ واحد است. درباره تانتالیم و تنگستن نتایج با شکل‌های (۲-ب) و (۳) همخوانی دارد و اختلاف غلظت تانتالیم و تنگستن در حد قابل قبول است. تیتانیوم و آلومینیم رفتار مشابهی دارند و هر دو دارای جدایش زیادی هستند و بیش از ۲۰ واحد اختلاف غلظت دارند. با توجه به پژوهش‌های پیشین، در ناحیه x، تجمع عناصر تیتانیوم و آلومینیم به وجود آمده که به معنی رسوب‌گذاری فاز مضر غنی از آلومینیم است [۷ و ۱۶]. این فاز می‌تواند فاز مضر β باشد. فاز β یک فاز نرم است که خواص خزشی سوپرآلیاژها را تضعیف می‌کند [۷ و ۱۶]. در شکل (۸-ب) مشاهده می‌شود که اختلاف غلظت کبالت در راستای خط آنالیز شده کمتر از نمونه



شکل ۷- نقشه‌های توزیع عناصر مختلف در نمونه‌های همگن سازی شده به مدت ۸ ساعت در دماهای: الف) ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد و ب) ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد (در پایین سمت چپ هر نقشه عنصر متناظر و پیک مورد بررسی با آن نقشه ارائه شده است).
(رنگی در نسخه الکترونیکی)

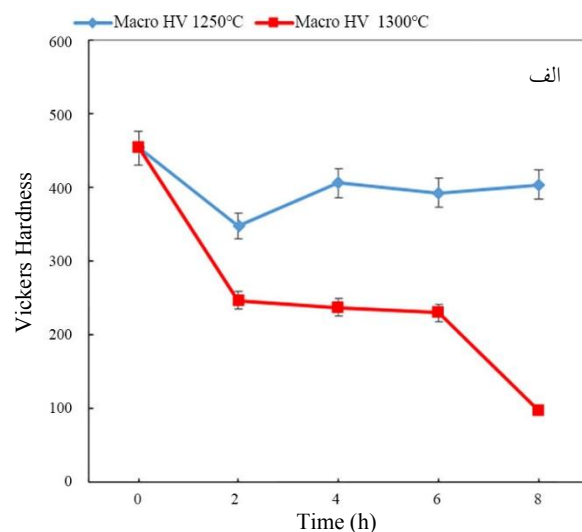
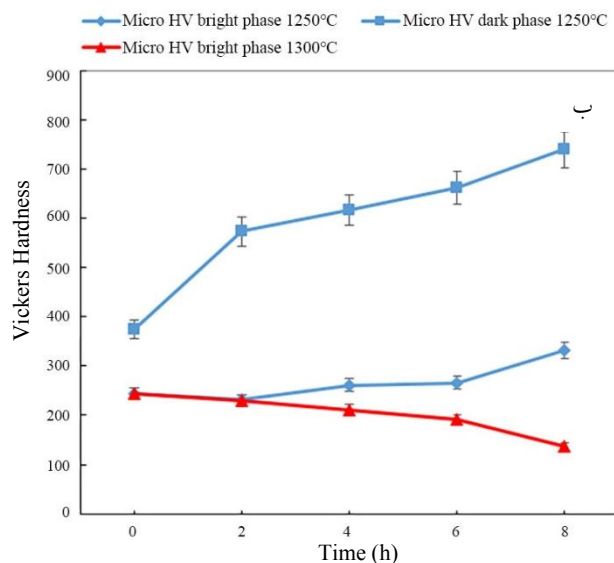


شکل ۸- آنالیز خطی توزیع عناصر:

(الف) نمونه ریختگی، (ب) و (ج) نمونه‌های همگن‌سازی شده به مدت ۸ ساعت در دماهای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد و ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد (رنگی در نسخه الکترونیکی)

۵۰۰ ویکرز اشاره شده است، مطابقت دارد [۲ و ۵]. نتایج سختی در مقیاس ماکرو شکل (۹-الف) نشان می‌دهند که در هر دو دما پس از گذشت دو ساعت از عملیات همگن‌سازی، سختی به شدت افت کرده است. مهم‌ترین علت این امر، انحلال فاز γ' و کاهش چگالی ناهمگایی‌ها و از بین رفتن تنش‌های باقی‌مانده گزارش شده است [۲]. نتایج سختی در مقیاس میکرو و ماکرو نشان داد که با افزایش زمان همگن‌سازی در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد، سختی کاهش یافته است. در واقع باید با گذشت زمان سختی فاز زمینه (γ) در اثر افزایش غلظت عناصر محلول افزایش یابد. اما به دلیل اکسیداسیون و ایجاد

شکل (۸-ج) نیز تأییدکننده نتایج قبلی است و تجمع تیتانیم در قسمت مرکز نمودار، تهی شدن کبالت در همین نواحی و غلظت کم آلومینیم و تیتانیم در بیشتر نواحی نمودار مربوط به نمونه‌های همگن‌سازی شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد هستند. شکل (۹) نمودار تغییرات سختی برحسب زمان و دمای همگن‌سازی را نشان می‌دهد. به نمونه‌های ریختگی و همگن‌سازی شده در ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد با نتایج سختی‌سنجی گزارش شده در مطالعات که در شرایط مشابه عملیات حرارتی روی آلیاژهای مشابه (Co-7Al-7W-4Ti-2Ta ، Co-7Al-7W-4Ti-1Ta و Co-7Al-7W-4Ti) به مقادیر ۳۵۰ تا



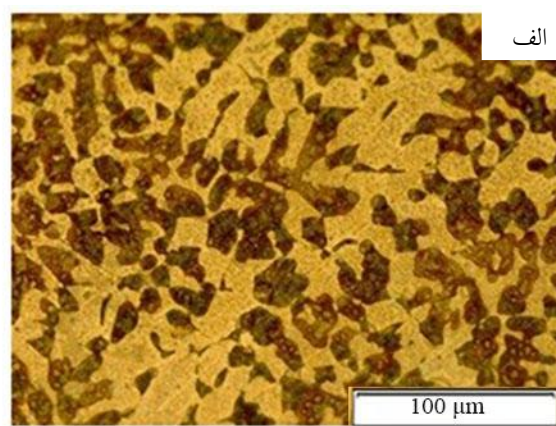
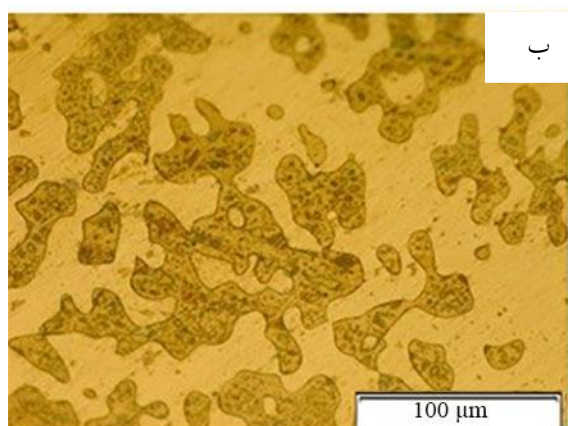
شکل ۹- نمودارهای تغییرات سختی: الف) ماکرو و ب) میکرو نمونه‌ها برحسب زمان در دماهای متفاوت همگن‌سازی (رنگی در نسخه الکترونیکی)

میانگین سختی میکرو، حاصل معدل سختی میکرو فاز روشن (۷) و فاز تیره است؛ مطابق با پژوهش‌های انجام شده [۲ و ۵] اغلب تغییر شکل مربوط به فاز نرم‌تر (۷) است که کسر حجمی بیشتری را اشغال کرده است.

با توجه به مطالعات [۱ و ۵]، جدایش زیاد در ساختار ریختگی اولیه از همگن شدن ریزساختار جلوگیری می‌کند. به همین دلیل شمش مورد مطالعه به وسیله کوره VAR ذوب مجدد شد. پس از ذوب مجدد، همگن‌سازی در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد تا ذوب موضعی و مناطق یوتکتیک کاهش یابد. شکل (۱۰) ریزساختار آلیاژ مورد مطالعه پس از ذوب مجدد و همگن‌سازی را نشان می‌دهد.

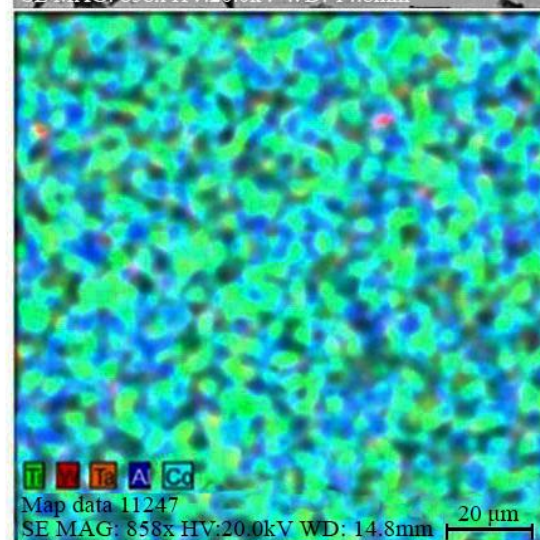
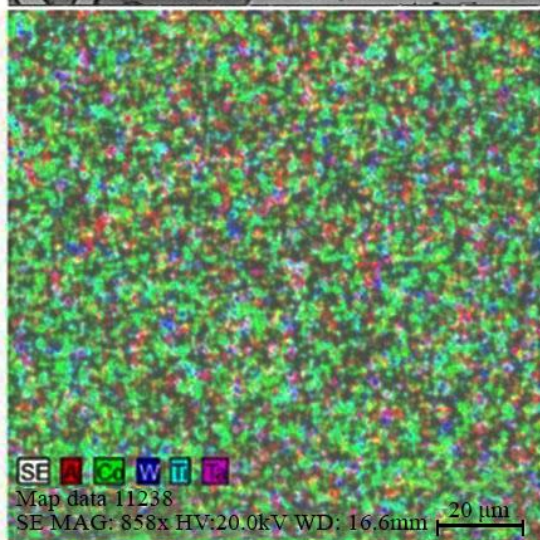
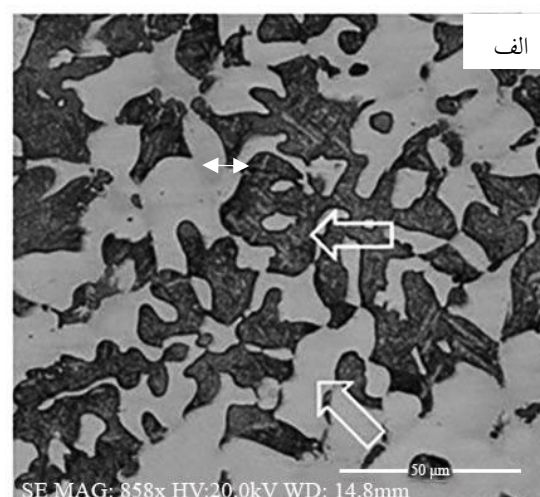
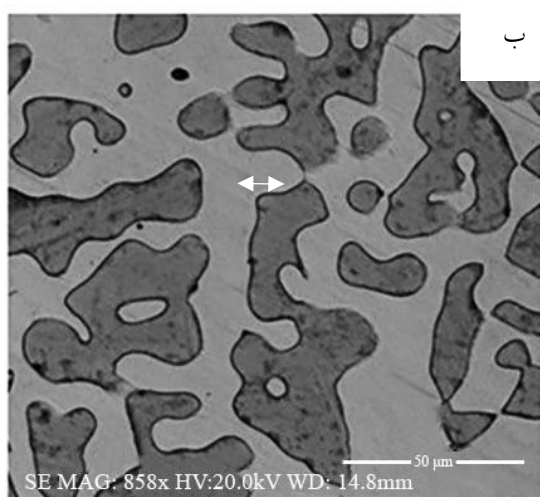
مقایسه ساختارهای قبل (شکل ۱) و پس از ذوب مجدد (شکل ۱۰- الف) نشان می‌دهد که توزیع دندریت‌ها پس از ذوب مجدد یکنواخت‌تر و ظریف‌تر شده است. این امر بیانگر کاهش جدایش در ساختار ریختگی است. به منظور بررسی دقیق‌تر از میکروسکوپ الکترونی نیز بهره گرفته شد. شکل (۱۱) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و نقشه توزیع عناصر متناظر با آنها پس از ذوب مجدد و همگن‌سازی در ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد بعد از ۱۰ ساعت را نشان می‌دهد.

تخلخل در ساختار و وقوع ذوب موضعی در مناطق غنی از آلومینیم، سختی نمونه‌های همگن‌سازی شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد با افزایش زمان همگن‌سازی، کاهش یافته است. اما در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد وضعیت متفاوت است و به دلیل عدم وقوع اکسیداسیون، تخلخل ایجاد نشده و همچنین در هیچ کدام از نمونه‌ها ذوب موضعی ایجاد نشده است. در این دما با گذشت زمان و افزایش غلظت عناصر آلیاژی مانند تیتانیم و آلومینیم در فاز زمینه، سختی افزایش پیدا کرده است. شکل (۹) نشان می‌دهد که با همگن‌سازی در ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد با افزایش زمان، سختی هر دو فاز افزایش پیدا کرده است. در هر دو فاز، با گذشت زمان توزیع عناصر داخل هر فاز نیز یکنواخت‌تر شده است و به عبارت دیگر غلظت عناصر محلول جامد در فازها افزایش می‌یابد. همین امر، علت افزایش سختی فازها در مقیاس میکرو با گذشت زمان در این شرایط همگن‌سازی است. با توجه به نمودارهای سختی در مقیاس ماکرو و میکرو مربوط به همگن‌سازی در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد در شکل (۹)، مشاهده می‌شود که با افزایش زمان اختلاف میان سختی ماکرو و میانگین سختی میکرو بیشتر می‌شود. به عبارت دیگر



شکل ۱۰- تصاویر میکروسکوپی نوری سوپرآلیاژ Co-7Al-7W-4Ti-2Ta:

(الف) پس از ذوب مجدد در کوره قوس الکتریکی ذوب مجدد تحت خلأ و (ب) پس از همگن سازی در ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۰ ساعت



شکل ۱۱- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی و نقشه توزیع عناصر متناظر با آن:

(الف) پس از ذوب مجدد در کوره قوس الکتریکی ذوب مجدد تحت خلأ و (ب) پس از همگن سازی در ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۰ ساعت

جدول ۲- نتایج حاصل از سختی‌سنجی آلیاژ مورد بررسی در پژوهش حاضر پس از ذوب مجدد و همگن‌سازی

نمونه	سختی ماکرو (HV)	سختی میکرو فاز روشن (HV)	سختی میکرو فاز تیره (HV)	میانگین سختی میکرو (HV)
ریختگی (پس از ذوب مجدد)	۳۷۰	۳۱۳ و ۳۴۱	۴۹۱ و ۵۰۱	۴۱۲
همگن‌سازی (۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد - ۱۰ ساعت)	۴۲۰	۳۷۲ و ۳۸۲	۵۵۱ و ۵۶۴	۴۶۷

شکل (۱۲) نیز نقشه توزیع هر یک از عناصر را به تفکیک پس از ذوب مجدد و همگن‌سازی در ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۰ ساعت نشان می‌دهد. مقایسه شکل‌های (۱۱-الف)، (۱۲-الف)، (۲-ب) و (۳) نشان می‌دهند که در مقایسه با قبل از ذوب مجدد در شرایط ریخته‌گری در کوره VIM، پس از ذوب مجدد جدایش عناصر به‌خصوص تیتانیوم و آلومینیم کاهش پیدا کرده است. پس از همگن‌سازی نیز هیچ اثری از جدایش شدید در ساختار اولیه باقی نمانده است و با وجود اینکه دو فاز متفاوت در ساختارها نمایان است، اختلاف غلظتی این دو فاز بسیار کاهش یافته است.

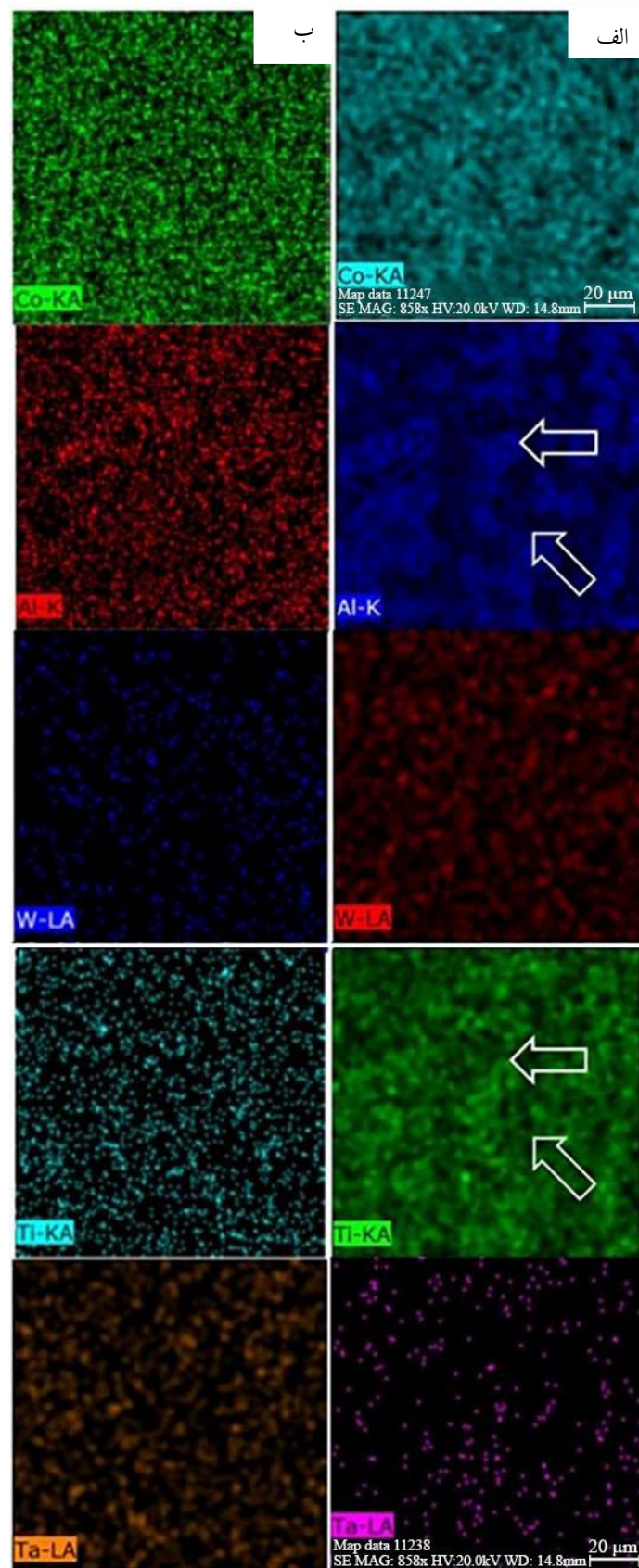
پژوهشگران گزارش کرده‌اند که فاز γ' در سوپرآلیاژهای پایه کبالت نسل جدید، به‌صورت رسوبات روشن داخل فاز تیره رنگ (زمینه) قرار دارد که پس از عملیات همگن‌سازی انحلال پیدا می‌کند [۲، ۵، ۷ و ۱۶]. مقایسه شکل‌های (۱۲-الف و ۱۲-ب) نیز نشان می‌دهد که رسوبات روشن مشابهی داخل فاز تیره وجود داشتند که پس از عملیات همگن‌سازی، انحلال پیدا کرده‌اند. نتایج آنالیز خطی از فازهای روشن و تیره و مرز این فازها در نمونه‌های همگن شده و پس از ذوب مجدد در شکل (۱۳) نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که میانگین اختلاف غلظت تیتانیوم و آلومینیم میان دو فاز تیره و روشن قبل از همگن‌سازی ۱۵ واحد بوده که پس از همگن‌سازی به ۵ واحد کاهش پیدا کرده است. این نتایج نیز تأیید کننده کاهش جدایش و همگن شدن نمونه پس از همگن‌سازی در ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۰ ساعت برای نمونه ذوب مجدد شده است.

باتوجه به شکل (۱۱) نیز مشاهده می‌شود، تیتانیوم و آلومینیم که بیشترین جدایش را در ساختار ایجاد کرده‌اند، پس از

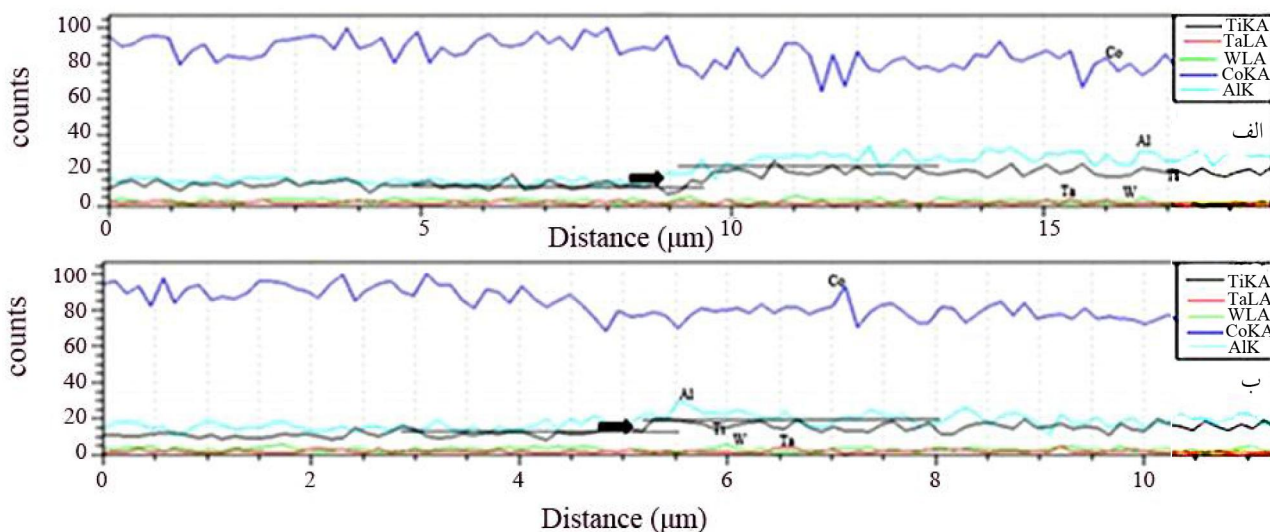
همگن‌سازی رفتار همگن‌تر و یکنواخت‌تری را از خود نشان داده‌اند. میانگین اختلاف غلظت این دو عنصر در حالت همگن نشده چهار برابر بیشتر از حالت همگن شده است (میانگین غلظت تیتانیوم و آلومینیم در هر یک از فازها داخل شکل (۱۳) با خط و پیکان مشخص شده است).

شکل (۱۴) نتیجه حاصل از آزمایش الگوی تفرق پرتو X مربوط به نمونه همگن‌سازی شده در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۰ ساعت را نشان می‌دهد. با توجه به تصاویر میکروسکوپی الکترونی در شکل‌های (۱۰)، (۱۱) و (۱۴) می‌توان نتیجه گرفت که فاز بین دندریتی که پس از همگن‌سازی انحلال پیدا کرده حاوی مقادیر زیادی از فاز β است. ذرات فاز β در ساختار آلیاژ ریختگی داخل فاز بین دندریتی و در میان رسوبات γ' و زمینه γ قرار گرفته‌اند. از این رو به‌نظر می‌رسد که در ساختار ریختگی فاز ستونی شکل مشابه فاز γ' است؛ مناطق هسته‌های دندریتی مشابه فازهای γ و α و همچنین مناطق تیره‌رنگ داخل فاز بین دندریتی نیز مشابه فازهای β و α هستند. رسوبات γ' و β پس از همگن‌سازی تا حد زیادی انحلال یافته‌اند و ساختار یکنواخت حاوی مقادیر زیادی از فازهای γ و α حاصل شده است. در این فازها کبالت عنصر اصلی تشکیل دهنده است و مابقی عناصر آلیاژی به‌صورت جانشین، محلول جامد تشکیل می‌دهند.

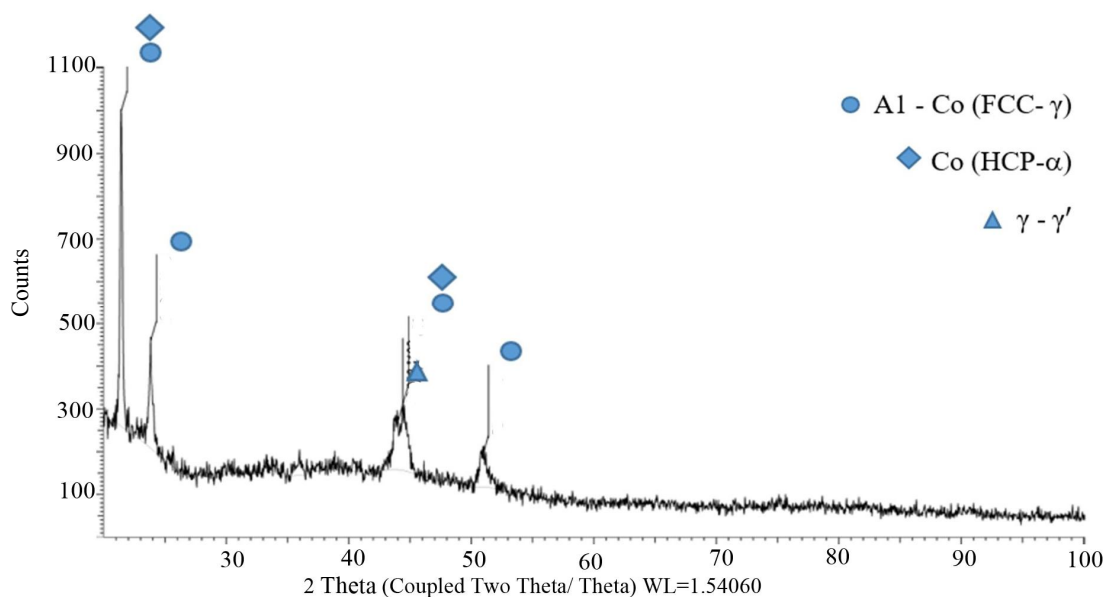
جدول (۲) نتایج حاصل از سختی‌سنجی نمونه‌ها پس از ذوب مجدد را نشان می‌دهد. همان‌طور که پیش‌تر بیان شد، در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد با گذشت زمان رسوب‌های مختلف انحلال پیدا کرده و غلظت عناصر محلول در فاز تیره و روشن افزایش می‌یابد.



شکل ۱۲- نقشه‌های تفکیک شده توزیع عناصر متناظر با تصاویر شکل (۱۱) ستون: الف) ذوب مجدد و ب) پس از همگن‌سازی



شکل ۱۳- آنالیزهای خطی توزیع عناصر متناظر با شکل (۱۱): الف) پس از ذوب مجدد در کوره تحت خلأ و ب) پس از همگن سازی در 1250° درجه سانتی گراد به مدت 10° ساعت (منطقه مورد نظر برای آنالیز خطی در شکل ۱۱ با پیکان دو جهت نشان داده شده است). (رنگی در نسخه الکترونیکی)



شکل ۱۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه ذوب مجدد و همگن شده در 1250° درجه سانتی گراد به مدت 10° ساعت

موجود در ساختار کاهش پیدا کرده، پس از همگن سازی نیز این اختلاف زیاد نشده و ساختار همگن تری حاصل شده است.

۴- نتیجه گیری

۱- تیتانیوم و آلومینیم با تشکیل فازهای یوتکتیک به همراه کبالت

با افزایش غلظت عناصر محلول، سختی نیز افزایش پیدا می کند. اما نکته قابل توجه اختلاف سختی فاز تیره و فاز روشن است که قبل از ذوب مجدد با افزایش زمان همگن سازی افزایش یافته بود. به عبارت دیگر جدایش ساختار نیز افزایش یافته بود. اما پس از ذوب مجدد علاوه بر اینکه اختلاف سختی فازهای

۴- بررسی‌های نتایج سختی‌سنجی آلیاژ پس از ریخته‌گری در کوره VIM، نشان داد که با افزایش زمان همگن‌سازی در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد سختی فازها در مقیاس میکرو به‌شدت افزایش پیدا می‌کند. اما در مقیاس ماکرو این روند افزایشی با شیب بسیار کمتر رخ می‌دهد.

۵- بررسی نتایج سختی‌سنجی نشان داد که در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد سختی فازها هم در مقیاس میکرو و هم در مقیاس ماکرو به‌شدت کاهش می‌یابد. علت این روند کاهشی اکسیداسیون تیتانیم و تشکیل نواحی یوتکتیک و ذوب موضعی است که حین همگن‌سازی روی داده است.

۶- بررسی نتایج سختی‌سنجی آلیاژ پس از ذوب مجدد در کوره VAR نسبت به حالت ریختگی قبل از VAR، نشان داد که سختی ماکرو و میانگین سختی میکرو مقادیر نزدیکی به یکدیگر دارند و اختلاف سختی فازهای تیره و روشن نیز بسیار کمتر شده است.

جدایش زیادی در ساختار ریختگی ایجاد می‌کنند و سختی را به‌شدت کاهش می‌دهند. این عناصر میل به اکسیداسیون زیادی دارند و برای کاهش اثرات مخرب این عناصر باید جدایش ناشی از حضور این عناصر را تا حد ممکن کاهش داد.

۲- با همگن‌سازی آلیاژ ریخته‌گری شده به‌وسیله کوره VIM، در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد پایداری فاز γ بسیار بیشتر از دیگر فازهای موجود در ساختار ریختگی می‌شود و ساختار تک‌فاز γ حاصل شده است. اما در این دما آلومینیم و تیتانیم، اکسید شده‌اند. همچنین فازهای یوتکتیک و فازهای متخلخل در برخی مناطق ساختار ایجاد شده است.

۳- همگن‌سازی آلیاژ ریخته‌گری شده به‌وسیله کوره VIM، در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد، هیچ‌گونه ذوب موضعی یا منطقه متخلخلی را ایجاد نکرده است. بنابراین پیشنهاد می‌شود آلیاژ به‌وسیله کوره VAR تحت عملیات ذوب مجدد قرار گیرد تا جدایش و ساختار دندردیتی حذف شود. سپس عملیات همگن‌سازی در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد به‌مدت ۱۰ ساعت انجام شود.

واژه‌نامه

1. anti phase boundary
2. vacume induction melting
3. vacume arc remelting

4. optical microscopy
5. scaning electron microscopy
6. energy dispersive X-ray Spectroscopy

مراجع

1. Gu, Y., Harada, H., Cui, C., Ping, D., Sato, A., and Fujioka, J., "New Ni-Co-Base Disk Superalloys with Higher Strength and Creep resistance", *Scripta Materialia*, Vol. 9, pp. 815-818, 2006.
2. Bocchini, P. J., "Microstructure and Mechanical Properties in Gamma (Face-Centered Cubic) + Gamma Prime (L12) Precipitation-Strengthened Cobalt-based Superalloys", Ph.D. Thesis, Northwestern University, 2015.
3. Yan, H -Y., Vorontsov, V. A., and Dye, D., "Alloying Effects in Polycrystalline γ' Strengthened Co-Al-W Base Alloys", *Intermetallics*, Vol. 48, pp. 44-53, 2014.
4. Bauer, A., Neumeier, S., Pyczak, F., and Göken, M., "Microstructure and Creep Strength of different γ/γ' -Strengthened Co-Base Superalloy variants", *Scripta Materialia*, Vol. 12, pp. 1197-1200, 2010.
5. Bauer, A., Neumeier, S., Pyczak, F., Singer R. F., and

- Göken, M., "Creep Properties of Different γ' -Strengthened Co-Base Superalloys", *Materials Science and Engineering*, Vol. 550, pp. 333-341, 2012.
6. Zhu, L., Wei, C., Qi, H., Jiang, L., Jin, Z., and Zhao, J. -C., "Experimental Investigation of Phase Equilibria in the Co-Rich Part of the Co-Al-X (X= W, Mo, Nb, Ni, Ta) Ternary Systems using Diffusion Multiples", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 691, pp. 110-118, 2017.
7. Ding, X. F., Mi, T., Xue, F., Zhou, H. J., and Wang, M. L., "Microstructure Formation in $\gamma-\gamma'$ Co-Al-W-Ti Alloys During Directional Solidification", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 599, pp. 159-163, 2014.
8. McDevitt, E. T., "Feasibility of Cast and Wrought Co-Al-WX Gamma-prime Superalloys", *Materials Science Forum, Trans Tech Publications*, Vol. 783, Pp. 1159-1164, 2014.
9. Mughrabi, H., "The Importance of Sign and Magnitude

- of γ/γ' Lattice Misfit in Superalloys-with Special Reference to the New γ' -Hardened Cobalt-Base Superalloys”, *Acta Materialia*, Vol. 81, pp. 21-29, 2014.
10. Xue, F., Zhou, H., Chen, X., Shi, Q., Chang, H., Wang, M., Ding, X. and Feng, Q., “Creep Behavior of a Novel Co-Al-W-Base Single Crystal Alloy Containing Ta and Ti at 982 °C”, *MATEC Web of Conferences, EDP Sciences*, Vol. 14, p. 15002, 2014.
 11. Zhuang, X., Song L., Longfei, L., and Qiang, F., “Microstructures and Properties of a Novel γ' -Strengthened Multi-Component CoNi-Based Wrought Superalloy Designed by CALPHAD Method”, *Materials Science and Engineering*, pp. 139-219, 2020.
 12. Hausmann, D., Solís, C., Freund, L. P., Volz, N., Heinemann, A., Göken, M., Gilles, R., and Neumeier, S., “Enhancing the High-Temperature Strength of a Co-Base Superalloy by Optimizing the γ/γ' Microstructure”, *Metals*, Vol. 3, pp. 321, 2020.
 13. Sohrabi, M. J., and Mirzadeh, H. “Estimation of Homogenisation Time for Superalloys Based on a New Diffusional Model”, *Materials Science and Technology* 36, Vol. 3, pp. 380-384, 2020.
 14. Povstugar, I., Choi, P -Pa., Neumeier, S., Bauer, A., Zenk, C. H., Göken, M., and Raabe, D., “Elemental Partitioning and Mechanical Properties of Ti- and Ta-Containing Co-Al-W-Base Superalloys Studied by Atom Probe Tomography and Nanoindentation”, *Acta Materialia*, Vol. 78, pp. 78-85, 2014.
 15. Casas, R., Gálvez, F., and Campos, M., “Microstructural Development of Powder Metallurgy Cobalt-Based Superalloys Processed by Field Assisted Sintering Techniques (FAST)”, *Materials Science and Engineering*, Vol. 724, pp. 461-468, 2018.
 16. Zhou, X., Fu, H., Zhang, Y., Xu, H., and Xie, J., “Effect of Ta and Ti on the Solidification Characteristics of Novel γ' -Strengthened Co-base Superalloys”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 768, pp. 464-475, 2018.