



دانشکده مهندسی مواد و متالورژی

سمینار درس فرایندهای انجماد پیشرفته

عنوان سمینار:

جدایش سوپرآلیاژهای پایه نیکل در خلال انجماد جهت دار

دی 1390

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

فهرست

5	فصل اول
5	مقدمه اي بر سوپرآلياژ
6	مقدمه
6	معرفي و کاربرد
7	تقسيم بندي سوپرآلياژها برحسب روش توليد
7	سوپرآلياژهاي كارپذير
8	سوپرآلياژهاي متالورژي پودر
8	سوپرآلياژهاي پلي كريستال ريختگي
8	سوپرآلياژهاي تك كريستالي انجماد جهتدار
9	سوپرآلياژهاي پايه نيكل
10	فصل دوم
10	انجماد جهت دار سوپرآلياژ پايه نيكل
11	مقدمه
13	ريخته گري تك كريستال
13	چگونگي ايجاد انجماد جهت دار سوپرآلياژهاي پايه نيكل
14	شكل گيري ساختار انجماد جهت دار
16	نتيجه گيري
17	فصل سوم
17	جدائش در سوپرآلياژ پايه نيكل
18	مقدمه
19	نگاشت كمي جدائش ميكرو
23	تحليل نتايج بدست آمده ازنگاشت كمي جدائش ميكرو
25	نتايج

26	فصل چهارم
26	جدایش سطحی در حین انجماد جهت دار در سوپراآلیاژ پایه نیکل
27	مقدمه
29	مشخصه‌های ساختاری
30	توصیف یوتکتیک سطحی-مورفولوژی و ترکیب
33	مکانیزم‌های ممکن و دلایل آنها
33	واکنش بین فلز-قالب
34	شاخه دار شدن دندریته‌ها-طبیعت بازوهای اولیه دندریتی
34	انقباض شبکه دندریتی
36	نتیجه‌گیری
37	مراجع

فصل اول

مقدمه اي بر سوپرآلياژ

1-1-1. مقدمه

1-1-1. معرفی و کاربرد

سوپرآلیاژها در واقع آلیاژهایی مقاوم در برابر حرارت، خوردگی و اکسیداسیون می باشند که به لحاظ ترکیب شیمیایی شامل سه گروه پایه نیکل، نیکل - آهن و پایه کبالت می باشند. اولین استفاده از سوپرآلیاژها در ساخت توربین های گازی، طرح های تبدیل ذغال سنگ، صنایع شیمیایی و صنایعی که نیاز به مقاومت حرارتی و خوردگی داشتهاند بوده است.

امروزه تناژ وسیعی از قطعات مصرفی در توربین های گازی از جنس سوپرآلیاژها می باشند. در ذیل به بعضی از مصارف این قطعات اشاره شده است:

• توربینهای گازی هواپیما

• توربینهای بخار نیروگاه های تولید برق

• ساخت قالب های ریختهگری و ابزارهای گرمکار

• مصارف پزشکی و دندانپزشکی

• فضاپیماها

• تجهیزات عملیات حرارتی

• سیستمهای نوترونی و هسته‌ای

• سیستمهای شیمیایی و پتروشیمی

• تجهیزات کنترل آلودگی

• تجهیزات و کوره‌های نورد فلزات

• مبدلهای حرارتی تبدیل ذغال سنگ

به منظور انتخاب سوپرآلیاژها جهت مصرف در کاربردهای فوق لازم است خواص فنی نظیر شکلپذیری، استحکام، مقاومت خزشی، استحکام خستگی و پایداری سطحی در نظر گرفته شوند.

با توجه به نحوه تولید میتوان سوپرآلیاژها را به چهار گروه کلی تقسیم بندی نمود که عبارتند از:

2-1. تقسیم بندی سوپرآلیاژها برحسب روش تولید

1-2-1. سوپرآلیاژهای کارپذیر

سوپرآلیاژهای کارپذیر در حقیقت گروهی از سوپرآلیاژها هستند که قابلیت کار مکانیکی دارند و از روشهای مکانیکی می‌توان به آنها شکل داد. به منظور تولید مقاطع معینی از سوپرآلیاژهای کارپذیر، اولین گام آن است که شمش‌های سوپرآلیاژها به دلیل حضور عناصر فعال (عناصری که سریع در مجاورت هوا اکسید می‌شوند) در شرایط خاصی تهیه شوند. فرایندهای ذوب در خلاء در مورد تهیه سوپرآلیاژهای پایه نیکل و پایه آهن جزء ضروریات می‌باشد. اما در مورد سوپرآلیاژهای پایه کبالت امکان ذوب در هوا وجود دارد. این فرایند به طور خلاصه شامل ذوب القایی تحت خلاء (VIM)، ذوب مجدد قوس الکتریکی در خلاء (VAR) و ذوب مجدد با سرباره (ESR)، فرایندهای ترمومکانیکی و متالورژی پودر می‌باشند.

پس از تهیه شمش‌های کارپذیر به یکی از روش‌های فوق عملیات شکل دهی صورت می‌گیرد. عملیات شکل دهی سوپرآلیاژها نیز می‌تواند توسط عملیات متداول کلیه آلیاژهای فلزی انجام پذیرد. سوپرآلیاژهای پایه آهن، کبالت و نیکل را می‌توان به صورت مفتول، صفحه، ورق، نوار، سیم و اشکال دیگر توسط فرایندهای نورد، اکستروژن و آهنگری تولید نمود. معمولاً عملیات شکل دهی دردمای بالا صورت می‌گیرد و تعداد کمی از سوپرآلیاژها را میتوان به صورت سرد شکل دهی نمود.

ساختارهای یکنواخت و ریزدانه‌ای که از شکل دهی سرد حاصل می‌شود نسبت به ساختارهای شکل دادن گرم ارجعیت دارند.

عملیات ترمودینامیکی بر روی سوپرآلیاژها معمولاً در حدود 950-1000 درجه سانتی گراد انجام میشود که به این ترتیب در حین شکل دادن عملیات حرارتی نیز صورت میگیرد.

2-2-1 سوپرآلیاژهای متالورژی پودر

بسیاری از انواع آلیاژهای کارپذیر از طریق فرایندهای متالورژی پودر تولید میگردند. امروزه قطعات متالورژی پودر از جنس سوپرآلیاژ با دانسیته کامل از طریق روش های اکستروژن یا پرسکاری ایزواستاتیک گرم (HIP) تولید میگردند. مهمترین این قطعات قیچیها و سوزنهای جراحی میباشند.

فرایندهای متالورژی پودر به دلیل داشتن مزایای زیر بر فرایندهای ریخته گری ترجیح داده میشوند هر چند که معایبی را نیز به همراه خواهند داشت:

- یکنواختی در ترکیب شیمیایی و ساختار کریستالی

- ریز بودن اندازه دانههای کریستالی

- کاهش جدایشها

- راندمان بالاتر از نظر مصرف مواد

اما مشکلاتی نظیر حضور گاز باقیمانده، آلودگی کربنی و آخال های سرامیکی باعث می گردد که دربرخی موارد نیز فرایندهای شمش ریزی و ترمومکانیکی متداول صورت پذیرند.

3-2-1. سوپرآلیاژهای پلی کریستال ریختگی

وجود محدودیت های تکنولوژیکی سبب محدود شدن رشد صنعت سوپرآلیاژ می گردد و بنابراین با پیدایش فرایندهای جدید تولید، این صنعت نیز روز به روز توسعه مییابد.

تعداد زیادی از فرایندها را می توان در تولید قطعات سوپرآلیاژ با اندازه نزدیک به قطعه نهایی مورد استفاده قرار داد اما اساساً این قطعات توسط فرایند ریختهگری دقیق تولید میگردند.

محدوده ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژهای ریختگی بسیار گسترده تر از سوپرآلیاژهای کارپذیر بوده و بنابراین خواص متنوع تری نیز از این طریق قابل حصول خواهند بود هر چند که انعطاف پذیری و مقاومت به خستگی در فرایندهای کار مکانیکی بهتر از ریختهگری خواهد بود، اما امروزه با توسعه فرایندهای جدید ریخته گری و انجام عملیات حرارتی متعاقب، خواص سوپرآلیاژهای ریختگی نیز افزایش یافته است.

4-2-1. سوپرآلیاژهای تک کریستالی انجماد جهتدار

به منظور توسعه توربینهای گازی مصرفی در هواپیماها و افزایش دماهای کاری و کارایی موتورها، به طور مداوم روشهای تولید سوپرآلیاژها در حال بهبود است.

قسمت های بحرانی توربین ها معمولاً شامل پره های تحت فشار بالا، هواکشها و دیسک ها می- باشند. در طول 15 سال گذشته تحقیقات بسیاری در زمینه افزایش راندمان توربین ها صورت گرفته است و عمده این تحقیقات بر امکان افزایش دمای ورودی، فشارکاری و کاهش هزینه های تولید استوار بوده است. توسعه فرایند انجماد جهت دار به منظور تولید تک کریستالی های ریختگی سبب شده تا بتوان از این طریق پره های توربین را با دانه های جهت دار در راستای اعمال تنش تولید نمود و به این ترتیب علاوه بر خواص پایدار حرارتی، استحکام خستگی، استحکام خزشی و انعطاف پذیری نیز افزایش یابند.

با توسعه این تکنولوژی، امروزه در توربین های مصرفی در نیروگاه های برق نیز از قطعات تک کریستال از جنس سوپرآلیاژها استفاده به عمل میآید.

در سال های اخیر شرکت هواپیمایی PWA یکی از پیشگامان تولید سوپرآلیاژها می باشد و تولید آلیاژهای PWA 1480 به صورت تک کریستال توسط این شرکت، سبب افزایش عمرکاری هواپیمای جنگی F-100 گردیده است.

به طور کلی این آلیاژها شامل سه گروه پایه نیکل، پایه آهن و پایه کبالت می باشند که بسته به درجه حرارت کاربردی مورد استفاده قرار میگیرند.

3-1. سوپرآلیاژهای پایه نیکل

امروزه آلیاژهای نیکل در حالت های " تک فازی "، " رسوب سخت شده " و " مستحکم شده توسط رسوبات و کامپوزیتها " در مصارف صنعتی مختلف مورد استفاده قرار می گیرند. سوپرآلیاژ های پایه نیکل دارای پیچیده ترین ترکیباتی می باشند که در قطعات دمای بالا به کار می روند. در حال حاضر 50 درصد وزن موتورهای هواپیماهای پیشرفته از جنس این آلیاژها می باشد. خصوصیات اصلی آلیاژهای نیکل، پایداری حرارتی و قابلیت مستحکم شدن میباشد.

بسیاری از این آلیاژها حاوی 10 الی 20 درصد کرم، حداکثر 8 درصد آلومینیوم و تیتانیوم، 5 تا 15 درصد کبالت و مقادیر کمی مولیبدن، نیوبیم و تنگستن میباشد.

دو گروه اصلی از آلیاژهای آهن - نیکل که میزان نیکل آنها بیشتر از مقدار آهن است عبارت از گروه Incoloy 706 و Inconel 718 میباشد.

این آلیاژها معمولاً حاوی 3 تا 5 درصد نیوبیم می باشند و در ردیف آلیاژهای پایه نیکل قرار می- گیرند. آلیاژهای پایه نیکل معمولاً تا دمای 650 درجه سانتی گراد استحکام خود را حفظ می کنند. اما در دماهای بالاتر به سرعت استحکام خود را از دست میدهند.

فصل دوم

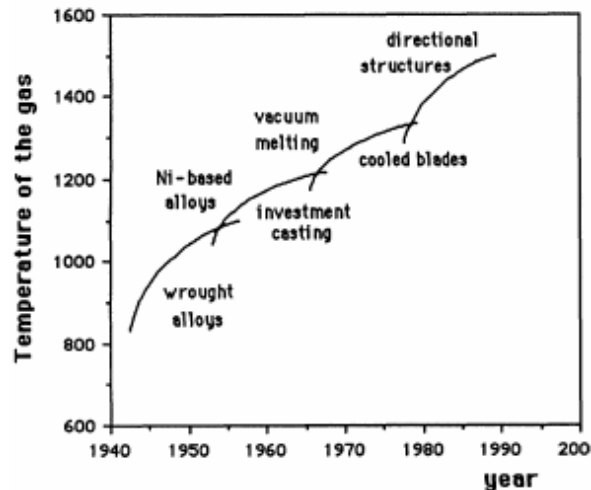
انجماد جهت دار سوپرآلیاژ پایه نیکل

2-1- مقدمه

برای افزایش بازده موتورهای جت، تحقیقات فراوانی برای افزایش دمای گازی که از محفظه احتراق خارج می‌شود و وارد توربین می‌شود، انجام شده است. همانطور که در شکل 1 نشان داده شده است، در دهه های اخیر دمای این گاز خروجی به ازای هر سال حدود 15 درجه افزایش یافته است که منجر به افزایش فشار در موتورهای نظامی و کاهش مصرف سوخت در موتور های مهندسی شده است. بنابراین، مهمترین عوامل مورد نیاز برای پره های توربین گازی، قابلیت دمایی تیغه چرخنده، مقاومت خزشی در دمای بالا و مقاومت خوب در برابر خستگی حرارتی، اکسیداسیون و خوردگی می باشد. طبق یک عملیات کاربردی نشان داده شده است که یک سوم از کل خسارات وارده مربوط به خستگی می باشد و دو سوم آن به علت خزش می باشد [1].

مهمترین تغییراتی که منجر به افزایش قابلیت توربین میشود، به صورت شماتیک در شکل 2-1 نشان داده شده است [1].

بین دهه 40 و 60 میلادی آلیاژهای ریختگی پایه آهن جای خود را به آلیاژهای پایه نیکل (به همراه مقداری از عناصر Ti و Al برای ایجاد رسوبات γ' و تشکیل فاز Ni_3Al) داد که این امر سبب افزایش مقاومت خزشی این مواد گشت. مواد جدید برای ساخت موتورهای سوخت دما بالا هیچ آهنی ندارند اما از نیکل همراه با تعدادی از عناصر افزودنی که هر کدام نقش منحصر به فردی دارند تشکیل شده است. Nb و Ti و Al وارد فاز γ' میشوند و کیفیت رسوبات را بالا می برند. Cr و W و Mo به زمینه محلول جامد γ وارد شده و استحکام محلول جامد و مقدار کاربیدهای موجود در فاز زمینه γ را افزایش می دهند. Co هم پایداري رسوبات را در دمای بالا افزایش می دهد [1].



شکل 1-2. سیر تکاملی دمای گاز در دهانه ورودی (دمای دهانه ورودی توربین) [1].

IN100 یا MARM200 (جدول 1-2) آلیاژهایی هستند که نوعاً در دهه 60 برای ساخت تیغه‌های توربین با ساختار هم محور به وسیله روش های ریخته گری سنتی در درون قالب به دست می‌آمدند. این آلیاژها هنوز هم برای قسمت های غیر بحرانی موتور مورد استفاده قرار می‌گیرد که حاوی 40% و 5% کاربید میباشند. فاز γ' در شبکه γ (شبکه Ni) رسوب می‌کند و هنگامی که کاربیدها در مرز دانه قرار می‌گیرند و مقاومت مرز دانه را بالا می‌برند، موجب افزایش سختی می‌شوند. B و Hf و Zr برای کاهش جوانه زنی ترک در مرز دانه افزوده می‌شوند. بازده مناسب کاربیدها در استحکام مرز دانه بعد از عملیات حرارتی مناسب به دست می‌آید [1].

جدول 1-2. ترکیب شیمیایی برخی از سوپرآلیاژهای پایه نیکل [1].

	Al	Co	Cr	Mo	Ta	Ti	W	B	C	V	Zr
IN100	5.5	15	10	3.0	—	4.7	—	0.014	0.18	1.0	0.06
MAR M200	5	10	9	—	—	2.0	12.5	0.015	0.14	—	0.05
PWA 1480	5	5	10	—	12	1.5	4	—	—	—	—
CM SX2	5.5	5	8	0.5	6	1	8	—	—	—	—
AM1	5.2	6.5	7.5	2.0	8.5	1.2	5.5	—	—	—	—

Note: for D.S. applications, MAR M200 alloy also contains 1% Nb and 2% Hf

با افزایش تقاضا برای ساخت ایر فویل پیشرفت های بیشتری در زمینه سوپرآلیاژها صورت گرفت. باید توجه داشت که در این مواد با ساختار هم محور شکست خزشی و شکست خستگی حرارتی همواره در مرز دانه ها صورت می‌گیرد. اما در انجماد جهت دار می‌توان خواص مکانیکی تیغه ها را در هنگام انجام عملیات به وسیله متوقف کردن مرزهای دانه عمود بر هم (که ضعیف ترین نقاط هستند) افزایش داد. مزایای این نوع ساختار نسبت به ساختار هم محور، افزایش مقاومت خستگی حرارتی و عمر شکست و همچنین افزایش داکتیلیتی می‌باشد. در نهایت محصولی که در دهه 70 ساخته شد تیغه هایی بود که می‌توانست فشار بیشتری را تحمل کند [1].

آخرین گام در این پیشرفت ها، معرفی و ساخت تگ کریستال برای ایرفویل می باشد که منجر به تغییرات موثری شد که از جمله می توان حذف عناصری مانند B و Hf و Zr و C که جهت افزایش استحکام مرز دانه می شدند، از ساختار را نام برد [1].

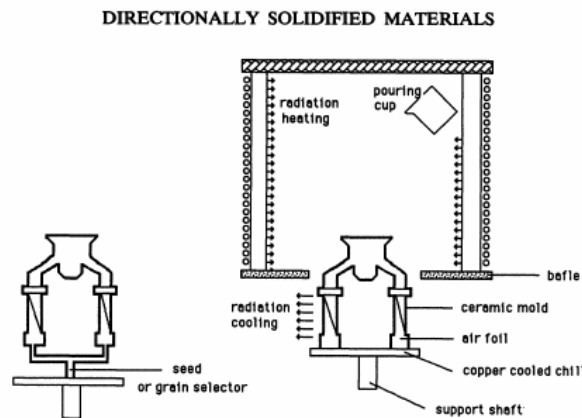
02-2 ریخته گری تگ کریستال

2-2-1. چگونگی ایجاد انجماد جهت دار سوپرآلیاژهای پایه نیکل

انجماد جهت دار سوپرآلیاژهای پایه نیکل جدید به وسیله ریختگی دقیق همراه با فرایند lost wax صورت می پذیرد. روش ریخته گری دقیق سالها برای ساخت قطعات ظریف مورد استفاده قرار می-گرفت در این روش قالب برای شکل گیری در یک پوسته سرامیکی قرار می گرفت. بعد از خشک شدن، قالب از داخل موم خارج می شود و تحت عملیات حرارتی قرار می گیرد [1] 0

خصوصیات دمایی و فیزیکی قالب بایستی با فرایند ریخته گری و جنس ماده مورد استفاده متناسب باشد. سرامیک های از جنس آلومینا معمولاً به دلیل داشتن خواص مکانیکی و حرارتی مناسب مورد استفاده قرار می گیرند. بعد از انجماد، این پوسته های سرامیکی که معمولاً از جنس آلومینا یا سیلیکا هستند، به وسیله حل شدن در اسید از قالب جدا می شوند [1] 0

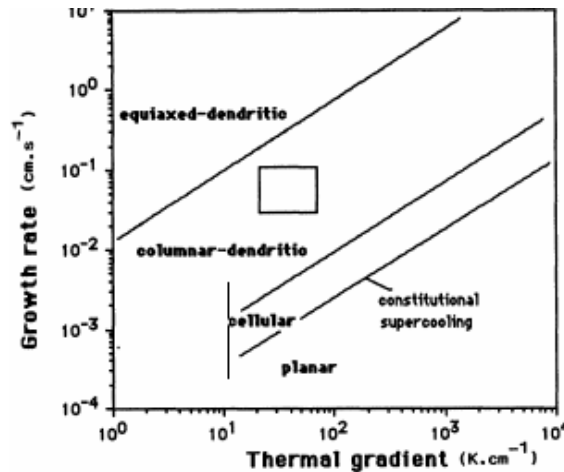
در مورد فرایند انجماد جهت دار، بایستی توجه شود که بایستی از جوانه زنی دانه های جدید در سطح قالب به دلیل وجود تبرید در جلوی جبهه انجماد، ممانعت به عمل آورد. یک روش برای جلوگیری از این فرایند نامطلوب، افزایش گرادیان حرارتی در جلوی جبهه انجماد می باشد. این ایده منجر به ساخت کوره هایی با دو محفظه شد (شکل 2-2). یکی سرد و دیگری گرم. آلیاژی که تحت شرایط خلا در محفظه داغ ذوب شده است و سپس در داخل قالبی که قبلاً پیش گرم شد (1100 درجه سانتی گراد) ریخته شده است؛ وارد محفظه سرد شده و در آنجا گاز زدایی می شود. قالب روی یک سردکننده مسی قرار داده می شود و در آنجا فرایند انجماد آغاز می گردد و سپس از کوره خارج می شود. در این حالت تگ کریستال ساخته می شود [1].



شکل 2-2 تصویر شماتیک اتاقک گرم کوره انجماد جهت دار با قالب ایستاده بر سردکننده مسی [1].

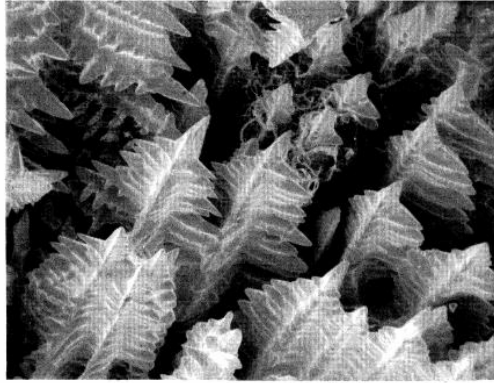
2-2-2. شکل گیری ساختار انجماد جهت دار

ساختار انجماد آلیاژ به پارامتر های فرایند مانند گرادیان حرارتی در جلوی جبهه انجماد و سرعت انجماد بستگی دارد. برای یک گرادیان حرارتی مشخص، افزایش سرعت تخلیه از مقدار خیلی کم تا مقدار خیلی زیاد تغییر در ساختار انجماد را از حالت صفحه ای (planar) به سلولی (cellular) دندریت ستونی (columnar) یا جهت دار و در نهایت دندریت های هم محوره همراه دارد. این موضوع در شکل 2-3 نشان داده شده است [1].



شکل 2-3. تاثیر گرادیان حرارتی G و نرخ انجماد V بر نوع ساختار انجمادی مربع وسط حوزه ممکن صنعتی برای دستیابی به فرایند انجماد جهت دار [1].

در فرایند انجماد جهت دار در مقیاس صنعتی، گرادیان دما بین 20 تا 60 درجه کلوین می باشد. با توجه به محدودیت های صنعتی، سرعت انجماد در بیشترین مقدار خود از 4 به 10 میلیمتر بر دقیقه می رسد. ساختار دندریت های ستونی و شکل گیری بازوهای ثانویه در شکل 2-4 نشان داده شده است. دندریتها به طور مرجح در جهت کریستالوگرافی [001] و بازوهای ثانویه عمود بر جهت (001) می باشند. در سوپرآلیاژ پایه نیکل، این جهت های کریستالوگرافی همراه با مدول الاستیک پایین می باشند که این امر کم شدن کرنش حرارتی و افزایش مقاومت به خستگی را به همراه دارد [1].



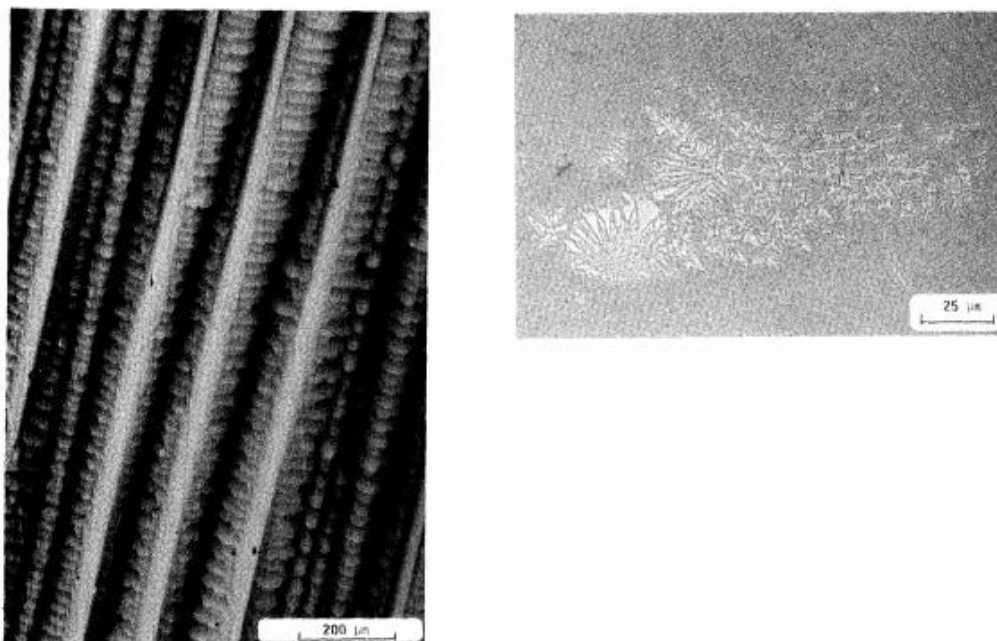
شکل 4-2 0 تصویر SEM از یک آرایه ی دندریتهای ستونی رشد کرده فاصله بین ستون دندریتهی 350 μ m است [1].

از آنجا که نرخ سرد شدن فلز در حین انجماد به صورت غیر تعادلی می باشد، باعث ایجاد عدم یکنواختی شیمیایی با نام **micro segregation** (جدایش میکروسکوپی) می شود . جدایش میکروسکوپی بین مایع و جامد در ابعاد بسیار کوچک بین بازوهای دندریتهی اتفاق می افتد [1].

در حین انجماد ترکیب مذاب به طور پیوسته در جلوی جبهه انجماد تغییر می کند . به دلیل اینکه نفوذ در جامدات با سرعت بسیار پایینی اتفاق می افتد، این امر منجر به تشکیل میکرو جدایش و رسوب نهایی یوتکتیک غیر تعادلی ($\gamma-\gamma'$) می شود [1].

مهمترین نتیجه موجود میکروجدایش ها در شکل 5-2 نشان داده شده است . این شکل مقطعی موازی با جهت رشد می باشد که ابتدا پولیش شده و سپس به صورت شیمیایی اچ شده است. ناهمگنی شیمیایی ماده ریختگی در شکل سمت چپ و شکل ظاهری فاز غیر تعادلی ($\gamma-\gamma'$) در شکل سمت راست نشان داده شده است . شکل گیری ماکرو جدایش ها که همان ناهمگنی شیمیایی نر مقیاس قطعه ریختگی می باشد، در ارتباط با چگونگی تغییرات میکرو جدایش ها خواهد بود . از شکل گیری این جدایش ها بایستی ممانعت به عمل آورد زیرا مهمترین عیوب مخرب خواص مکانیکی هستند که به طور معمول از طریق عملیات حرارتی از بین نمی روند [1].

DIRECTIONALLY SOLIDIFIED MATERIALS



شکل 2-5 میکروگراف های برش عرضی (عمود به جهت رشد) نشان دهنده ناهمگنی شیمیایی است، جدایش میکروسکوپی در مقیاس دندریتی [1].

در محلول جامد γ' ، فرایند رسوب گذاری اندکی بعد از اتمام انجماد در حین فرایند ریختگی صورت می پذیرد. وجود فاصله دمایی بین دمایی سالیدوس و دمایی ذوب اولیه (که در آن و γ' رسوب می کند) وجود دارد که به این دما "temperature window" می گویند از مزیت های آلیاژهای نسل جدید است. که انجام عملیات محلول سازی و عملیات همگن کردن در این محدوده دمایی ممکن است. سودمندی عملیات حرارتی به ابعاد قسمتی که دارای ناهمگنی شیمیایی می باشد، بستگی دارد. ابعاد این بخش نیز به ساختار دندریتی و میانگین فاصله بین محورهای دندریتی و بلووه های ثانویه وابسته می باشد [1].

2-3. نتیجه گیری

مواد مورد استفاده برای ساخت تیغه های توربین برای موهمین علت عملکرد این قطعات به طور مستقیم بر روی کارایی موتور تاثیر می گذارد. در حال حاضر تور هوایما بسیار استراتژیک می باشند، به سوپر آلیاژ پایه نیکل تک کریستاله عموماً به عنوان ماده فلزی مناسب برای شرایط سخت شیمیایی و حرارتی به کار می رود. با این وجود این مواد در حال حاضر تا رسیدن به بیشترین ظرفیت خود فاصله ای ندارند. هنگامی که دمایی گاز ورودی در موتورهای هوایمی نسل های آینده به دمایی بیش از دمایی فعلی برسد، آلیاژهای پایه نیکل دیگر مواد مناسبی برای ساخت این قطعات نمی باشند. در نتیجه بایستی از موادی مانند مواد اکسیدپراکنده سخت شده، سرامیک ها و کامپوزیت ها بهره برداری گردد [1].

فصل سوم

جدایش در سوپرآلیاژ پایه نیکل

3-1. مقدمه

برای ارزیابی تاثیر عناصر سازنده بر رفتار انجماد و جدایش، تمام نمونه ها به صورت جهت دار منجمد شده است. ضریب جدایش جامد-مایع یا $k = X_s/X_l$ برای هر عنصر بوسیله آنالیز شیل (Scheil) اندازه گیری میشود. معادله شیل از قرار زیر است [2].

$$X_s = kX_0(1 - f_s)^{(k-1)}$$

که X_s کسر مولی محلول در جامد، f_s حجم کسر جامد و X_0 ترکیب اسمی است، یا در این نمونه میانگین ترکیب هر عنصر که توسط میکروپروب الکترونی تعیین شده، است. درجه جدایش مربوط به میزان ضریب جدایش است. وقتی $k=1$ هیچ جدایشی اتفاق نمی افتد. در صورتی که ضریب بزرگتر و کمتر از واحد نشان میدهد که عنصر مربوطه ترجیحا به ترتیب در طول انجماد به جامد و مایع تفکیک میشود [2].

با داشتن ضرایب جدایش اندازه گیری شده برای هر ترکیب، آنالیز رگرسیون خطی دوتایی انجام شد تا فرمولهایی برای پیش بینی ضریب جدایش جامد-مایع از عناصر سازنده اصلی در ترکیبهای تک کریستال پیشرفته بدست آید. به علت نتایج محدود از آلیاژهای آزمایش شامل Ir و دو آلیاژ C17 شامل ایریدیوم در آنالیز رگرسیون وجود ندارد [2].

3-2. نگاشت کمی جدایش میکرو

نتایج مربوط به پروب -الکترون در جدول 3-1 خلاصه شده است. تغییرات استاتیکی مربوط به آنالیز اصلاح شده- شیل همگی در یک انحراف میانگین 0,05 از ضرایب جدایش گزارش شده در جدول 2 هستند. عموماً، جدایش بیشتر عناصر، انحراف میانگین بزرگتری دارد. طبق سایر بررسی ها عناصر نسوز با دانسیته بالا W، Ta، Re در طول انجماد دچار جدایش شدید تری میشوند که k آنها بیشتر از واحد است. هرکدام از این عناصر درجه ای دچار جدایش میشوند، با این حال به اندازه زیادی با ترکیب گسترده‌ی آلیاژهای آزمایشگاهی آنالیز شده تغییر میکند [2].

جدول 3-1. ضرایب جدایش جامد-مایع آلیاژها [2].

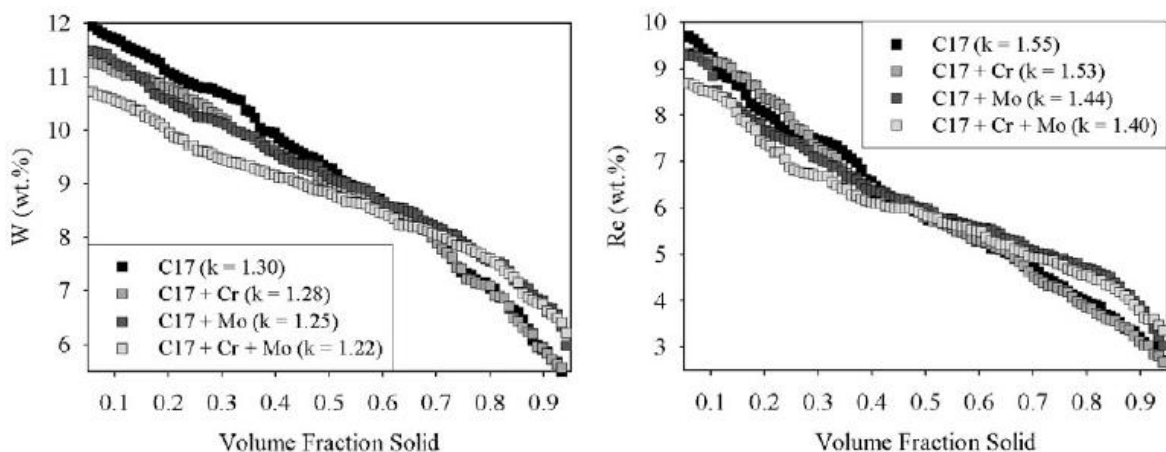
Table II. Fitted Solid-Liquid Partition Coefficients of the Alloys under Investigation

Alloy	Ni	Al	Cr	Co	Mo	Ti	Ta	W	Re	Ru	Ir
SRR99	0.98	0.92	1.04	1.06	—	0.72	0.81	1.27	—	—	—
CMSX-4	0.97	0.91	1.05	1.06	—	0.71	0.78	1.27	1.37	—	—
PWA1484	0.98	0.92	1.05	1.05	1.05	—	0.79	1.22	1.32	—	—
RR3010	0.97	0.88	1.15	1.08	—	—	0.77	1.26	1.57	—	—
RR3010 + 1Ru	0.98	0.87	1.10	1.08	—	—	0.76	1.26	1.53	1.04	—
RR3010 + 3Ru	0.98	0.87	1.10	1.08	—	—	0.76	1.27	1.54	1.04	—
SRR300A	0.98	0.94	1.04	1.04	1.06	—	0.80	1.20	1.36	—	—
SRR300B	0.97	0.92	1.11	1.06	1.09	—	0.78	1.21	1.39	—	—
SRR300B + 1Ru	0.98	0.91	1.06	1.05	1.08	—	0.76	1.22	1.35	1.04	—
SRR300B + 3Ru	0.98	0.91	1.05	1.05	1.07	—	0.76	1.21	1.36	1.04	—
SRR300C	0.97	0.92	1.11	1.06	1.10	—	0.78	1.23	1.36	—	—
SRR300C + 1Ru	0.98	0.91	1.05	1.06	1.08	—	0.76	1.23	1.32	1.03	—
SRR300C + 3Ru	0.98	0.91	1.04	1.05	1.07	—	0.77	1.23	1.32	1.03	—
SRR300D	0.97	0.91	1.11	1.07	1.09	—	0.76	1.24	1.43	—	—
SRR300D + 1Ru	0.98	0.91	1.06	1.05	1.07	—	0.76	1.24	1.40	1.04	—
SRR300D + 3Ru	0.98	0.91	1.05	1.05	1.07	—	0.77	1.23	1.39	1.04	—
SRR300E	0.98	0.90	1.08	1.06	1.09	—	0.77	1.23	1.42	—	—
SRR300G	0.98	0.95	1.06	1.04	1.08	—	0.83	1.19	1.27	—	—
SRR300H	0.97	0.89	1.06	1.07	—	—	0.75	1.27	1.47	—	—
SRR300I	0.98	0.95	1.08	1.04	1.08	—	0.87	1.12	1.23	—	—
SRR300J	0.98	0.91	1.07	1.07	1.08	—	0.77	1.25	1.43	—	—
SRR300K	0.97	0.91	1.06	1.06	1.07	—	0.76	1.24	1.43	—	—
SRR300L	0.97	0.90	1.07	1.06	1.08	—	0.74	1.27	1.48	—	—
C17	0.95	0.85	—	1.05	—	—	0.65	1.30	1.55	—	—
C17 + Al	0.95	0.85	—	1.06	—	—	0.66	1.31	1.55	—	—
C17 + Cr	0.96	0.85	1.03	1.05	—	—	0.64	1.28	1.53	—	—
C17 + Mo	0.96	0.87	—	1.05	1.10	—	0.67	1.25	1.44	—	—
C17 + Cr + Mo	0.97	0.87	1.03	1.05	1.10	—	0.67	1.22	1.40	—	—
C17 + 1 at. pct Ir	0.95	0.85	—	1.05	—	—	0.68	1.29	1.55	—	1.12
C17 + 3 at. pct Ir	0.95	0.85	—	1.04	—	—	0.76	1.28	1.53	—	1.13
UCSX1	0.97	0.88	1.07	1.06	1.05	—	0.75	1.24	1.42	1.05	—
UCSX2 + 2Ru	0.96	0.86	1.07	1.06	1.08	—	0.72	1.26	1.48	1.05	—
UCSX2 + 3Ru	0.96	0.86	1.07	1.06	1.08	—	0.72	1.26	1.47	1.05	—
UCSX2 + 5Ru	0.96	0.86	1.07	1.06	1.07	—	0.72	1.25	1.47	1.06	—
UCSX4	0.96	0.85	—	1.07	1.09	0.71	0.73	1.28	1.52	1.05	—
UCSX5	0.96	0.86	1.07	1.07	1.08	0.70	0.72	1.27	1.51	1.05	—
UCSX6	0.95	0.84	—	1.08	—	—	0.72	1.31	1.63	1.06	—
UCSX7	0.96	0.86	1.09	1.08	1.09	—	0.73	1.25	1.47	1.06	—
UCSX8	0.97	0.88	1.07	1.07	1.06	—	0.74	1.23	1.42	1.05	—

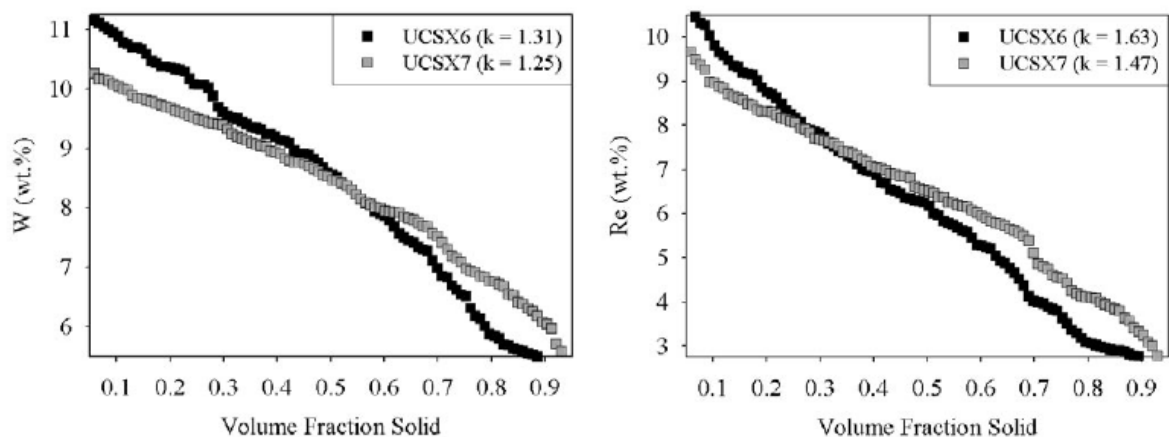
تغییرات نسبی درمیزان هردو Mo و Cr یافت میشود که بیشترین اثر مهم را دارد. حضور Mo و Cr در سری های آلیاژ SRR 300 باعث کاهش وسعت جدایش برای عناصر نسوزچگال معروف به گسترش دهنده عیوب لکه دار شدن (Freckle) میشود. برای مثال آلیاژ، SRR300I که شامل بالاترین میزان Mo+Cr است در مقایسه با آلیاژهای SRR300 L و SRR300H که همان میزان

عناصر نسوز ولي میزان کمتری Mo+Cr دارد، اساساً درجه جدایش کمتری را نشان میدهد. با يك مقدار متوسط از Mo+Cr جدایش اندازه گیری شده برای W، Re و Ta در SRR300B در مقایسه با SRR300I، SRR300L و SRR300H متوسط است [2].

تفکیک اثرهای Cr و Mo در آلیاژهای سری SSR300 سخت است، از آنجاکه تغییرات در تجمع آنها در سراسر ترکیبات بررسی شده آلیاژ بوسیله تغییرات مهم در سایر عناصر آلیاژی مهم همراهی میشود. بنابراین در تلاش برای تفکیک اثر آنها، 4,5 درصد وزنی Cr و 2,2 درصد وزنی Mo با روش معین به آلیاژ تک کریستال پایه نیکل بدون افزودنی های Cr و Mo، C17 اضافه شد. ضرایب جدایش عناصر نسوزچگال در آلیاژ پایه C17 از يك دور و قابل مقایسه با RR3010 است (جدول 3-1)، که همچنین حاوی مقدار کمی Cr و Mo است. اگرچه بهبود در ضرایب جدایش جامد-مایع W و Re بمجرد اضافه کردن Cr و Mo به C17 به چشمگیری میزان مشاهده شده در آلیاژهای سری SRR 300 نیست با این حال گرایش به ثبات با یافته های قبلی وجود دارد، تاکید میشود که کاهش در جدایش مرتبط با میزان تمام Cr و Mo در آلیاژ مورد نظر وجود دارد. این آثار به وضوح در شکل 3-1 نمایش داده شده است، که مشخصه های جدایش به روشنی بوسیله حضور Cr و Mo تحت تاثیر قرار میگیرد. در این دسته آلیاژهای خاص، به نظر میرسد Mo نیروی بیشتری برای خنثی کردن رفتار جدایش W و Re نسبت به Cr داشته باشد. اضافه کردن 2,2 درصد وزنی (1,4 درصد اتمی) مولیبدن جدایش میکرو W و Re را بیشتر از اضافه کردن 4,5 درصد وزنی Cr (5,2 درصد اتمی) کاهش میدهد. کاهش بیشتر با این حال وقتی حاصل میشود که هردو کروم و مولیبدن به C17 اضافه میشود. رفتار مشابه در گستره آلیاژهای UCSX مشهود است که دو آلیاژ UCSX و UCSXI، k_W و k_{Re} مقدار نزدیکی به مقدار واحد نشان میدهد که حاوی بالاترین میزان Mo+Cr در سری آلیاژهای UCSX هستند. آثار مفید مولیبدن و کروم به روشنی در شکل 3 نشان داده شده است. رفتار جدایش W، Re، در آلیاژهای UCSX6 و UCSX7 مقایسه شد که تغییرات بعدی میتواند به ورود فقط کروم و مولیبدن نسبت داده شود و اثر تمام عناصر محلول خنثی شد. هیچ بهبود مهمی برای جدایش Ta در طول اضافه کردن Cr و Mo گزارش نشده است [2].



شکل 3-1. تاثیر Mo و Cr بر سری انجاماد W و Re در C17 [2].



شکل 2-3. مقایسه انجماد w و Re در UCSX6 و UCS300 که اثر Cr و Mo را نشان می دهد [2].

برای درجه کمتر، اضافه کردن Ru به $RR3010$ ، $SRR300B$ ، $SRR300C$ و $SRR300D$ همچنین مشاهده شده که تاثیری بر مشخصه انجماد آلیاژها دارد. کمی میزان پایین تر جدایش کروم، مولیبدن و رنیوم در آلیاژهای حاوی 1 درصدوزنی Ru اندازه گیری شد؛ با این حال مقدار کمی یا هیچ بهبود اضافی با افزایش Ru تا مقدار 3 درصد وزنی همراه نشد. این موضوع بانایج میزان های مختلف Ru در UCSX2 مطابقت دارد، که هر تغییری در ضریب جدایش عناصر متشکله مرتبط با افزایش میزان Ru مهم نیستند. Ru خودش فقط کمی به هسته های دندریت می رود (تفکیک میشود)، که میزان k نزدیک به یک دارد [2].

بر خلاف برخی مشاهدات ثبت شده [3] هیچ تغییر مهمی در مسیرهای انجماد عناصر سازنده با تغییر بزرگ میزان Co از 2 به 8 به 12 به ترتیب در آلیاژهای $SRR300K$ ، $SRR300D$ و $SRR300J$ مشاهده نشد. موارد مشابه نیز برای افزایش 0,5 درصد وزنی Al به آلیاژ $C17$ صادق است. بجز مولیبدن و کروم، هیچ عنصر دیگری اثر مهمی بر جدایش w و Re ندارد. با این حال افزایش تجمع سرتاسر w و Re خودش خودش منجر به جدایش شدیدتر عناصر به کسرجامد اولیه میشود ($SRR300A$) را با $SRR300B$ و $SRR300C$ در جدول 3-1 مقایسه کنید [2].

اگر چه Ir شدیدتر از Cr و Mo به هسته دندریت تقسیم میشود، این عنصر تاثیری روی مسیر انجماد w و Re ندارد حتی با افزایش 3 درصد اتمی (86 درصد وزنی) از آن. به طور جالب توجه، تغییر برجسته کاهش در جدایش Ta به نواحی بین دندریتی بود. این اثر به وضوح در شکل 3-3 نشان داده شده است [2].

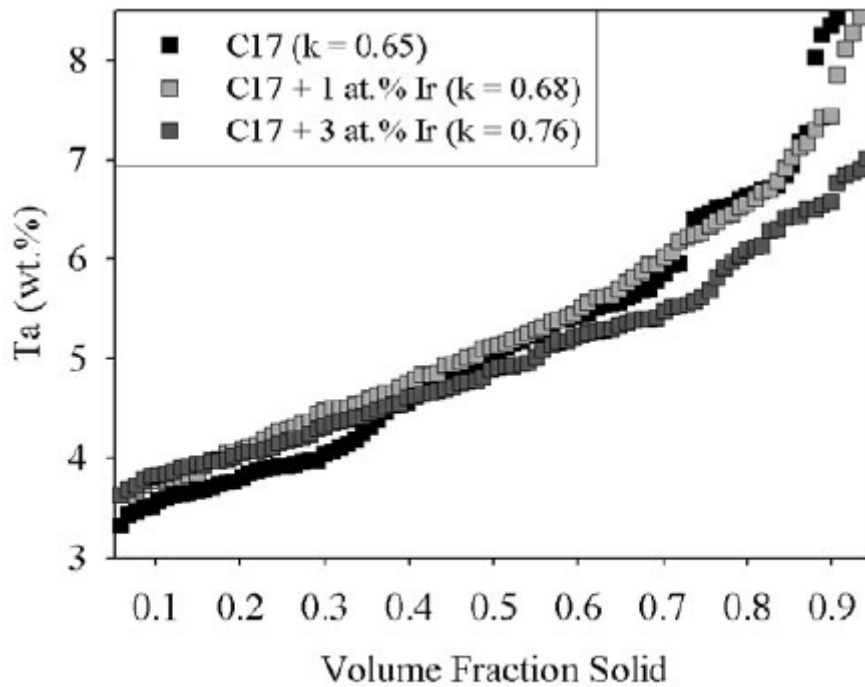


Fig. 4—The effect of Ir additions on the partitioning behavior of Ta in C17.

شکل 3-3. اثر Ir بر رفتار جدایش Ta در C17

آنالیز رگرسیون خطی دوتایی بر روی داده های آزمایشگاهی در جدول 1-3 برای بدست آوردن فرمولی برای پیش بینی ضرایب جدایش جامد-مایع عناصر سازنده اصلی انجام شده است. توجه کنید که هر ضریب از مرتبه 10^{-4} حذف شده است. فرمولها از قرار زیر است [2].

$$K_{Al} = 0.960 + 0.0028[\text{Wt pct Al}] + 0.00262[\text{Wt pct Cr}] + 0.00589[\text{Wt pct Mo}] - 0.00846[\text{Wt pct W}] - 0.0939[\text{Wt pct Re}] - 0.00225[\text{Wt pct Ru}]$$

$$K_{Cr} = 0.799 + 0.0416[\text{Wt pct Al}] + 0.0015[\text{Wt Pct cr}] - 0.00506[\text{Wt pct Co}] - 0.00116[\text{Wt pct Mo}] + 0.00791[\text{Wt pct Re}] - 0.00381[\text{Wt pct Ru}]$$

$$K_{Co} = 0.970 + 0.0119[\text{Wt pct Al}] - 0.00312[\text{Wt pct Co}] - 0.00112[\text{Wt pct Mo}] + 0.00356[\text{Wt pct Ta}] + 0.00302[\text{Wt pct W}]$$

$$K_{Mo} = 1.10 + 0.0168[\text{Wt pct Al}] - 0.011[\text{Wt pct Mo}] - 0.0129[\text{Wt pct Ta}] + 0.00153[\text{Wt pct Re}] - 0.00291[\text{Wt pct Ru}]$$

$$K_{Ta} = 0.704 + 0.0168[\text{Wt pct Al}] + 0.00525[\text{Wt pct Cr}] - 0.00388[\text{Wt pct Co}] + 0.00432[\text{Wt pct Mo}] + 0.0109[\text{Wt pct Ta}] - 0.0136[\text{Wt pct Re}]$$

$$K_W = 0.281 + 0.0988[\text{Wt pct Al}] - 0.00316[\text{Wt pct Cr}] + 0.0101[\text{Wt pct Co}] - 0.0063[\text{Wt pct Mo}] + 0.0189[\text{Wt pct Ta}] - 0.00325[\text{Wt pct Re}] + 0.00418[\text{Wt pct Ru}]$$

$$k_{Re} = 1.37 + 0.0205[\text{Wt pct Al}] - 0.0168[\text{Wt pct Cr}] - 0.0586[\text{Wt pct Co}] - 0.0416[\text{Wt pct Mo}] - 0.0035[\text{Wt pct Ta}] + 0.0055[\text{Wt pct W}] + 0.0192[\text{Wt pct Re}] - 0.00461[\text{Wt pct Mo}] - 0.0035[\text{Wt pct Ta}] + 0.0055[\text{Wt pct W}] + 0.0192[\text{Wt pct Re}] - 0.00461[\text{Wt pct Ru}]$$

$$K_{Ru} = 0.797 + 0.0248[\text{Wt pct Al}] + 0.00126[\text{Wt pct Cr}] + 0.00266[\text{Wt pct Co}] + 0.00252[\text{Wt pct Mo}] + 0.00129[\text{Wt pct Ta}] + 0.00161[\text{Wt pct W}] + 0.00981[\text{Wt pct Re}] + 0.00242[\text{Wt pct Ru}]$$

بايك گستره كوچكتر از داده هاي آزمايشگاهي، عدم قطعيت آماري بزرگتر مربوط به آناليز رگرسيون Ru است [2].

3-3. تحليل نتايج بدست آمده از نگاهت كمی جدایش ميكرو

مقدار ضريب مرتبط با هريك از عناصر در آناليز رگرسيون خطي يك نشانه از تاثير نسبي ساير عناصر بر جدایش عنصر در تحقيق دارد. آناليز رگرسيون مطابق با عناصر معروفی كه در توسعه عيوب دانه بسيار مهم هستند مثل w و Re مزایای پتانسیل cr و Mo در کاهش قابلیت ذاتي يك آلياژ به تفكيك تك كريستال در طول انجماد را نشان میدهد. ضرايب براي كروم و موليبدين در تعيين k_{Re} و k_w بیشترین تاثير بر حداقل سازی هر دو آنها به سمت واحد را نشان میدهد. ضريب Mo در هر دو نمونه بهتر از Cr است كه نشان میدهد Mo توان بیشتری در حداقل سازی شدت جدایش w و Re دارد [2].

براي توضيح اثر كروم و موليبدين بر جدایش جامد- مایع تنگستن و رنيوم، فاكترهاي اصلي كه مشخصه هاي انجماد يك آلياژ را كنترل ميكند نیاز است كه مورد توجه قرار گیرد، مثل فازهاي موجود در ريز ساختار ريختگي، نرخ سرمايش و ترموديناميك سرتاسر سيستم. در طول انجماد جهت دار تحت شرايط حالت پایدار، منطقه خميري شامل دندريتهاي تك فاز γ و محلول مایع است. از آنجاکه عناصر آلياژي در سوپر آلياژهاي پایه نیکل تمايل به جدایش مرجح در فازهاي γ و γ' دارد، حلاليت محدود عناصر تشكيل دهنده γ' در دندريتهاي تك فاز در طول انجماد وجود دارد. بنابراین، محلول مایع از عناصری مثل Ta و Al و Hf به اندازه زيادي غني ميشود. عناصر آلياژي ديگر Cr ، W ، Re ، Co ، Ru و Mo در فاز γ محلول هستند و تمايل به جدایش مرجح به دندريتهاي γ در درجات متفاوت در طول انجماد دارند. اگر عناصر آلياژي مربوطه تمام تركيب از آلياژ را به نزديك يونكتيك γ/γ' انتقال دهد يك كاهش در درجه جدایش ميكرو ميتواند رخ دهد. يك تركيب اوليه

بیشتر از ترکیب یوتکتیک جدایشی در سراسر یک گستره سرمایش بیشتر قبل از دستیابی به ترکیب یوتکتیک ایجاد میکند، در نقطه ای که مایع باقی مانده به صورت یوتکتیک منجمد میشود و هیچ جدایش جامد-مایع بیشتری نمی تواند اتفاق بیافتد. با این حال نشان داده شد که Cr و Mo هر دو درجه جدایش و کسر حجمی یوتکتیک را در شرایط ریختگی کاهش میدهد (به ترتیب شکل 3 و 6) کاهش در کسر حجمی یوتکتیک در آلیاژهای C17 غیر منتظره نبود از آنجاکه ناخالص سازی آلیاژها با کروم و مولیبدن به طور موثری سیستم را رقیق میکند. بعلاوه Cr و Mo اصولاً شکل دهنده های γ هستند بجای، γ بنابراین بعید است که آنها تشکیل یوتکتیک را توسعه دهند [2].

وقتی سوپر آلیاژهای پایه نیکل به شدت آلیاژسازی میشود، فوق اشباعی از فاز γ با Co, W, Re, Cr, Mo, Ru در طول انجماد اتفاق میتواند بیافتد به صورتی که از محدودیت های حلالیت تجاوز میکند. عناصری که تمایل دارند دمای لیکوئیدوس (Ni, W و Re) را بالا ببرند همچنین تمایل شدیدی را بالا ببرند به جدایش به دندریتهای تک فاز γ در طول انجماد دارند. Ru یک عنصر آلیاژی غیر معمول است چون کمی دمای لیکوئیدوس را افزایش میدهد ولی فقط بطور ملایم به فاز γ جدایش میکند. سایر عناصر شکل دهنده γ ، Co, Cr, Mo و تمایل دارند کمی دمای سالییدوس را کاهش دهند و فقط به میزان متوسطی به فاز γ در طول انجماد پیدا میکنند. براساس تغییرات مشاهده شده در ریز ساختار و تغییرات مربوطه در گستره سرمایش، تغییرات مرتبط با افزودنی های Cr و Mo به نظر میرسد محدودیت های حلالیت محلول جامد را که جدایش در طول انجماد را کنترل میکند دچار تغییر کند. در کل، مقادیر بالاتر از جدایش عناصر نسوز در آلیاژهای شامل میزان کمتری از عناصر γ دهنده اندازه گیری شد. براساس درصد اتمی، پایینترین مقدار ترکیب شده از Re, W, Cr, Mo در RR3010 و C17 یافت شد به ترتیب 6.6% و 5.25% همچنین این آلیاژها بالاترین جدایش را نشان دادند، با $K_{Re} = 1.57$ و 1.55 و $K_W = 1.26$ و 1.30 به ترتیب برای RR3010 و C17. آلیاژهایی مثل SRR300G و SRR3300I که شامل مقادیر به مراتب بالاتر از این عناصر نیرومند تشکیل دهند γ (به ترتیب 9.6 و 10.9 درصد اتمی) هستند تمایل به جدایش کمتری دارند ($k_{Re} = 1.28 \& 1.23$ و $k_W = 1.19 \& 1.12$ به ترتیب برای SRR300G و SRR300I) این تمایلات همچنین با مطالعات قبلی که تغییر در جدایش مرتبط با تغییر زیاد در ترکیب آلیاژ را بررسی کرده مطابقت دارد. این مورد استفاده بیشتر 1 و 3 درصد اتمی ایریدیوم (3 و 8.6 درصد وزنی) به C17 را بررسی کرده. اگرچه جدایش Ir به جامد بسیار شدیدتر از Cr و Mo در سیستم آلیاژی مشابه (در جدول 1-3) و تجمع ناخالصی ها زرگتر از مقدار Mo اضافه شده به C17 است، هیچ تغییر مهمی در مسیرهای انجماد w و Re ثبت نشد. با این حال به طور قابل توجهی Ir جدایش جامد-مایع Ta را به اندازه زیادی کاهش میدهد [2].

نویسه بیشتر Mo در مقایسه با Cr در کاهش جدایش w و Re همچنین می تواند توسط برهمکنش لایه d توضیح داده شود (جدول 2-3). ارتباط های 4d از اتمهای Mo از ارتباط های 3d از اتمهای Cr نسبت به ارتباط های پر s و p لایه مشابه وسیع تر هستند. این به این علت است که بار هسته از Cr به Mo افزایش دارد، منظور زیر لایه های پر شده s و p که بارافزایش یافته هسته را به علت حرکت چرخشی نزدیکترشان به هسته شدیدتر احساس میکنند، که نمی توانند به بزرگی ارتباط های 4d

وسعت یابند، بنابراین اجازه برای همپوشانی بیشتر اربیتالهای 4d با وسعت یابند، بنابراین اجازه برای همپوشانی بیشتر اربیتالهای 4d وسعت یابند، بنابراین اجازه برای همپوشانی بیشتر اربیتالهای 4d با اربیتالهای d اتمی همسایه در نتیجه برهمکنش بیشتر داده میشود [2].

جدول 2-3. آرایش الکترونی W، Mo، Cr و Re [2].

Element	Atomic Number	Electron Configuration
Cr	24	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^5 4s^1$
Mo	42	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^2 4p^6 4d^5 5s^1$
W	74	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^2 4p^6 4d^{10} 4f^{14} 5s^2 5p^6 5d^4 6s^2$
Re	75	$1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^2 4p^6 4d^{10} 4f^{14} 5s^2 5p^6 5d^5 6s^2$

نتایج این بررسی نشان میدهد که تمایل ذاتی سوپر آلیاژهای پایه نیکل با عناصر نسوز بالا به شکلگیری عیوب دانه در طول انجماد با افزایش میزان کلی Cr و Mo در آلیاژ کاهش میابد. هر دو این عناصر وسعت جدایش میکرو عناصر نسوز چگال Re و W معروف به عامل شکست تک کریستال در طول انجماد را کاهش میدهد [2].

معادلات رگرسیون خالص شده از ضرایب جدایش جامد-مایع عناصر که در شکلگیری لکه دار شدن بسیار مهم است، مثل W، Re و Ta پیشنهاد میکند که محتوای Re و W برای تولید راحتتر آلیاژ ریختگی بهتر است حداقل باشد. افزایش میزان Re و W به شدت زیان آور است. چون شدت جدایش خود را به جامد رشد کرده و به مایع Al را افزایش میدهد، بنابراین خالی کردن بیشتر محلول عناصر چگال برای حداقل سازی نیروی رانش شکلگیری عیب لکه دار شدن لازم است [2].

3-4. نتایج

(1) Cr و Mo در درجه جدایش Re و W به هسته دندریت در طول انجماد را کاهش میدهد. Mo در این مورد نسبت به Cr قوی تر است [2].

(2) Ru فقط کمی به هسته دندریت در طول انجماد جدایش پیدا میکند و کمی ضرایب جدایش جامد-مایع را کاهش میدهد [2].

فصل چهارم

جدایش سطحی در حین انجماد جهت دار در سوپر
آلیاژ پایه نیکل

4-1. مقدمه

سوپرآلیاژها يك دسته از مواد هستند که به طور خاص برای موارد دما بالا مورد استفاده قرار میگیرند. استحکام در دمای بالا، نتیجه مورفولوژی و سایز بهینه γ رسوب کرده می باشد. مواد فشاربالا (HP) و فشار متوسط (IP) قطعات توربین، به استحکام دما بالایی طولانی نیاز دارند و بنابر این به میکروساختاری نیاز است که پایداری خوبی از خود نشان دهد. این امر از دو طریق حاصل می شود [4]:

(1) مهاجرت و تغییر ساختار پیشرفته از هم محور به جهت دار و تک کریستال که از طریق تغییرات در مورفولوژی تک کریستال انجام می گیرد. در جایی که عناصر حذف کننده استحکام مرز دانه مانند Hf و B انحلال کامل فاز γ در حین عملیات حرارتی امکان پذیر می سازد.

(2) در نسل جدید سوپر آلیاژهای پایه نیکل، افزودنی های دیرگداز مانند Ta ، W و Re برای افزایش استحکام محلول جامد استفاده می شوند. اگرچه به دلیل رفتار جدایش ترجیحی بعضی از این مواد، ساختار ریختگی به شدت در نتیجه شکل گیری فازهای بین دندریتی غیرتعادلی تحت تاثیر قرار می گیرد. نیاز به يك مورفولوژی بهینه γ منجر به نیاز به تجزیه این یوتکتیک غیر تعادلی و به طور همزمان همگن کردن ساختار جدایش یافته قبل از کونچ و پیرسازی می گردد. در حین مرحله پیرسازی در عملیات حرارتی، γ ظریف در طی کونچ از دمای انحلال سازی درشت سازی با مورفولوژی مکعبی شکل می گردد که مطلوب است.

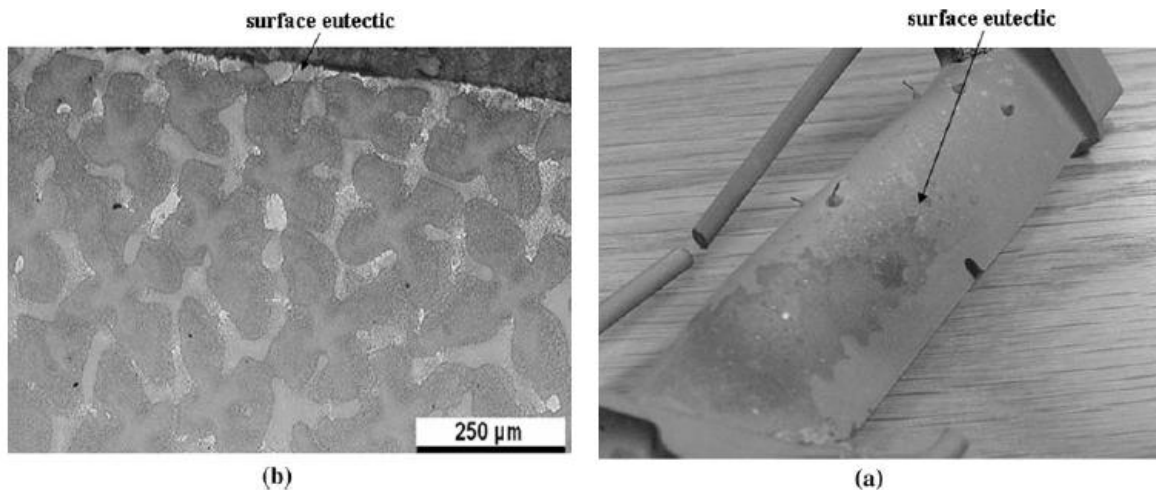
در فرایند ریختگی دقیق، دو مرحله اساسی برای دستیابی به يك ساختار متالورژیکی بی نقص و کامل لازم است [4]:

1) بازرسي ساختار دانه و اطمینان از وجود شبکه تك كريستاله و عدم وجود جوانه هاي رندوم دانه‌های ثانویه

2) مقدار یوتکتیک باقی مانده بعد از عملیات حرارتی

در ادامه بازرسي دانه هاي تيغه توربین، ماسه زني (grit blasting) بعد از عملیات حرارتی جهت جلوگیری از تبلور مجدد صورت می پذیرد. اگرچه در این مرحله با مشکلاتی روبرو می شود. مشاهده می شود که يك لایه فاز یوتکتیک پیوسته، بر روی خارجی ترین سطح پره توربین شکل گرفته است. در شکل (a) 4-1)) به طور مشخص این پدیده بر روی مقطع آیرودینامیکی دیده شده است [4].

مشاهده می شود که یوتکتیک سطحی در حین انجماد جهت دار یا رشد تك كريستال شکل گرفته است. همانطور که در ادامه در شکل (b) 4-1)) که توسط میکروسکوپ نوری گرفته شده میبینیم؛ مقطع عرضی مقطع آیرودینامیکی همراه با مقداری یوتکتیک باقیمانده می باشد. آلیاژهای تك كريستال، مستعد به شکل گیری این فاز یوتکتیک در فصل مشترك فلز/قالب می باشند [4].



شکل 4-1. (a) لایه فاز یوتکتیک بر سطح خارجی پره توربین. (b) برش عرضی مقطع آیرودینامیکی سرتاسر ناحیه دیده شده در (a) [4].

ضخامت یوتکتیک سطحی تقریباً تا $20\mu m$ می باشد و دندریت ها تا سطح ماده ریختگی امتداد ندارند، بلکه يك لایه یوتکتیک با بازوهای ثانویه شکل گرفته است [4].

یوتکتیک سطحی منجر به ایجاد نگرانی هایی در مورد تیغه توربین شده است. به همین دلیل بایستی توسط عملیات حرارتی انحلال سازی و هموژن کردن ساختار برطرف گردد [4].

1) این اتفاق درباره تیغه های توربین، مانع از تجزیه (مطابق با جدول زمان-دمای کاربردی) می گردد. افزایش دمای انحلال سازی نامطلوب است. به علاوه عملیات شن بلاست برای از بین بردن لایه خارجی قبل از عملیات حرارتی، تاثیرات مخربی بر روی تبلور مجدد میگذارد.

(2) هنگامی که تیغه توربین اچ می شود، فاز یوتکتیک جدایش یافته رفتار متفاوتی نسبت به سطح باقی مانده دارد. در نتیجه، این منطقه آلوده بر روی ساختار زیرلایه و همچنین تشخیص وجود دانه ثانویه تاثیرگذار است. همچنین سنگ بلاست برای برداشتن این لایه از روی سطح ماده مطلوب نیست، زیرا منجر به جدا شدن ماده اضافی از سطح جسم میگردد.

هنگامی که یوتکتیک سطحی برای آلیاژهای Al-Cu مورد بررسی قرار گرفت هیچ شباهتی با نتایج مربوط به سوپرآلیاژ های پایه نیکل نداشت. بنابراین تاکید این بررسی بر دو چیز است [4].

(1) تقسیم بندی یوتکتیک سطحی

(2) فهمیدن مکانیزمهای شکل گیری یوتکتیک سطحی در سوپرآلیاژ پایه نیکل

در این بررسی سوپر آلیاژ نسل سوم CMSX10N را مورد بررسی قرار داده شده است. نتایج می تواند به طور کلی برای سوپر آلیاژ های نسل سوم پایه نیکل مورد استفاده قرار گیرد [4].

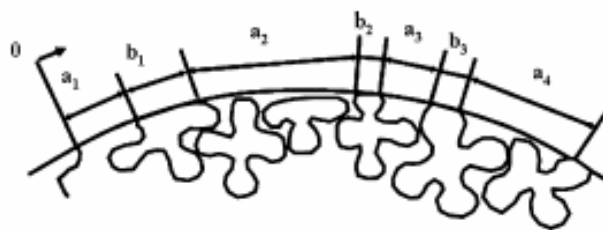
4-2. مشخصه ساختاری

بعد از فرایند ریخته گری و انجماد سریع با یک گرادیان حرارتی بالا، ساختار ریختگی با رشد جهت دار و مرجح دندریت ها صورت گرفت [4].

مقطع عرضی در طول شمش منجمد شده بعد از پولیش و اچ در زیر میکروسکوپ نوری مورد بررسی قرار گرفت. مشاهده شد که ضخامت لایه یوتکتیک سطحی به طور غیر یکنواخت تغییر می کند به همین دلیل بیشتر توضیحات بر اساس پوشش سطحی بیان می شود نه ضخامت موضعی [4].

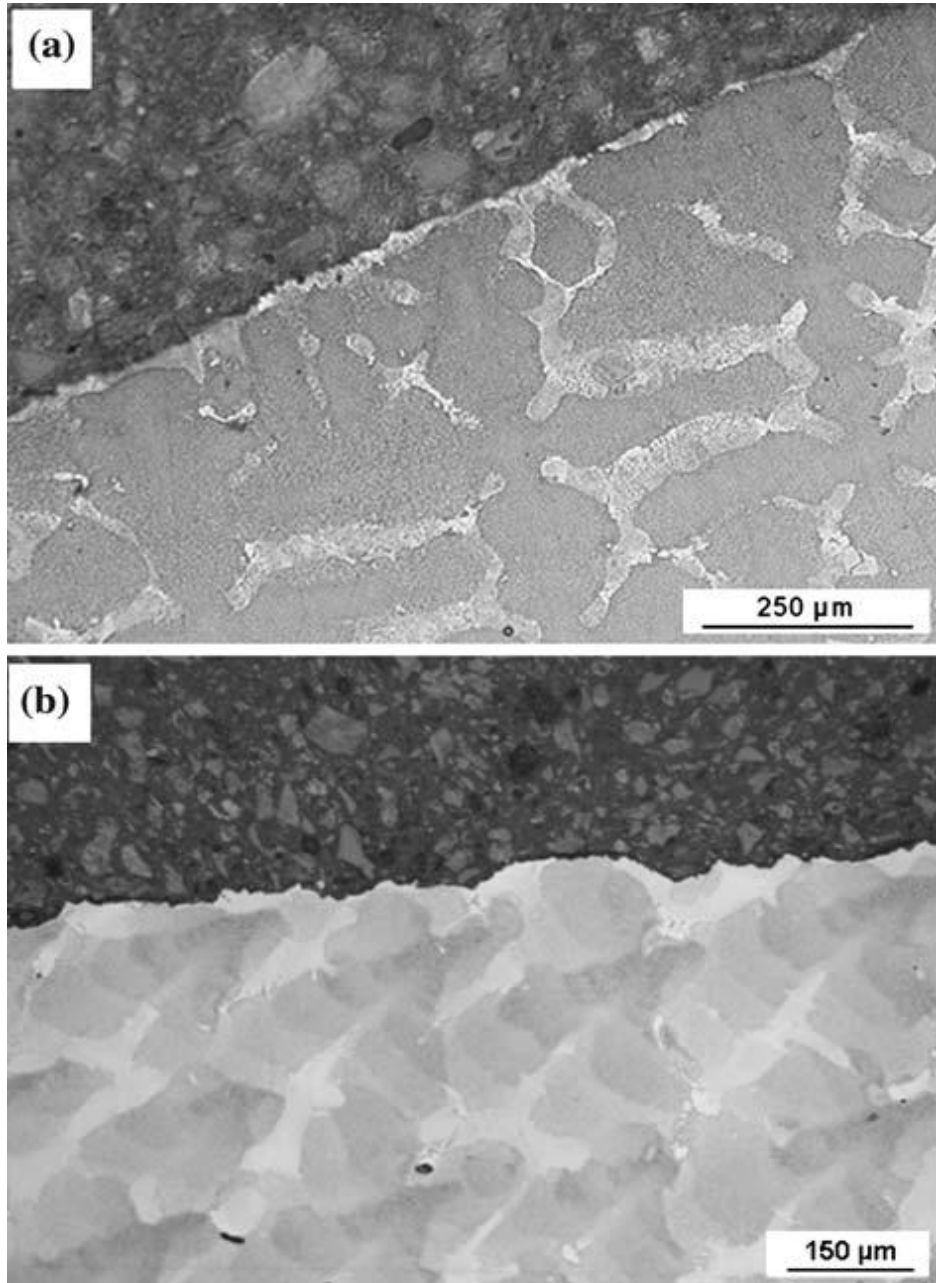
پوشش سطحی یوتکتیک میانگین به صورت زیر تعریف می شود [4].

$$\text{Fraction eutectic surface coverage} = \frac{\sum_{i=1}^n a_i}{\sum_{i=1}^n a_i + \sum_{i=1}^n b_i}$$



4-3. توصيف يوتكتيك سطحي-مورفولوژي و تركيب

میکروسکوپ نوري در شکل 2-4(a) تصاویر مورفولوژي بازوهای دندريتي ثانويه در ارتباط با ديوار قالب Al_2O_3 و دوغاب سراميکي را نشان مي دهد . مي توان مشاهده کرد که بازوهای دندريتي ثانويه درشت مي شوند و به سمت ديواره قالب در هر دو مورد رشد مي کنند، اگرچه نمي توانند به ديواره قالب تجاوز کنند. در عوض، يك لايه پيوسته بر روي محيط اين بازوهای ثانويه شکل مي گيرد [4].

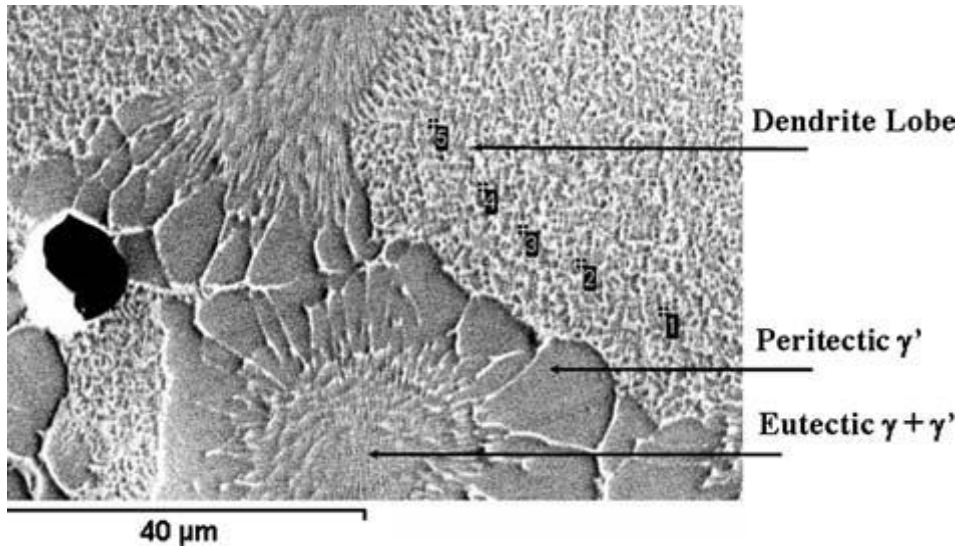


شکل 2-4. تصویر میکروسکوپ نوري بازوهای ثانويه دندريتي در يك مقطع عرضي از ارتفاع 5cm انجماد مربوط به (a) قالب Al_2O_3 (b) قالب دوغاب سراميکي [4].

تصویر الکترون ثانویه با بزرگنمایی بالا مربوط به یوتکتیک سطحی (در نزدیکی دیواره قالب) در شکل 3-4 نشاندهنده خصوصیات میکروساختار است [4].

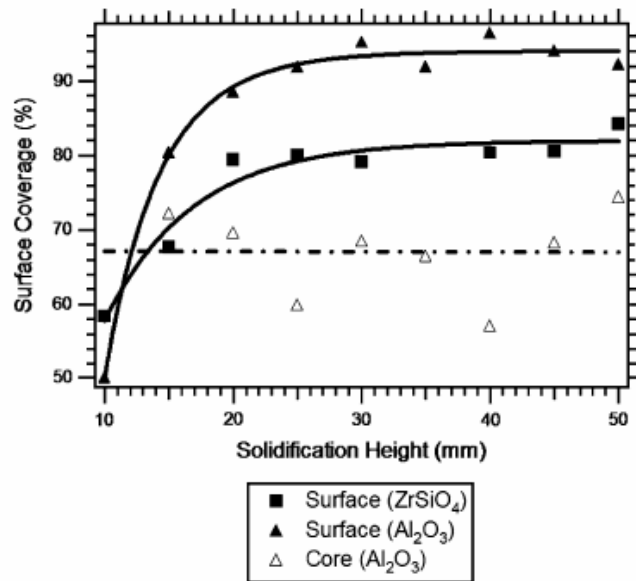
(1) ذرات γ' درشت

(2) یوتکتیک ($\gamma - \gamma'$) ریز موازی می باشد.



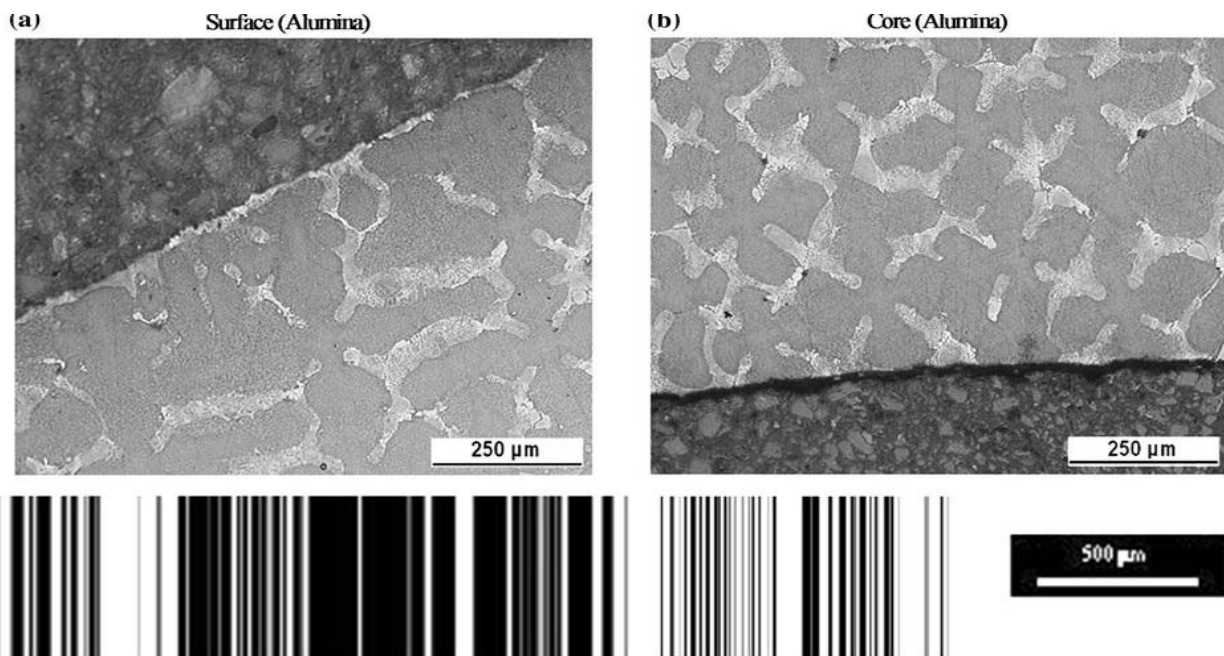
شکل 3-4. تصویر الکترون ثانویه ساختار مشخص را نشان می دهد (a) دندریتها با رسوبهای γ' بعد از انجماد (b) ذرات درشت γ' و (c) یوتکتیکهای لایه‌ای $\gamma - \gamma'$ [4].

وسعت پوشش یوتکتیکی در مقطع عرضی شمش با رابطه (1) تخمین زده شده است. در شکل 4-4، پوشش سطحی یوتکتیک تخمین زده شده نسبت به ارتفاع انجماد (solidification height) برای دو قالب و دو نوع آزمایش انجماد بیان شده است. مهمترین نتیجه ای که به دست می آید این است که وسعت پوشش سطحی با افزایش ارتفاع انجماد، افزایش می یابد و در فاصله های دورتر، فاز یوتکتیک اغلب به طور پیوسته ابعاد شمش را احاطه می کند [4].



شکل 4-4. پوشش یوتکتیک سطحی در برابر ارتفاع انجماد در قالب Al_2O_3 و دوغاب سرامیکی [4].

با آنالیز پوشش یوتکتیک در عرض دیواره خارجی قالب، مشخص می گردد که ما اینجا با دو نوع زیر ساختار روبرو هستیم که در آن فلز مایع، یک بار با دیواره داخلی قالب و بار دیگر با هسته داخلی در ارتباط است. مقطع عرضی با یک ارتفاع انجماد مشخص در شکل 6 نمایش داده شده است. [4]



شکل 4-5. ریزساختار و چارت ستونی نشاندهنده پوشش یوتکتیک سطحی برای ارتفاع انجماد داده شده (a) نزدیک سطح خارجی (b) نزدیک سطح داخلی [4].

در دیواره قالب شکل 4-5(a) پوشش یوتکتیک مانند شکل 4-2(a) می باشد. در شکل 4-5(b) بازوهای دندریتی ثانویه به سطح هسته (core) تجاوز کرده اند. بر خلاف آنچه که بر روی دیواره اتفاق می افتد، کانالهای بین دندریتی گسسته، هسته را چندین بخش کرده اند. بنابراین این امر نشان می دهد که مورفولوژی لایه یوتکتیکی به طور مشخصی متفاوت است. این موضوع توسط نمودار Barchart برای 4-5(a) و 4-5(b) نمایش داده شده است [4].

دره هیستوگرام محور افقی به صورت $\sum_{i=1}^n a_i + \sum_{i=1}^n b_i$ تعریف می شود. در اینجا a_i معرف یکتک سطحی و b_i بیانگر بازوهای دندریتی ثانویه می باشد [4].

مشاهدات به دست آمده:

(1) وسعت پیوستگی یوتکتیک سطحی در هیستوگرام به صورت کیفی با مورفولوژی در شکل 5-4(a) سازگار است. $a_i \gg b_i$ که نشاندهنده این است که تجاوز بازوهای دندریتی ثانویه به سطح دیواره متوقف شده است (a_i مناطق سیاه در هیستوگرام و b_i مناطق سفید در هیستوگرام).

(2) وسعت ناحیه یوتکتیک سطحی پوشاننده هسته به نسبت کمتر می باشد (شکل 4-5(b)).

در بخش بعدی مکانیزم هایی مطرح می شود که می تواند در این فرایندها نقش داشته باشد.

4-4. مکانیزم های ممکن و دلایل آنها

4-4-1. واکنش بین فلز - قالب

بسیاری از نتایج اولیه برای شکل گیری یوتکتیک سطحی به دلیل واکنش و تقابل بین قالب/ مذاب می باشد. البته آزمایش های دقیق طراحی شده احتمال وجود چنین علتی را کم نشان میدهد [4].

(1) مورفولوژی شکل 4-2(a) و (b) و وسعت پوشش یوتکتیکی سطحی شکل 4-4 برای دو قالب متفاوت شبیه به هم می باشد. قالب Al_2O_3 تبلور مجدد یافته، به طور مشخص یک زیر لایه خنثی برای فلز مایع نشان میدهد. در این مورد واکنش بین مذاب - قالب نباید وجود داشته باشد در حالی که ما شاهد وجود یوتکتیک سطحی هستیم.

(2) مهمتر از این، نتایج حاصله برای شمش هسته با این فرضیات مخالف است. به عنوان مثال، هر دو زیر لایه داخلی و خارجی از Al_2O_3 هستند. با این وجود، مورفولوژی لایه یوتکتیک متفاوت است.

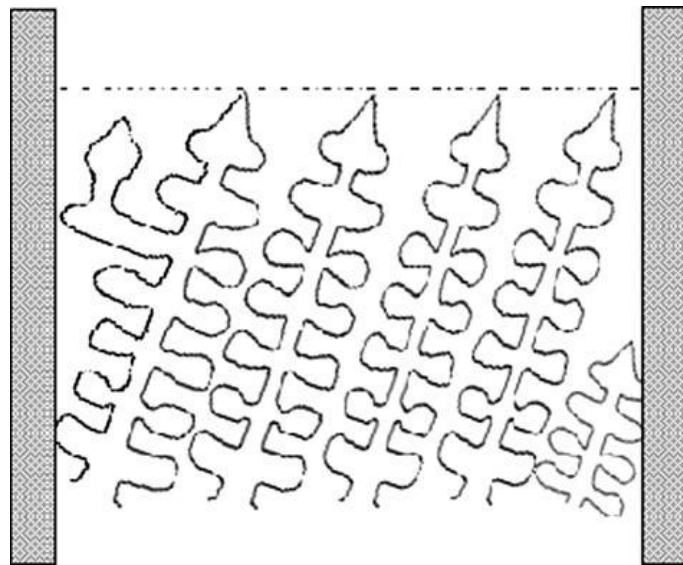
این نکته روشن، وجود واکنش مذاب/ قالب را به عنوان عامل شکل گیری یوتکتیک سطحی نفی می کند [4].

4-4-2. شاخه دار شدن دندریتها-طبیعت بازوهای اولیه دندریتی

عامل دیگری که می توان برای افزایش میکرو جدایش در سطح بیان شود، ارتباط بین دندریت های اولیه با دیواره قالب می باشد. این امر به صورت شماتیک در شکل 7 بیان گردیده است. در سمت انشعاب یافته، شاخه های اضافی میله های ثانویه و در ادامه شکل گیری بازو های سوم برای تبدیل شدن به پایه های اولیه جهت پر کردن بدنه مایع در شیارهای موجود در لبه دیواره اتفاق می افتد. این امر با ایجاد میکروجدایش ها همراه خواهد بود. در نتیجه می تواند منجر به شکل گیری یوتکتیک سطحی شود. اگرچه با شرح نتایج تجربی می بینیم که این احتمال هم امکان پذیر نیست. به دلیل اینکه [4]:

1) برای جهت گیری غیر محوری، نیمی از ابعاد شمش شامل حالت واگرایی (011) با دیواره قالب می شود. اگرچه نیمی از شمش به صورت همگرا می باشد. اگر این مکانیزم عملی باشد، حتما وسعت ناحیه یوتکتیک باید 50% کل شمش باشد، درحالی که طبق شکل 5 چنین چیزی امکان پذیر نیست و وسعت ناحیه یوتکتیک تا 85% می باشد.

2) به علاوه، چنین سناریویی بایستی در مورد تماس مذاب با هسته نیز اتفاق بیفتد؛ به دلیل اینکه حالت واگرایی (011) در دیواره قالب با حالت واگرایی هسته معادل هستند. این امر ضروری است. در حالی که مورفولوژی یوتکتیک بر روی هسته به طور قابل توجهی با مورفولوژی بر روی دیواره قالب متفاوت است.

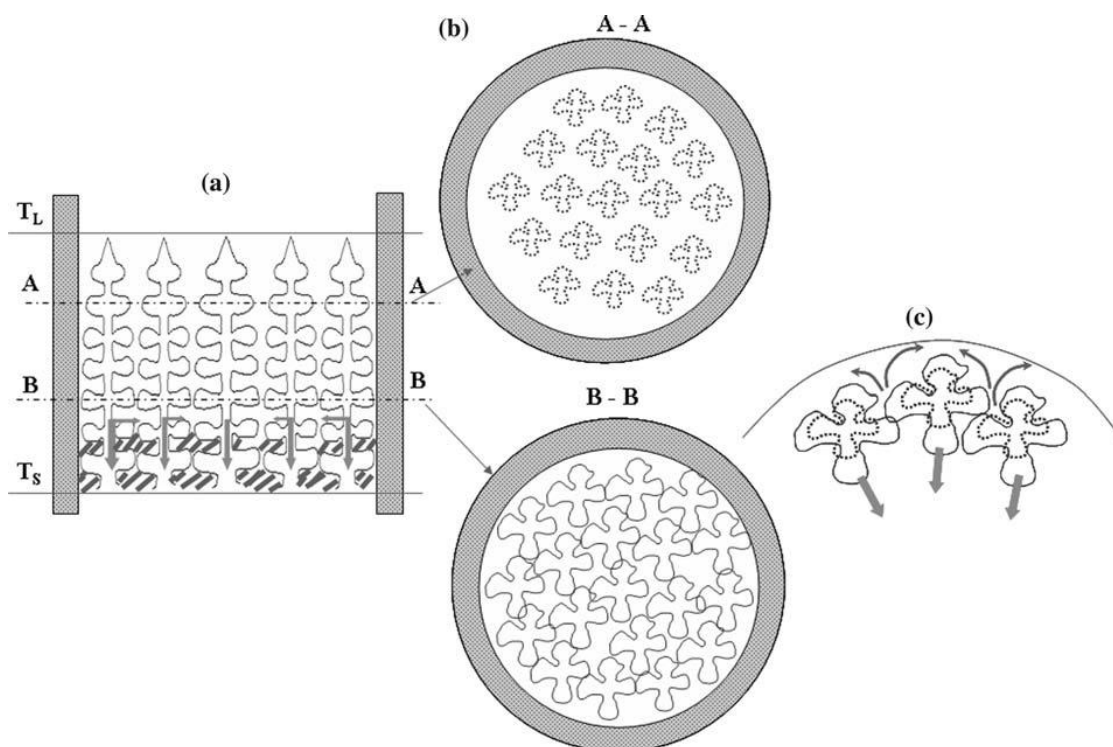


شکل 4-6. تصویر شماتیک طبیعت دندریتهای اولیه نسبت به دیواره قالب

4-4-3. انقباض شبکه دندریتی

انجماد همراه با انقباض می باشد و علت ممکن دیگر برای توجیه شکل گیری لایه یوتکتیک سطحی میتواند وجود انقباض در جریان سیال بین دندریتی باشد. ما این مکانیزم را به صورت شماتیک در

شکل های 4-4 (a) تا 4-7 (c) رسم کردیم. در رشد جهت دار، غالباً انقباض محوري در طول دندريتهای اولیه وجود دارد. اگرچه مقداري انقباض جانبي همراه با رشد بازوهای ثانويه به وجود می آید. این موضوع در شکل 4-7 (a) نشان داده شده است. منطقه سایه زده شده فاز یوتکتیک غیر تعادلي را در هنگامی که دما کمتر از دمای یوتکتیک می باشد، نشان می دهد [4].



شکل 4-7 (a) تصویر شماتیک دندريتها مراحل مختلف انجماد را نشان میدهد (b) تصویر برش دندريتها در A-A و مرحله آخر (c) B-B جابجایی دندريتها و جریان مایع در ناحیه بین دندريتی [4].

هنگامی که بازوهای ثانويه هنوز به دیواره قالب تجاوز نکرده اند به صورت مایع در تماس با دیواره قالب هستند. در دو تصویری که در شکل 4-7 (b) موجود است در قسمت A-A بازوهای ثانويه به دلیل درصد جزئی مایع بالا به هم متصل نیستند؛ در حالی که در قسمت B-B دندريت های ثانويه به همسایگی یکدیگر رسیده اند و درشت شده و به مراحل نهایی انجماد نزدیک شده اند. در این مورد به علت کرنش های انتقالی، مرکز دندريت ها با مرجعهای A-A جایگزین شده اند. این امر در شکل 4-7 (c) نشان داده شده است. هنگامی که دندريت های A-A نقطه چین (با دندريت های) B-B (خطی) مرتبط شده اند. برای یک جفت نقطه چین / خط مرکزها دارای تقاطع زیادی نیستند اما نسبتاً جا به جا شده اند. در هنگام انقباض جانبي در دیواره قالب، بازو های ثانويه به سمت داخل جا به جا می شوند (با فلش در شکل نشان داده شده است) و به علت اینکه بازوهای دندريتی ثانويه (جامد) به خوبی توسط مایع بین دندريتی تر گشته است؛ حرکت جامد به سمت داخل (دور از دیواره قالب (انقباض)) به اجبار موجب حرکت مایع بین دندريتی به سمت بیرون (به سمت دیواره قالب برای جبران انقباض) می شود. (در شکل 4-7 (c)) گردش موضعی مایع بین دندريتی منجر به افزایش

جدایش ماکرو در جلوی این بازوها و منجر به شکل گیری لایه یوتکتیک در سطح قالب می شود بنابراین مانع از تماس و تجاوز دندریت های جامد به دیواره قالب می گردد [4].

نکته مهم این است که قابلیت تر شدن دندریت ها توسط مایع بین دندریتی و انقباض حرارتی همراه با رشد بازوهای ثانویه در تماس با دیواره قالب در مرحله نهایی انجماد می باشد. اگرچه محاسبات جزئی تر برای تخمین کرنش همراه انجماد لازم است [4].

4-5. نتیجه گیری

نتایج بدست آمده از این پژوهش به شرح زیر می باشند:

- 1) مکانیزم ها نشان میدهد که از واکنش بین فلز – قالب و میل دندریت های اولیه با دیواره قالب میتوان صرف نظر کرد.
- 2) یک مکانیزم محتملتر نشان میدهد که مرحلهی آخر انجماد هنگامیست که مایع بین دندریتی در تماس با دیواره قالب است. انقباض جانبی جامد همراه به جریان موضعی مایع بین دندریتی جبران میشود. برای این انقباض که میتواند با افزایش ، میکرو جدایش را به سمت جلوی بازوی دندریتی سوق دهد تا بدین گونه یوتکتیک سطحی در سطح خارجی قطعه تشکیل شود.

[1]. Jacques Lacaze and Alain Hazotte, "Directionally Solidified Materials: Nickel-Base Superalloys for Gas Turbines", *Textures and Microstructures*, 1990, Vol. 13, pp. 1-14.

[2].R.A. Hobbs, S. Tin, and C.M.F. Rae, "A Castability Model Based on Elemental Solid-Liquid Partitioning in Advanced Nickel-Base Single-Crystal Super alloys", *Metallurgical and Material Transaction A*, Vol. 36A, 2005, pp. 2761:73.

[3].E.C. Caldwell, F.J. Fela, and G.E. Fuchs: *JOM*, 2004, vol. 56 (9), pp. 44-48.

[4].G. Brewster, H.B. Dong, N.R. Green, and N. D'souza, "Surface Segregation during Directional Solidification of Ni Base Super alloys", *Metallurgical and Material Transaction B*, Vol. 36A, 2005, pp. 87-93.

[5].N. D'Souza, M. Lekstrom, H.B. Dong, "An analysis of measurement of solute segregation in Ni-base super alloys using X-ray spectroscopy", *Materials Science and Engineering A* 490, 2008, pp. 258-265.