



Microstructure and Mechanical Properties of Inconel 738LC Joint by Wide Gap Brazing Using Inconel 718

H. Alinaghian¹, P. Marashi^{1*}, A. Farzadi¹, M. Pouranvari²

¹ Department of Mining and Metallurgical Engineering, Amirkabir University of Technology, Tehran, Iran

² Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology, Tehran, Iran

ABSTRACT: In this research, Inconel 738LC as the base metal was joined by wide gap brazing using the mixture of Inconel 718 as high-temperature particle and BNi-2 as low-temperature particle. By using Inconel 718, the brazing temperature can be increased and porosity reduced significantly due to higher melting point temperature than the base metal. The effect of mixture ratio on the microstructure and the mechanical properties was studied. The amount of the low-temperature particle in the mixture was 30, 40, and 50 percent. By decreasing the low-temperature particle ratio, the amount of eutectic phase and the blocky boride in the solid diffusion zone decreased markedly. The joint width increased by increasing the amount of low-temperature particles. There were two distinct regions in the joint/base interface. Due to the diffusion of boron into the base, adjacent to the joint, the grain boundary melted and created a region including both the isothermal solidification zone and solid diffusion zone. By getting away from the joint, the content of boron reduced by the grain-boundary diffusion. It was observed that aging did not have a significant effect on the amount and distribution of eutectic phases and blocky borides, however, the morphology of these phases changed slightly. Moreover, aging had a small effect on hardness making the hardness of different phases more uniform.

Review History:

Received: 15 Jan. 2019

Revised: 28 Jul. 2019

Accepted: 22 Sep. 2019

Available Online: 22 Oct. 2019

Keywords:

Microstructure

Heat treatment

Diffusion brazing

Ni-base superalloy

Wide clearance brazing

1- Introduction

High-temperature brazing widely used as a cost-effective technology to produce high-performance joints with excellent static and dynamic load resistance as well as high corrosion resistance [1]. For conventional brazing, the joint gaps to be brazed are generally required to be below 200 μm to provide the capillary attraction.

For brazing of a wider joint, excessive Melting Point Depressant (MPD) elements form brittle intermetallics such as borides and silicides in the centerline. The presence of these phases provides a path for crack propagation and reduces fracture strength of the joint. To overcome these limitations, Wide Gap Brazing (WGB) was developed. In this case the Low-Temperature Particle (LTP) is blended with High-Temperature Particle (HTP) of similar composition to the base metal [2, 3]. HTP in WGB has the following functions: (i) to provide capillary force to draw molten filler alloy into the cavity, (ii) to act as MPDs sink, and (iii) to further alloying the joint and increase its ductility [4, 5]. The mechanical behavior of mixed powder brazed joint is always determined by its inherent microstructure. The presence of eutectic product and large intermetallic in mixed powder brazed joint has been found to promote crack initiation and provide low resistance to cracks propagation during deformation, deteriorating the mixed powder brazed joint's mechanical behavior [6].

In this study, polycrystalline cast Inconel 738LC superalloy is used as the base metal. The purpose of this research is to

use alternative filler alloys to develop and characterize a braze repair process for this alloy. Therefore, Inconel 718 is used to reach better mechanical properties. However, the microstructure and mechanical properties of WGB joints involving dissimilar alloys and brazing alloys containing boron and silicon have not been studied.

2- Experimental Procedure

The parent metal chosen in the present study was Inconel 738LC. For brazing, BNi-2 was selected as the LTP, while Inconel 718 was used as HTP. 30, 40, and 50 percent LTP was selected to study the effect of mixing ratio. Brazing was carried out in a vacuum furnace at about 5×10^{-5} torr at 1230 oC for 10 min and was held at 1109 °C for 2 hr. To study the effect of heat treatment, some samples were aged under standard aging conditions of Inconel 738LC (845oC/24hr). A microhardness test was performed using 50 g load. The shear test was carried out on samples with dimensions of $10 \times 10 \times 10$ mm³.

3- Results and Discussion

Fig. 1 shows the microstructure of regions and zones in 50% BNi-2. During the brazing cycle, the LTP melts and fills the gap. By reducing the amount of MPD from the liquid due to the diffusion of B and Si to the HTP, the liquid solidifies isothermally.

Fig. 2 shows that Athermally Solidified Region (ASR) has a hardness value of about 1280 HV. This is higher than the hardness values of other regions remarkably. This region contains eutectic structure which is rich in Cr and Mo. Other regions mostly contain γ matrix and hence they have a similar

*Corresponding author's email: nozar@ssau.ac.ir



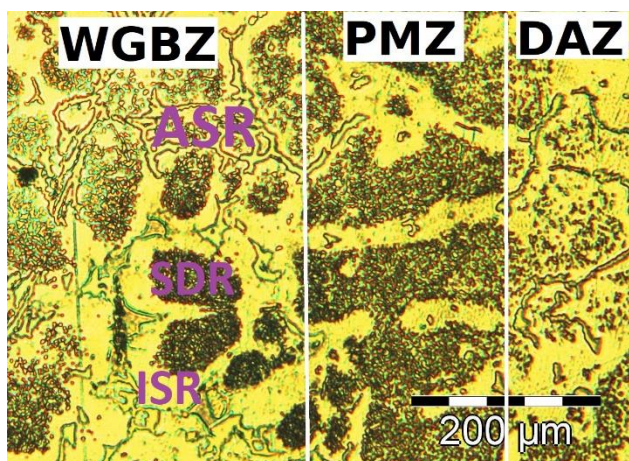


Fig. 1. the microstructure of the sample brazed with 50% LTP

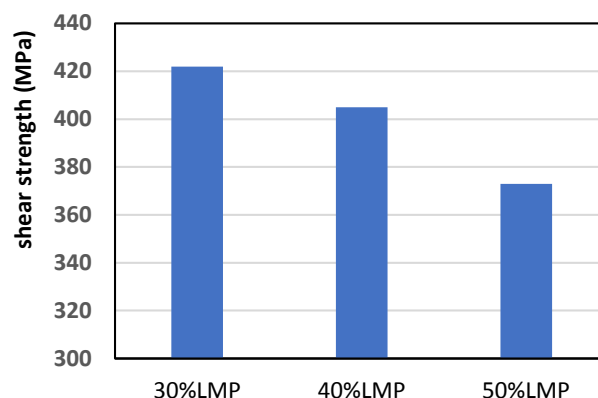


Fig. 3. Shear strength of the joints

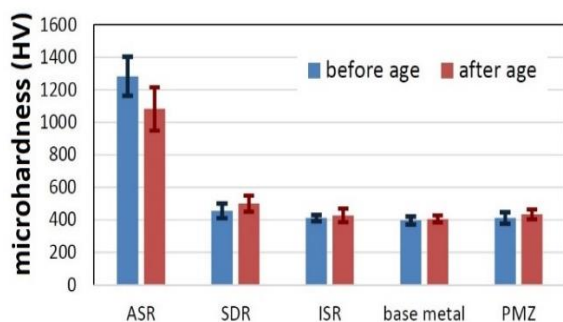


Fig. 2. Microhardness of solidification regions of WGBZ and interface in 50% LMP sample

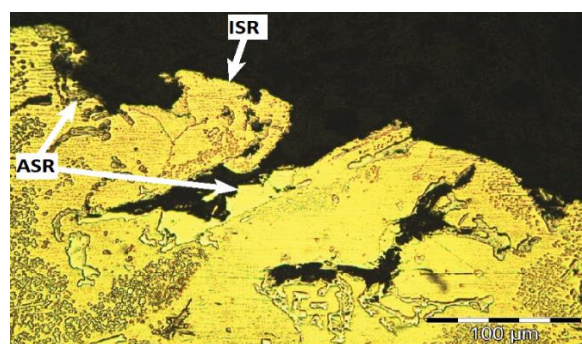


Fig. 4. Fracture surface of 50% LMP sample after aging

hardness. By heat treatment, the hardness does not change noticeably. During brazing, the alloying elements are depleted from the matrix. Thus, during heat treatment, formation of γ'' is not possible in the matrix and hence the hardness does not change significantly. In WGBZ, during heat treatment, the hardness of the ASR reduces and the hardness of the Solid Diffusion Region (SDR) increases. Therefore, the hardness of the joint becomes more uniform. During aging, B diffuses from eutectic Cr-rich boride to the matrix and the hardness at the eutectic structure reduces. However, the hardness in this region does not change significantly, because, at aging temperature, Cr₂₃C₆ forms due to lower Gibbs free energy and this carbide is very brittle. The diffusion of B from the ASR to the Isothermal Solidification Region (ISR) is very low because the γ matrix is depleted from elements that form borides. Moreover, γ has low solubility of B according to Ni-B binary diagram.

The shear strength of the brazed samples at different mixing ratios is shown in Fig. 3. As can be seen, the strength decreases from 422 MPa to 373 MPa by increasing LTP ratio from 30 to 50 percent. Fig. 4 shows the cross-section of the fractured sample by optical microscope. It can be seen that fracture mostly occurs at the ASR. The brittle structure of this region beside interlink network shape makes this

region a suitable location for crack propagation and thus the mechanical properties decrease significantly. By increasing the LTP ratio, the eutectic volume fraction increases and ductile area decreases; thus the fracture strength decreases. However, in all samples, the crack mostly propagates in the ASR due to network shape of this area.

4- Conclusions

During WGB of Inconel 738LC using Inconel 718, the eutectic structure has a detrimental effect on mechanical properties due to brittle structure and interlinked network shape. By heat treatment, the hardness of eutectic decreases slightly. During aging, brittle Cr₂₃C₆ forms and hence the hardness after heat treatment does not change significantly.

References

- [1] X.W. Wu, R.S. Chandel, H.P. Seow, H. Li, Wide gap brazing of stainless steel to nickel-based superalloy, *Journal of Materials Processing Technology*, 113(1) (2001) 215-221.
- [2] X. Huang, W. Miglietti, Wide Gap Braze Repair of Gas Turbine Blades and Vanes—A Review, *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, 134(1) (2011) 010801.

- [3] T. Henhoeffler, X. Huang, S. Yandt, P. Au, Fatigue Properties of Narrow and Wide Gap Braze Repaired Joints, *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, 133(9) (2011) 092101.
- [4] D. McGuire, X. Huang, D. Nagy, W. Chen, Effect of Tungsten Addition on the Nucleation of Borides in Wide Gap Brazed Joint, *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, 132(6) (2010) 062101.
- [5] Y.H. Kim, K.T. Kim, I.H. Kim, Effect of Mixing Ratio on Mechanical Properties of Wide-Gap Brazed Ni-Based Superalloy with Ni-Si-B Alloy Powder, *Key Engineering Materials*, 306-308 (2006) 935-940.
- [6] G. Wang, Y. Sun, X. Wang, J. Liu, J. Liu, J. Li, J. Yu, Y. Zhou, T. Jin, X. Sun, X. Sun, Microstructure evolution and mechanical behavior of Ni-based single crystal superalloy joint brazed with mixed powder at elevated temperature, *Journal of Materials Science & Technology*, 33(10) (2017) 1219-1226.



بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی اتصال اینکونل ۷۳۸ به روش لحیم کاری درز پهن با استفاده از اینکونل ۷۱۸

حسین علینقیان^۱، پیروز مرعشی^{۱*}، علی فرزادی^۱، مجید پورانوری^۲

^۱ دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی امیرکبیر، تهران، ایران

^۲ دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران

تاریخچه داوری:

دریافت: ۱۳۹۷/۱۰/۲۵
بازنگری: ۱۳۹۸/۰۵/۰۶
پذیرش: ۱۳۹۸/۰۶/۳۱
ارائه آنلاین: ۱۳۹۸/۰۷/۳۰

کلمات کلیدی:

ریزساختار
عملیات حرارتی
لحیم کاری سخت نفوذی
ابرایاژ پایه نیکل
خواص مکانیکی

خلاصه: در این تحقیق، اتصال اینکونل ۷۳۸ به روش لحیم کاری درز پهن با استفاده از اینکونل ۷۱۸ به عنوان پودر با دمای ذوب بالا و پودر لحیم کاری با دمای ذوب پایین دارای بور و سیلیسیم در مقادیر ۳۰، ۴۰ و ۵۰ درصد مورد بررسی قرار گرفت. استفاده از اینکونل ۷۱۸ به دلیل دمای ذوب بالاتر از فلز پایه امکان افزایش دمای لحیم کاری را فراهم کرد که باعث کاهش قابل توجه مقدار تخلخل شد. کاهش مقدار پودر با دمای ذوب پایین، مقدار فاز یوتکتیک در منطقه اتصال را به مقدار قابل توجهی کاهش داد. پهنای منطقه اتصال با افزایش مقدار پودر با دمای ذوب پایین افزایش یافت. دو منطقه در مرز بین فلز پایه و اتصال دیده شد. در مجاور منطقه اتصال، بور از طریق مرزدانه به فلز پایه نفوذ کرد و باعث ذوب مرزدانه شد. مرزدانه به صورت هم‌دما منجمد شد و دو منطقه انجماد هم‌دما و منطقه جامد نفوذی در مرز اتصال مشاهده شد. با فاصله گرفتن از مرز اتصال، مقدار بور که تنها از طریق نفوذ جامد در مرزدانه‌های فلز پایه ممکن است نفوذ کند، کاهش یافت. عملیات حرارتی پیرسختی تأثیر زیادی بر توزیع فازها نداشت، اما مورفولوژی فازها تا حدی تغییر کرد. با عملیات حرارتی سختی اتصال تغییر زیادی نداشت و تا حدی سختی مناطق مختلف به هم نزدیک شد. استحکام برشی با افزایش درصد پودر با دمای ذوب پایین به دلیل افزایش مقدار فاز ترد یوتکتیکی کاهش یافت. فاز ترد یوتکتیکی با ساختار کشیده مکان مناسبی برای رشد ترک ایجاد می‌کند و استحکام شکست را به شدت کاهش می‌دهد.

به آن است [۳ و ۴].

۱- مقدمه

در روش لحیم کاری درز اتصال پهن، پودر با دمای ذوب بالا نقش اصلی دارد: ایجاد فضایی برای حرکت مذاب با نیروی موینگی، ایجاد پل برای نگهداری مذاب در داخل اتصال، محلی برای نفوذ عناصر کاهنده نقطه ذوب و در نتیجه کاهش مقدار فازهای بین‌فلزی. به واسطه ذوب شدن سطحی و نفوذ در فاز جامد، مقدار بور و سیلیسیم و مقدار فاز یوتکتیک ترد در منطقه اتصال کاهش می‌یابد [۵]. حتی با بهترین شرایط فرآیند و انتخاب بهترین ماده پرکننده، نمی‌توان از تشکیل فاز بین‌فلزی به‌طور کامل جلوگیری نمود. تشکیل فازهای بین‌فلزی و فازهای یوتکتیکی باعث کاهش خواص مکانیکی به‌ویژه انعطاف‌پذیری و عمر خستگی نسبت به فلز پایه می‌شود [۶-۸].

در این تحقیق آلیاژ اینکونل ۷۳۸ به عنوان فلز پایه انتخاب شد. این آلیاژ کاربرد زیادی در قسمت داغ موتورهای توربینی هوایی و زمینی دارد. این آلیاژ جوش‌پذیری ضعیفی دارد و تعمیر ترک‌های ناشی از خستگی حرارتی در این آلیاژ با مشکلات فراوانی مواجه است [۹]. لحیم کاری درز اتصال پهن روش پیشنهادی بسیاری از محققان برای تعمیر این آلیاژ است [۳، ۶، ۱۰]. تاکنون

لحیم کاری سخت به عنوان یک روش مؤثر برای افزایش عمر پره‌های توربین با هزینه پایین شناخته شده است. در لحیم کاری متداول یا به عبارتی لحیم کاری درز باریک، مذاب بر اساس موینگی حرکت می‌کند و این باعث محدودیت زیاد در شرایط اتصال می‌شود. از آنجایی که غالباً بور و سیلیسیم به عنوان کاهنده نقطه ذوب^۱ در لحیم کاری سوپرآلیاژهای پایه نیکل و کبالت مورد استفاده قرار می‌گیرد، درز اتصال باید ۲۰۰۵۰ میکرومتر باشد تا بتوان از تشکیل فازهای ترد بین‌فلزی به شکل بوراید و سیلیسید خودداری نمود [۱]. در عمل، اندازه درز اتصال بالاتر از ۲۵۰ میکرومتر در محدوده لحیم کاری درز پهن^۲ قرار می‌گیرد [۲]. ماده پرکننده در روش لحیم کاری درز اتصال پهن اغلب ترکیبی از یک پودر با دمای ذوب بالا^۳ و یک پودر با دمای ذوب پایین^۴ است. ترکیب شیمیایی پودر با دمای ذوب بالا اغلب مشابه فلز پایه یا نزدیک

- 1 Melting Point Depressant
- 2 Wide Gap Brazing
- 3 High Melting Particle
- 4 Low Melting Particle

* نویسنده عهده‌دار مکاتبات: pmarashi@aut.ac.ir



Table 1. Composition of material (weight percent)

جدول ۱: ترکیب شیمیایی مواد (برحسب درصد وزنی)

نام ماده	کروم	کبالت	آهن	نیوبیوم	تیتانیوم	آلومینیوم	مولیبدن	بور	سیلیسیم	تنگستن	نیکل
اینکونل ۷۳۸	۱۸/۸	۹	۰/۳	۱/۱۵	۴	۴/۱۶	۱/۶۵	-	۰/۰۴	۲	مابقی
اینکونل ۷۱۸	۲۰	-	۱۸/۵	۵/۲	۱	۱	۲/۸	-	-	-	مابقی
BNi-۲	۸	۰/۰۷	۴	-	۰/۰۳	-	-	۲/۹	۴	-	مابقی

Table 2. Solidus and liquidus temperatures of material

جدول ۲: دماهای شروع و پایان انجماد مواد اولیه

نام ماده	دمای شروع انجماد (°C)	دمای پایان انجماد (°C)
اینکونل ۷۳۸	۱۲۳۲	۱۳۱۵
اینکونل ۷۱۸	۱۲۶۰	۱۳۳۶
BNi-۲	۹۷۱	۹۹۸

پودر اینکونل ۷۱۸ از شرکت اورلیکون متکو^۳ با نام تجاری امدرای^۴ ۷۱۸ تهیه شده است. در جدول ۲ دمای شروع انجماد^۵ و پایان انجماد^۶ این مواد نشان داده شده است.

فلز پایه با استفاده از روش برش سیم^۷ به صورت مکعب مستطیل با ابعاد $35 \times 10 \times 10$ mm^۳ برش داده شد تا بتوان از آن در بررسی‌های ریزساختاری و سختی‌سنجی استفاده کرد. سپس در قسمت میانی توسط صفحه برش^۸ 30×0.5 mm^۳ یک شیار ایجاد شد. نمونه‌ها قبل از اتصال در استون با استفاده از فراصوت از هرگونه چربی و آلودگی تمیز شد.

برای تهیه ماده پرکننده، پودر با دمای ذوب پایین و پودر با دمای ذوب بالا با مقادیر ۳۰، ۴۰ و ۵۰ درصد وزنی از پودر با دمای ذوب پایین با استفاده از همزن V شکل به مدت ده دقیقه مخلوط شد. سپس به مخلوط تهیه شده اتصال‌دهنده^۹ تنسول^{۱۰} به مقدار ۱۰ درصد وزنی اضافه شد و کاملاً مخلوط گردید تا خمیر ساخته شود. ترکیب آماده شده در مدت کمتر از ۵ دقیقه و قبل از تبخیر مواد فرار توسط سرنگ در محل اتصال تزریق شد. به دلیل این که

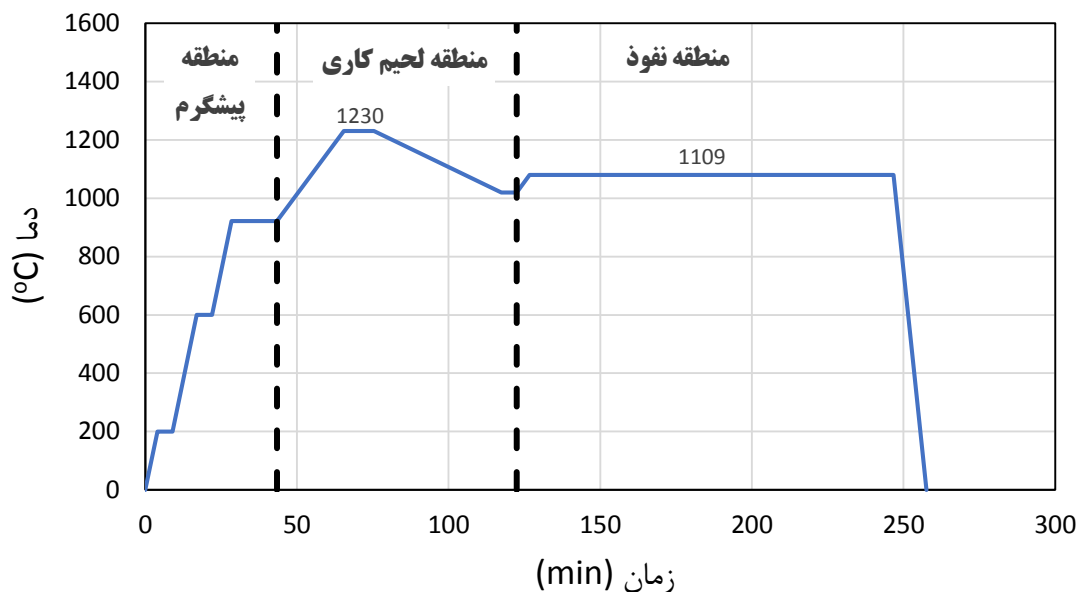
تحقیقات زیادی بر لحیم‌کاری درز اتصال پهن اینکونل ۷۳۸ با پودر سوپرآلیاژ اینکونل ۷۳۸ انجام شده است. مشکلاتی از قبیل وجود مقادیر زیاد تخلخل و وجود ترکیبات بین‌فلزی شدید باعث کاهش خواص مکانیکی می‌شود. برای کاهش تخلخل، محققان روش‌هایی از جمله سیکل دو مرحله‌ای شامل عملیات لحیم‌کاری و عملیات نفوذ به صورت مجزا [۱۱] پیشنهاد دادند تا با حفظ خواص مناسب بتوان مقدار تخلخل را نیز به شدت کاهش داد. در مرحله لحیم‌کاری، ذوب سطحی پودر سوپرآلیاژ باعث کاهش درصد عناصر کاهنده نقطه ذوب در فاز مذاب و کاهش سیالیت می‌شود که افزایش تخلخل را به همراه دارد. با استفاده از آلیاژی با دمای ذوب بالاتر می‌توان مقدار ذوب شدن پودر با دمای ذوب بالا را کاهش داد و مقدار تخلخل را نیز کم کرد. به همین دلیل از اینکونل ۷۱۸ استفاده شده است. در این تحقیق ساختار و سختی اتصال فلز پایه اینکونل ۷۳۸ ایجاد شده با استفاده از این پودر مورد بررسی قرار گرفته است.

۲- مواد و روش‌ها

ترکیب شیمیایی مواد مورد استفاده به روش پلاسمای جفت‌شده القایی^۱ و طیف‌سنج نشر نوری^۲ بررسی شد که نتایج آن در جدول ۱ آورده شده است.

- 1 Inductively Coupled Plasma
- 2 Optical Emission Spectroscopy

- 3 Oerlikon Metco
- 4 Amdry 718
- 5 Liquidus
- 6 Solidus
- 7 Wire Cut
- 8 Cutting Disk
- 9 Binder
- 10 Tensol



شکل ۱: سیکل اتصال در کوره خلاء

Fig. 1. Brazing cycle at vacuum furnace

۱۱۰۹ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شد و ۲ ساعت در این دما نگهداری شد تا نفوذ صورت گیرد و اتصال بهبود یابد.

سپس نمونه‌ها برش داده شد و بخشی از هر نمونه برای انجام بررسی‌ها جدا شد. سپس برای عملیات حرارتی نمونه‌ها به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۸۴۵ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد.

بعد از لحیم‌کاری، نمونه‌ها در راستای عمود بر سطح مقطع اتصال برش زده شد. سپس با استفاده از روش استاندارد متالوگرافی و با استفاده از محلول کالینگ^۱ (۱/۵ گرم CuCl_2 ، ۳۳ میلی‌لیتر HCl ، ۳۳ میلی‌لیتر آب، ۳۳ میلی‌لیتر اتانول) سطح نمونه‌ها آماده‌سازی شد. ریزساختار اتصال با استفاده از میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی^۲ مورد بررسی قرار گرفت. همچنین از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی برای آنالیز ترکیب شیمیایی فازها و آنالیز خطی استفاده شد. برای پردازش تصاویر از نرم‌افزار ایمیج‌جی‌آب کمک افزونه فیجی^۴ استفاده شد.

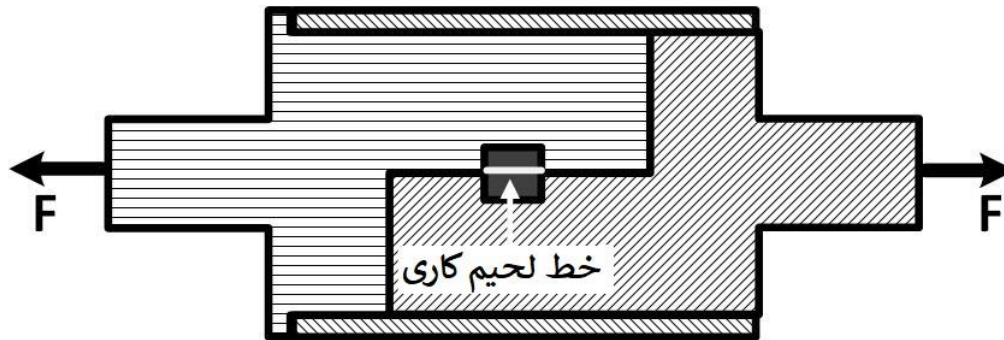
به‌منظور تعیین خواص مکانیکی اتصال، آزمون ریزسختی ویکرز با نیروی ۵۰ گرم طبق استاندارد آ.اس.تی.ام. ای ۳۸۴^۵ به‌صورت خطی و

در داخل کوره حین ذوب پودر با دمای ذوب پایین با پرشدن فضای داخل شیار، مقداری از مواد پرکننده به داخل کشیده می‌شود، کمی خمیر به‌صورت اضافه روی شیار قرار گرفت تا مشکل کمبود مواد ایجاد نشود. سپس نمونه‌ها به مدت یک ساعت در بیرون کوره نگه داشته شد تا مواد فرار خارج گردد. برای اتصال‌دهی، از کوره خلاء و سیکل نشان داده شده در شکل ۱ استفاده شد. قبل از شروع سیکل یک مرحله خلاء ایجاد گردید و سپس گاز آرگون وارد کوره شد و مجدداً خلاء ایجاد شد. سیکل اتصال شامل سه مرحله بود: مرحله اول) پیش‌گرم کردن: در این مرحله نمونه ابتدا تا ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شد و ۵ دقیقه نگه داشته شد تا اتصال‌دهنده به‌طور کامل بخار شود. سپس تا ۹۲۲ درجه سانتی‌گراد حرارت داده می‌شود و ۱۵ دقیقه نگه داشته شد تا قطعه کاملاً با کوره هم‌دما شود.

مرحله دوم) لحیم‌کاری: نمونه با نرخ ۱۴ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه تا دمای ۱۲۳۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شد تا پودر با دمای ذوب پایین کامل ذوب شود. سپس در این دما نگه داشته شد تا فضای داخل اتصال کامل پر شود و تخلخل کاهش یابد. سپس به آرامی دما تا 1020°C با نرخ ۵ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه سرد شد تا منطقه اتصال به‌صورت کامل به حالت جامد تبدیل شود.

مرحله سوم) نگهداری برای اتصال بهتر: در این مرحله نمونه تا دمای

1 Kalling's Etchant
2 Field Emission Scanning Electron Microscopy
3 ImageJ
4 Fiji
5 ASTM: E384



شکل ۲: شماتیک فیکسچر مورد استفاده در آزمون برش

Fig. 2. Schematic of the shear test fixture

گفته می‌شود. بور و کربن در اینجا قابل شناسایی است، اما مقدار آن را نمی‌توان به صورت کمی بیان نمود.

ترکیب شیمیایی نقاط نمایش داده شده در شکل ۳، در جدول ۳ آورده شده است. نقاط A و C در منطقه نفوذ حالت جامد قرار گرفته‌اند. نقطه A، یک فاز غنی از کروم است که مقادیر بالایی از کربن و بور نسبت به زمینه دارد و احتمالاً به صورت کربوبوراید باشد. این فاز توسط سایر محققان [۱۴-۱۲] نیز مشاهده شده است. تشکیل این فاز در منطقه نفوذ حالت جامد باعث کاهش مقدار کروم و نیوبوم در فاز زمینه و کاهش مقدار فاز γ''/γ' می‌شود که خواص دما بالای اتصال را تضعیف می‌کند.

منطقه انجماد هم‌دما که در اطراف منطقه نفوذ حالت جامد قرار گرفته است، در اثر انجماد هم‌دما ایجاد شده است. این منطقه که با K نمایش داده شده است، شامل فازی غنی از γ است. در این منطقه مشابه فاز زمینه در منطقه نفوذ حالت جامد، نیوبوم مشاهده نشده است و با توجه به این که این عنصر تشکیل دهنده فاز γ'' است، می‌توان پیش‌بینی کرد که فاز γ'' در این مناطق تشکیل نشده است. عناصر کروم، مولیبدن، نیوبوم و تیتانیوم از منطقه انجماد هم‌دما پس‌زده شده‌اند و در این منطقه عناصر آلیاژی بسیار کم است.

فازهای H و I در شکل ۳-د و G در شکل ۳-ج، فازهای سفید بلوکی شکل و غنی از عناصر دیرگداز هستند که به صورت بلوکی و مکعبی کوچک دیده می‌شوند. این فازها غنی از نیوبوم و تیتانیوم هستند. این عناصر دارای ضریب توزیع (k) کوچکی هستند. ضریب k در تیتانیوم در سوپرآلیاژ پایه نیکل ۰/۵۲۵ و برای نیوبوم ۰/۱۶۱ است [۱۵] و به همین دلیل حین انجماد، این عناصر پس‌زده می‌شوند. هانگ و همکاران [۴] نیز ساختاری مشابه را

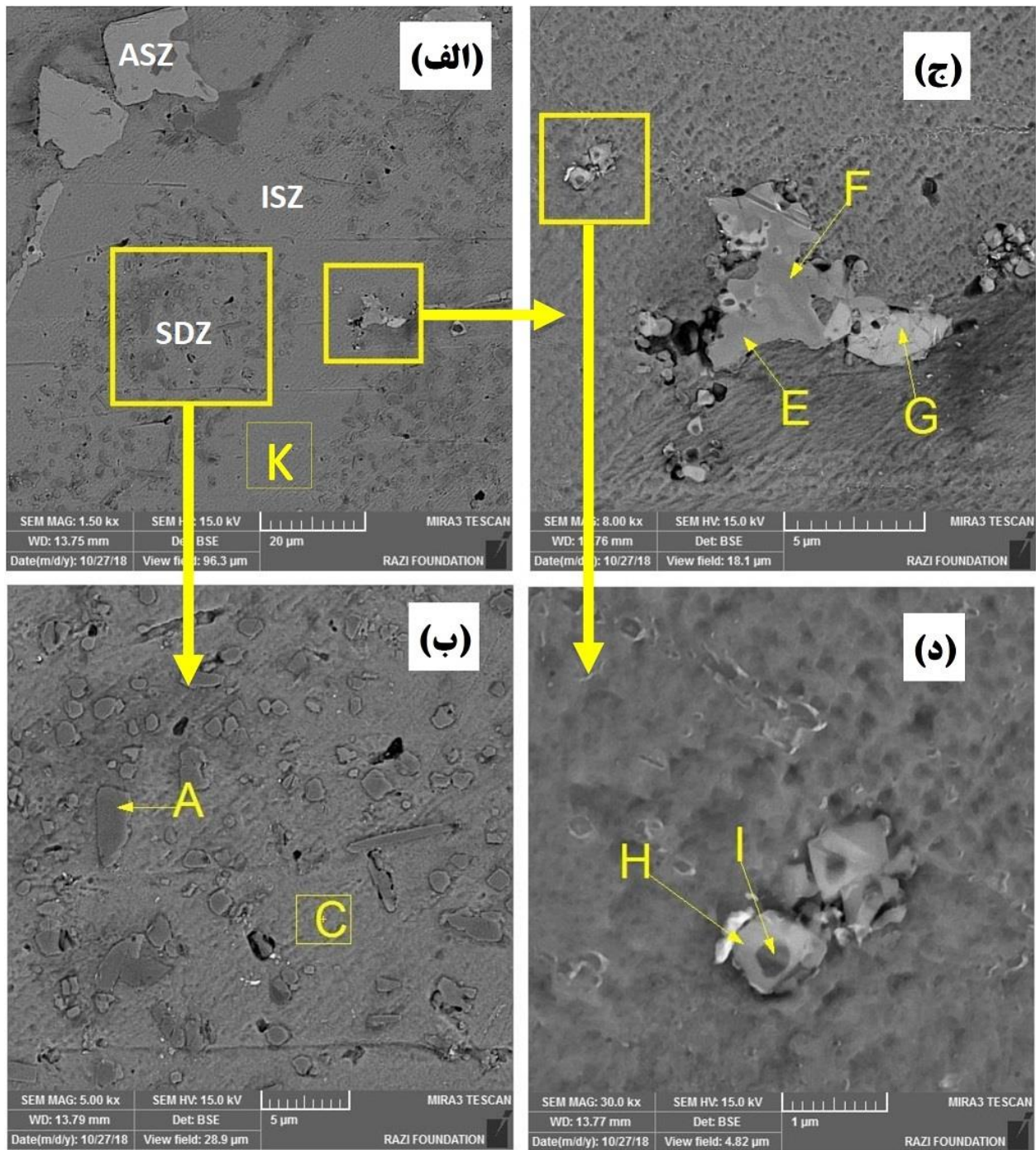
همچنین برای هر فاز انجام شد. سختی گزارش شده برای هر فاز، میانگین ۵ سختی گرفته شد. برای تعیین استحکام برشی نمونه‌ها، از هر نمونه سه مکعب با ابعاد $10 \times 10 \times 10$ میلی‌متر تهیه گردید. سپس نمونه‌ها در داخل فیکسچر نشان داده شده در شکل ۲ قرار داده شد تا تحت برش نمونه از قسمت اتصال بشکند.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- ریزساختار

ریزساختار سه نمونه ۳۰، ۴۰ و ۵۰ درصد از پودر با دمای ذوب پایین بررسی شد که به دلیل تشابه کلی آن‌ها، به ارایه نمونه ۵۰ درصد اکتفا می‌شود. ریزساختار نمونه با ۵۰ درصد از پودر با دمای ذوب پایین در شکل ۳ نشان داده شده است. سه منطقه ریزساختاری در شکل ۳-الف دیده می‌شود: (۱) منطقه انجماد هم‌دما، (۲) منطقه انجماد غیرهم‌دما، و (۳) منطقه نفوذ حالت جامد. منطقه انجماد هم‌دما^۱ شامل محلول جامد نیکل است که به صورت هم‌دما از سطح پودر با دمای ذوب بالا منجمد شده است. با ایجاد محلول جامد نیکل (فاز γ)، عناصر آلیاژی به داخل مذاب باقی‌مانده پس‌زده می‌شوند. بنابراین مذاب باقی‌مانده غنی از عناصر آلیاژی بور، کروم، مولیبدن و نیوبوم است. کاهش دما، نیروی محرکه لازم برای انجماد فاز یوتکتیک به صورت غیر هم‌دما را ایجاد می‌کند که به آن منطقه انجماد غیرهم‌دما^۲ گفته می‌شود. بخشی از پودرها با دمای ذوب بالا در دمای لحیم‌کاری به صورت جامد باقی می‌مانند که در آن بور نفوذ می‌کند. به این منطقه، منطقه نفوذ حالت جامد^۳

- 1 Isothermal Solidification Zone
- 2 Athermal Solidification Zone
- 3 Solid Diffusion Zone



شکل ۳: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ریزساختار الف) مناطق انجمادی، ب) منطقه نفوذ حالت جامد، ج) منطقه انجماد غیرهمدم، و د) فاز کربوبوراید نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین

Fig. 3. SEM micrographs of the cross-sectional microstructure of the 50% LTP sample showing a) general view, b) SDZ, c) ASZ, and, d) M(B, C) carbo-boride

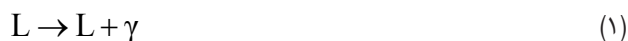
Table 3. Composition (wt.%) of the locations indicated in figure 3 for the 50% LTP sample

جدول ۳: ترکیب شیمیایی نقاط مختلف در شکل ۳ در نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین (درصد وزنی)

منطقه انجماد هم‌دما	منطقه انجماد غیرهم‌دما						منطقه نفوذ حالت جامد		
	<i>L</i>	<i>I</i>	<i>H</i>	<i>G</i>	<i>F</i>	<i>E</i>	<i>C</i>	<i>A</i>	
<i>K</i>									
۰	۰/۳۶	۰	۰	۰	۰	۰	۰/۱۲	۰	آلومینیوم
۰/۸۴	۰/۷۶	۰	۲/۴۹	۱/۷۳	۰	۰	۰/۸۲	۰	سیلیسیم
۰	۰/۷۱	۲۶/۴	۱۴/۴۸	۱۵/۶۲	۱/۰۵	۱/۳۸	۰/۵۵	۰	تیتانیوم
۸/۷۹	۱۶/۳۳	۰/۹۹	۲/۸۷	۰	۴۹/۶	۴۶/۹۱	۱۰/۱۷	۷۰/۶۲	کروم
۲/۹۸	۵/۹۵	۰	۱/۳۱	۰	۰/۴۵	۰	۸/۰۴	۳/۰۵	آهن
۸۷/۲۳	۷۱/۶۷	۲۳/۹۹	۲۷/۷۹	۱/۷۵	۲/۰۹	۰/۷۵	۷۶/۳۳	۲۲/۳۳	نیکل
۰	۴/۲۳	۳۷/۳۸	۴۲/۳۱	۶۱	۲۸/۹۱	۳۴/۹۸	۳/۹۷	۰/۷۹	نیوبیوم
۰	۰	۰	۰	۰	۱۳/۵۳	۱۱/۸۵	۰	۳/۲۱	مولیبدن
۰	۰	۱۱/۲۵	۸/۷۶	۱۹/۹۱	۴/۳۸	۴/۱۳	۰	۰	تانالتیم
۰	۲/۵۶	۰	۰	۰	۰	۰	۰	۰	کبالت

دیگر از جمله مولیبدن، نیوبیوم و سیلیسیم نیز در ترکیب شیمیایی فازهای تشکیل شده وجود دارد، اما مهم‌ترین عناصر برای شکل‌گیری فازهای مختلف، سه عنصر نیکل، کروم و بور هستند. بنابراین می‌توان برای بررسی فازهای تشکیل شده از نمودار فازی تعادلی سه‌تایی نیکل-کروم-بور استفاده نمود. شکل ۴ نمودار فازی تعادلی سه‌تایی این سه عنصر را نشان می‌دهد. با استفاده از این نمودار و ترکیب شیمیایی مذاب اولیه و دمای لحیم‌کاری می‌توان مراحل انجماد را به صورت زیر بیان نمود:

مرحله اول) تشکیل فاز محلول جامد نیکل: طبق شکل ۴ اولین فاز تشکیل شده، فاز محلول جامد نیکل از سطح فاز جامد پودر با دمای ذوب بالا است. این فاز همان منطقه انجماد هم‌دما است که در شکل ۳ دیده می‌شود. حلالیت کم بور در نیکل (۰/۳ درصد اتمی طبق نمودار دوتایی نیکل-بور) و ضریب توزیع^۲ پایین بور در نیکل (۰/۰۰۸ طبق نمودار نیکل-بور) باعث پس‌زده شدن بور به مذاب باقی‌مانده می‌شود.



مرحله دوم) تشکیل فاز غنی از کروم: با تشکیل فاز غنی از نیکل γ ، مذاب باقی‌مانده غنی از کروم و بور می‌شود و با خط یوتکتیک دوتایی برخورد می‌کند. طبق نمودار، در این مرحله بور ایدهای غنی از کروم با ترکیب

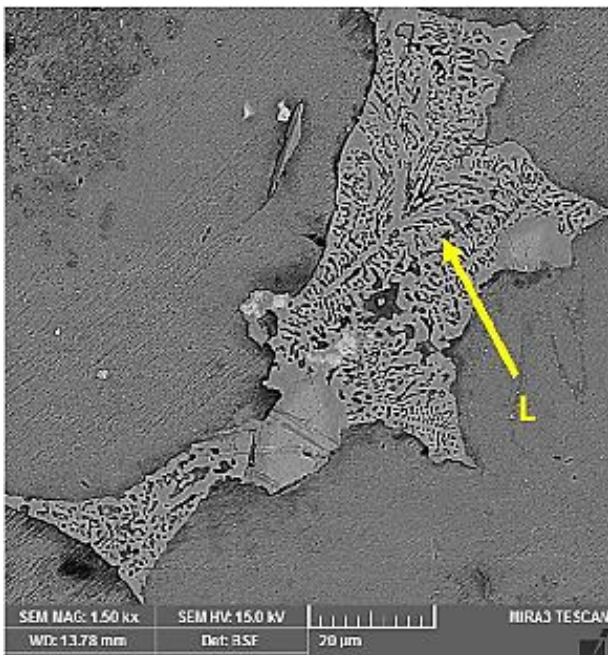
مشاهده کردند. فاز H غنی از نیوبیوم و تانتالیم است و به دلیل این که پیک مربوط به کربن شدت بیش‌تری نسبت به نقاط اطراف دارد، احتمالاً این فاز، یک کاربید دیرگداز است. درون این فاز، یک فاز با رنگ تیره‌تر وجود دارد که به دلیل اندازه خیلی کوچک، آنالیز این فاز خطای بالایی دارد. با این وجود، این فاز غنی از تیتانیوم و احتمالاً کاربید دیرگداز TiC است. این کاربیدها که اغلب به صورت MC هستند، حین انجماد به دلیل پس‌زده شدن عناصر آلیاژی به وجود می‌آید. به دلیل وجود پیک کربن در این فاز، احتمال وجود فاز فشرده توپولوژیکی^۱ درون این فاز ضعیف است و احتمالاً این فاز کاربیدی است.

وو و همکاران [۱۶] نیز مشاهده کردند که مقدار نیوبیوم در فاز یوتکتیک به مراتب بیش‌تر از آلیاژ پایه اینکونل ۷۱۸ است؛ زیرا بور باعث افزایش جدایش نیوبیوم به صورت کاربید نیوبیوم در فاز یوتکتیک می‌شود. آن‌ها همچنین جدایش شدید عناصر تیتانیوم و مولیبدن به صورت رسوب کاربیدی در منطقه انجماد غیرهم‌دما ناشی از ذوب شدن فلز پایه را مشاهده کردند. این جدایش شدید، تهی شدن منطقه انجماد هم‌دما از عناصر آلیاژی را در پی دارد که منجر به نرم شدن این منطقه و کاهش خواص دما بالا را به دنبال می‌شود.

اصلی‌ترین عناصر آلیاژی فاز مایع، نیکل، کروم و بور هستند. البته عناصر

2 Partition Coefficient

1 Topologically Closed Packed



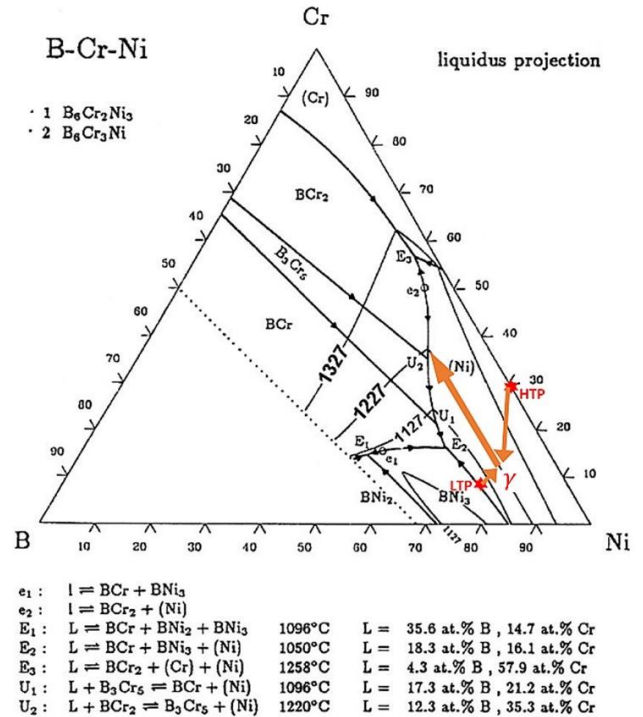
شکل ۵: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ریزساختار یوتکتیک سه‌گانه در نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین در نزدیکی مرز اتصال

Fig. 5. SEM micrograph of ternary eutectic at 50%LTP sample near the interface

می‌شود. واکنش این مرحله از رابطه (۳) پیروی می‌کند.



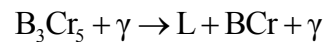
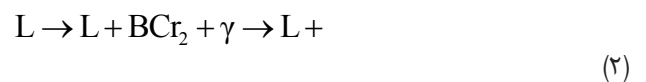
این فاز یوتکتیک سه‌گانه در نمونه با ۳۰ و ۴۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین مشاهده نشد، اما در نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین در بعضی نقاط این فاز دیده می‌شود. این فاز در شکل ۵ نشان داده شده است. علت این پدیده، وجود مقادیر بالاتری از بور در نمونه ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین است که سبب می‌شود مقدار بور پس زده شده در فاز مذاب افزایش یابد و لذا ترکیب مذاب در پایان مرحله ۲ به یوتکتیک سه‌گانه می‌رسد. همچنین مقدار بور بالاتر در نمونه ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین باعث افزایش سیالیت فاز مذاب و حرکت ذرات جامد می‌شود و مناطق بزرگی بین این ذرات به وجود می‌آورد که احتمال تشکیل یوتکتیک سه‌گانه را افزایش می‌دهد. در نمونه با ۳۰ و ۴۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین، مقدار بور در منطقه اتصال کمتر است و کلیه مذاب در مرحله دوم به جامد تبدیل می‌شود و مذابی باقی نمی‌ماند تا در مرحله سوم به واسطه رابطه (۳) به جامد تبدیل شود.



شکل ۴: نمودار فازی تعادلی سه‌تایی نیکل-کروم-بور [۱۷]

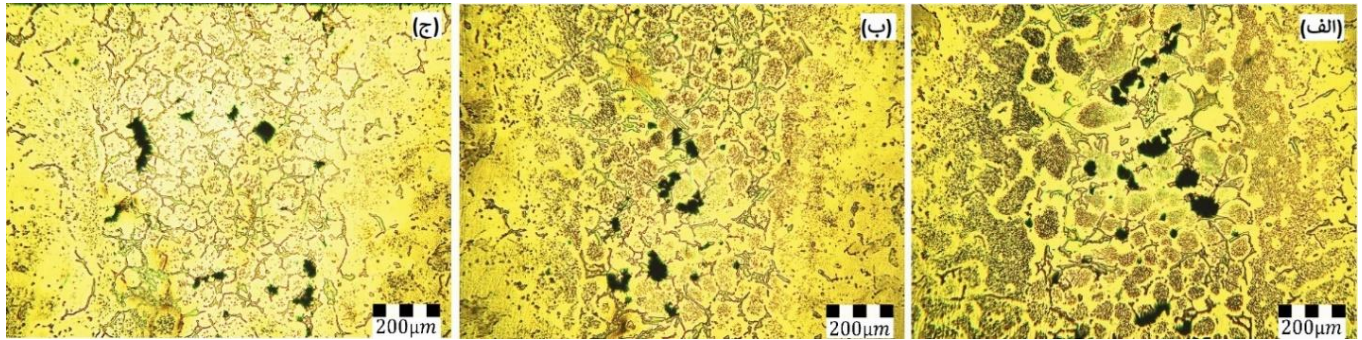
Fig. 4. ternary phase diagram of B Cr Ni

شیمیایی مختلف تشکیل می‌شود که در رابطه (۲) واکنش آن آورده شده است. غنی شدن تدریجی مذاب از عنصر بور منجر به تغییر در ترکیب شیمیایی فاز بوراید غنی از کروم می‌گردد.



نقاط E و F در شکل ۳ در این مرحله تشکیل شده است. به دلیل این که در این تحقیق نمی‌توان مقدار بور را به صورت کمی تعیین نمود، نمی‌توان نوع این فازها را مشخص کرد. فازهای E و F دو فاز یوتکتیک دو یا چندگانه دارای بوراید غنی از کروم هستند.

مرحله سوم) تشکیل یوتکتیک سه‌گانه: در مرحله دوم، فاز غنی از کروم تشکیل می‌شود و لذا مقدار کروم در مذاب کاهش می‌یابد و ترکیب شیمیایی به نقطه یوتکتیک سه‌گانه E_p می‌رسد. در این مرحله فاز یوتکتیک سه‌گانه بوراید غنی از کروم و بوراید غنی از نیکل و محلول جامد نیکل تشکیل



شکل ۶: تصاویر میکروسکوپی نوری منطقه اتصال نمونه با الف) ۵۰، ب) ۴۰، و ج) ۳۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین قبل از عملیات حرارتی پیرسازی

Fig. 6. Optical microscopy image of brazing joint at a)50, b)40, and c)30 percent LTP before aging

است، سرعت نفوذ بور در فلز پایه بسیار زیاد است. در مرز اتصال به دلیل نفوذ بور، دمای ذوب کاهش می‌یابد و فلز پایه ذوب می‌شود. ذوب شدن فلز پایه باعث ورود عناصر کبالت و تنگستن در نزدیکی مرز اتصال می‌شود. در مناطق مرزی، بور به داخل فلز پایه نفوذ می‌کند و مقدار بور در این مناطق کاهش می‌یابد. کاهش بور در این مناطق باعث افزایش دمای ذوب می‌شود و از تشکیل فازهای یوتکتیکی در این مناطق جلوگیری می‌کند.

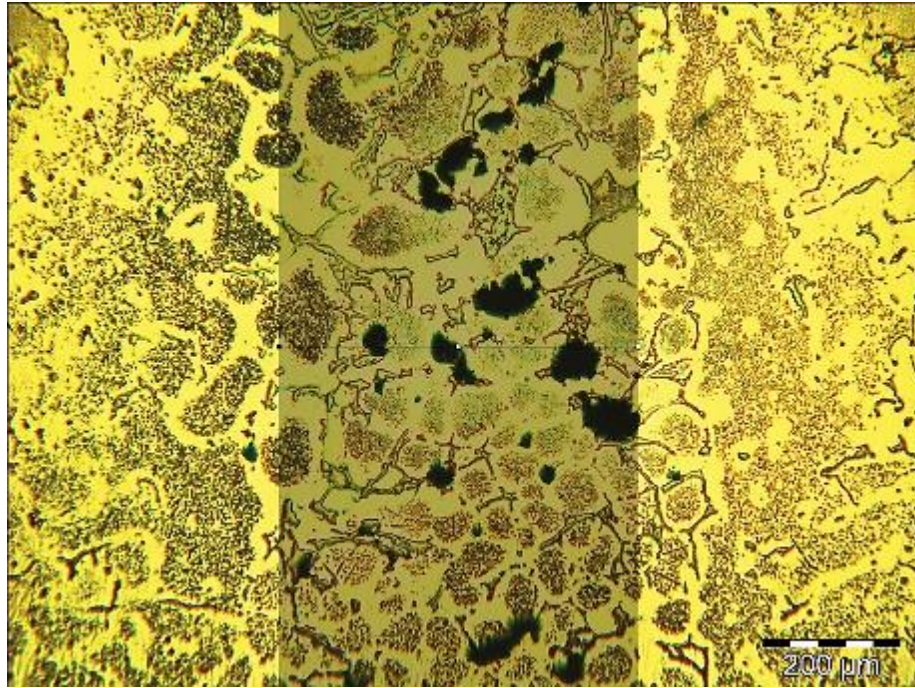
همان‌طور که در شکل ۸ مشخص شده است، مرز اتصال شامل دو منطقه است.

منطقه ذوب جزئی^۱: این منطقه دارای دو منطقه انجمادی است که مشابه منطقه انجماد غیرهمدما و منطقه نفوذ حالت جامد است. در دمای ۱۲۳۰ درجه سانتی‌گراد، بور از مرزدانه به داخل فلز پایه نفوذ می‌کند. نفوذ بور باعث کاهش دمای ذوب در مرزدانه و ذوب شدن مرزها در نزدیکی اتصال می‌شود. با ذوب شدن مرزدانه‌ها، نفوذ در مذاب با سرعت بالاتری صورت می‌گیرد. ترکیب شیمیایی منطقه ذوب جزئی در شکل ۹ نشان می‌دهد که این منطقه ترکیبی از دو منطقه منطقه متاثر از نفوذ و منطقه ذوب کامل است. وجود آهن و کبالت در این منطقه، ذوب شدن و نفوذ در فاز مذاب را تایید می‌کند؛ زیرا آهن تنها در پودر با دمای ذوب بالا و کبالت تنها در فلز پایه وجود دارد و همچنین نفوذ حالت جامد این دو عنصر در آلیاژهای پایه نیکل بسیار کم است. در این منطقه فاز یوتکتیک دیده نشده است. ذوب شدن فلز پایه و رقیق شدن این منطقه از بور باعث عدم تشکیل یوتکتیک شده است. بور نفوذ کرده به داخل دانه‌ها تشکیل بوراید بلوکی شکل می‌دهد. مقدار

در شکل ۶ تصاویر میکروسکوپی نوری نمونه‌ها با مقادیر مختلف پودر با دمای ذوب پایین نمایش داده شده است. با مقایسه تصاویر سه نمونه مشاهده می‌شود که با افزایش مقدار پودر با دمای ذوب پایین، مقدار فازهای بین‌فلزی بلوکی شکل (نقطه A در شکل ۳) در مرز اتصال و درون منطقه اتصال به شدت افزایش می‌یابد. این فاز با نفوذ عناصر کاهنده نقطه ذوب به داخل فاز جامد ایجاد می‌گردد. درون اتصال، با افزایش مقدار پودر با دمای ذوب پایین، به دلیل افزایش مقدار عناصر کاهنده نقطه ذوب، مقدار مذاب افزایش می‌یابد و فاز جامد کم‌تری برای نفوذ عناصر کاهنده نقطه ذوب باقی می‌ماند. کاهش مقدار فاز جامد و افزایش مقدار کاهنده نقطه ذوب به صورت همزمان باعث افزایش شدید فاز بین‌فلزی بلوکی شکل می‌شود. در مرز اتصال نیز با افزایش مقدار کاهنده نقطه ذوب، مرزها به مقدار بیش‌تری ذوب می‌شود و فاز مذاب بیش‌تری در فضای بین دانه‌ها ایجاد می‌شود که سبب نفوذ بیش‌تر این عناصر به داخل دانه می‌شود.

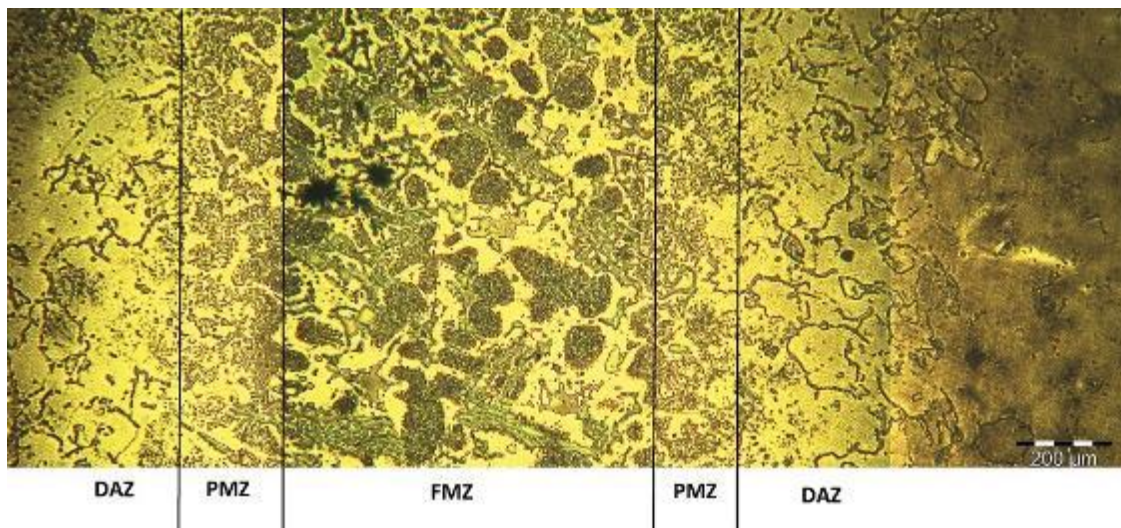
در شکل ۷ تصویر نمونه دارای ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین نشان داده شده است. قسمت مشخص شده با رنگ تیره‌تر، شیار اولیه را نشان می‌دهد. همان‌طور که دیده می‌شود، منطقه اتصال بزرگ‌تر از شیار اولیه است و مرز اتصال مشخصی وجود ندارد که بتوان منطقه اتصال را از فلز پایه جدا نمود. در اتصال ایجادشده توسط سایر محققان [۲۱-۱۸] مشاهده گردید که در فلز پایه، ساختار سوزنی و بلوکی وجود دارد و مرز فلز پایه کاملاً مشخص است. علت این پدیده به دلیل دمای بالاتر لحیم‌کاری در این تحقیق است. آلیاژ اینکونل ۷۳۸ دارای دمای شروع انجماد ۱۲۳۲ درجه سانتی‌گراد است. در دمای ۱۲۳۰ درجه سانتی‌گراد که نزدیک دمای شروع انجماد این آلیاژ

1 Partially Melted Zone



شکل ۷: تصویر میکروسکوپی نوری نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین. منطقه تیره رنگ، شیار اولیه قبل از اتصال را نشان می‌دهد

Fig. 7. Optical microscopy of 50%LTP. The darker area shows the initial gap

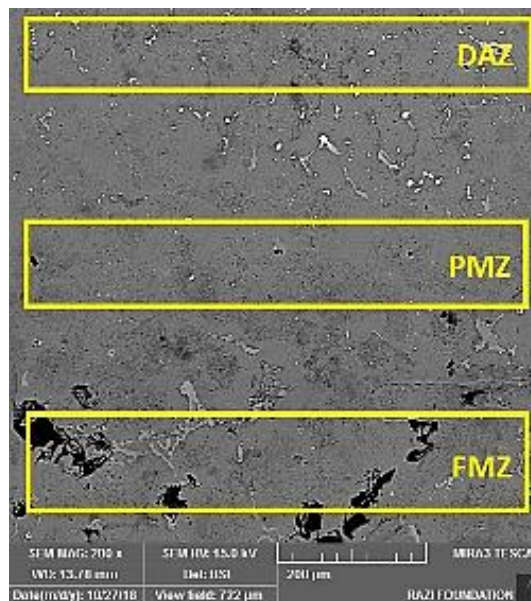


شکل ۸: تصویر میکروسکوپی نوری مناطق مختلف درز اتصال با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین

Fig. 8. Optical microscopy of different zones at 50%LTP sample

منطقه	منطقه	منطقه	
ذوب کامل	ذوب جزئی	متاثر از نفوذ	
۰	۰/۱۸	۱/۲۶	آلومینیوم
۰	۰/۳۰	۰	سیلیسیم
۰	۰/۵۷	۱/۵۴	تیتانیوم
۱۷/۲۰	۱۵/۱۴	۱۶/۸۶	کروم
۴/۴۸	۴/۵۲	۰/۸۹	آهن
۷۷/۲۷	۷۶/۳۶	۷۶/۱۷	نیکل
۳/۲۹	۲/۹۲	۱/۰۵	نیوبیوم
۰/۹۹	۳/۶۱	۵/۸۲	کبالت

(ب)



(الف)

شکل ۹: (الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و (ب) ترکیب شیمیایی مناطق مختلف اتصال در نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین

Fig. 9. a) SEM micrograph and b) chemical composition at 50%LTP

تشکیل‌دهنده فاز γ' در ساختار می‌شود. این پدیده در شکل ۸ مشاهده می‌شود. در این شکل مناطق تیره در فلز پایه فاز γ' را نشان می‌دهد که مقدار آن در منطقه متاثر از نفوذ مقدار به شدت کاهش یافته است.

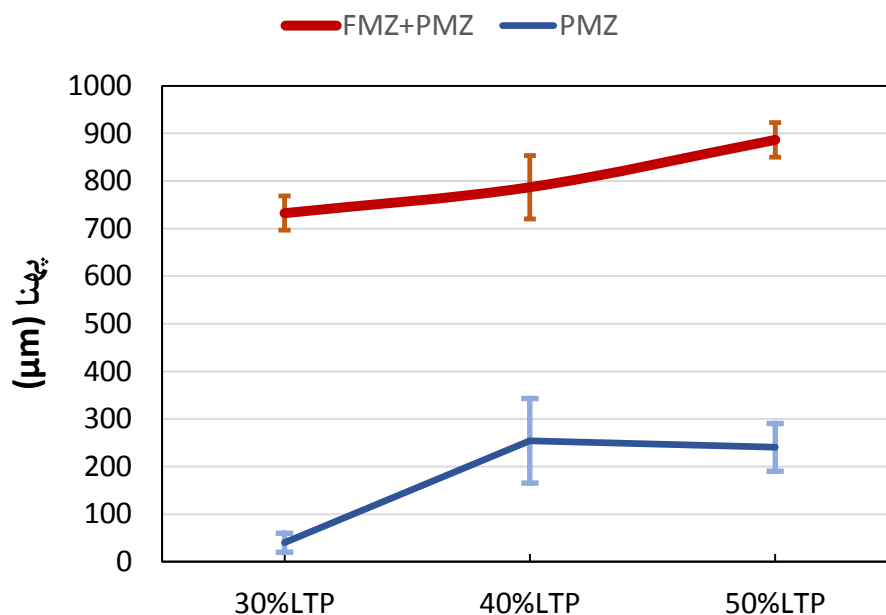
همچنین در شکل ۸ دیده می‌شود که بور بیش از ۱ میلی‌متر درون فلز پایه نفوذ کرده است. این نفوذ بیش‌تر در دمای ۱۳۳۰ درجه سانتی‌گراد رخ داده است که در آن مرزخانه‌ها به شدت ضعیف شده است. نفوذ بور به داخل فلز پایه باعث کاهش اندازه دانه در این منطقه نسبت به سایر مناطق شده است. بیش‌تر بور از مرزخانه نفوذ کرده است. وجود بور در مرزخانه باعث پیوستگی بهتر مرزخانه و جلوگیری از رشد دانه در این منطقه می‌شود [۱۶].

همان‌طور که در جدول ۳ مشاهده می‌شود در فازهای رسوبی غنی از کروم، سیلیسیم وجود ندارد. علت این پدیده آن است که در آنالیز فاز γ'/γ درون زمینه منطقه نفوذ حالت جامد و منطقه انجماد هم‌دما (نقاط C و K) مقادیر قابل‌توجهی از سیلیسیم وجود دارد. حلالیت سیلیسیم در نیکل طبق نمودار دوتایی در حدود ۸ درصد اتمی است و نیکل حلالیت بالایی از سیلیسیم درون ساختار دارد. اما نیکل تنها در حدود ۰/۳ درصد اتمی بور درون خود حل می‌کند. این تفاوت باعث می‌شود بیش‌تر سیلیسیم درون منطقه نفوذ حالت جامد نفوذ کند و یا در منطقه انجماد هم‌دما حل شود و مقادیر بسیار کمی پس‌زده شود.

این بلوک‌ها به شدت وابسته به مقدار پودر با دمای ذوب پایین است. زیرا با کاهش مقدار پودر با دمای ذوب پایین، نفوذ بور به سمت فلز پایه و ذوب شدن مرزخانه‌ها کاهش می‌یابد. با کاهش مقدار پودر با دمای ذوب پایین اندازه این منطقه نیز به سرعت کاهش می‌یابد. اندازه این منطقه در شکل ۱۰ آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌گردد با کاهش پودر با دمای ذوب پایین به ۳۰ درصد تقریباً این منطقه حذف می‌شود که به علت کاهش مقدار بور در داخل اتصال و عدم ذوب مرزخانه‌ها است.

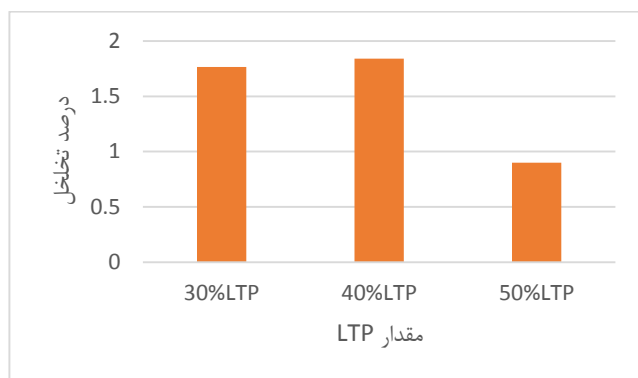
منطقه متاثر از نفوذ؛ با مشاهده ساختار این منطقه مشاهده گردید که اندازه دانه در این منطقه بسیار کوچک‌تر از مناطق بسیار دورتر از اتصال (فلز پایه) است. رشد دانه در مراحل لحیم‌کاری و نفوذ رخ می‌دهد. با ثابت باقی‌ماندن اندازه دانه در این فرآیند مشخص می‌شود که بور در دمای نفوذ، به صورت رسوب در مرز قرار گرفته است و با قفل کردن مرزخانه باعث جلوگیری از رشد دانه شده است. حلالیت بور در داخل فاز γ'/γ بسیار محدود است و از طرفی مولیبدن، کروم، و نیوبیوم در داخل دانه‌ها وجود دارند که به شدت تمایل به تشکیل بوراید دارند. این دو عامل باعث می‌شود درون دانه‌ها و مرزخانه‌ها در منطقه متاثر از نفوذ رسوبات غنی از بوراید تشکیل شود. تشکیل رسوبات بوراید باعث کاهش عناصر آلیاژی و همچنین کاهش عناصر

1 Diffusion Affected Zone



شکل ۱۰: اندازه منطقه اتصال با تغییر در نسبت آلیاژ لحیم (درصد وزنی)

Fig. 10. The widths of brazing zones by mixing ratio (weight percent)



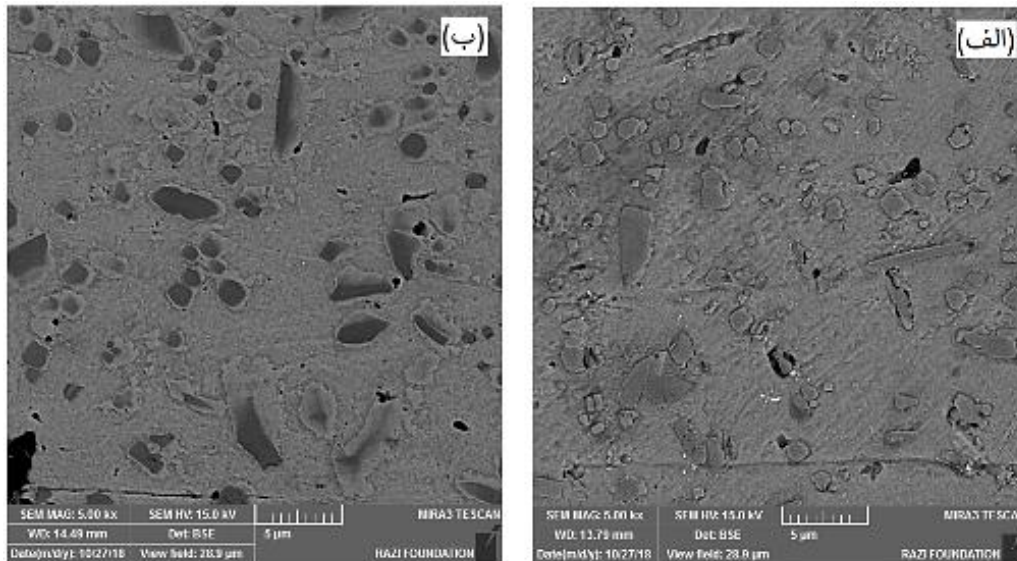
شکل ۱۱: درصد تخلخل در نمونه‌ها

Fig. 11. Porosity percentage at all samples

یابد. این مطلب در نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین در شکل ۶ کاملاً مشخص است. در این شکل دیده می‌شود که حفرات با افزایش درصد پودر با دمای ذوب پایین به هم نزدیک‌تر می‌شوند و حفرات در مناطقی دیده می‌شوند که پودرها به هم نزدیک‌ترند و منطقه انجماد هم‌دما و منطقه انجماد غیرهم‌دما کم‌تری دیده می‌شود.

در منطقه متاثر از نفوذ دیده می‌شود که مقدار سیلیسیم ناچیز است. همان‌طور که بیان شد نیکل حلالیت بالایی از سیلیسیم دارد. به همین دلیل پس‌زده شدن سیلیسیم بسیار کم‌تر از بور است. علاوه بر این به علت اینکه ضریب نفوذ سیلیسیم تقریباً ده هزار برابر کوچکتر از بور است [۲۲]، مقدار نفوذ سیلیسیم به فلز پایه بسیار کم‌تر از بور است. این عوامل باعث می‌شود تا در منطقه متاثر از نفوذ مقدار سیلیسیم بسیار ناچیز باشد.

تغییرات مقدار تخلخل در نمونه‌ها در شکل ۱۱ نشان داده شده است. در هر سه نمونه مقدار تخلخل کم‌تر از ۲/۵ درصد است که نشان‌دهنده ایجاد اتصالاتی مناسب است. با افزایش درصد پودر با دمای ذوب پایین، مقدار مذاب در دمای لحیم‌کاری افزایش می‌یابد و انتظار می‌رود که با افزایش فاز مذاب در این دما، کاهش در مقدار تخلخل مشاهده گردد. اما آزمایش نتایجی برخلاف انتظار داشته است. علت افزایش مقدار تخلخل را می‌توان به این صورت بیان نمود که با افزایش مقدار فاز مذاب، پودرهای جامد به سمت یکدیگر حرکت می‌کنند و آگلومره شدن رخ می‌دهد. این پدیده که سایر محققان از آن به‌عنوان تراکم نام برده‌اند [۱۲ و ۲۳] باعث می‌شود که در فضای بین پودرها مقدار فاز مذاب کاهش یابد و حین سرد شدن به دلیل کشیده شدن مذاب در اثر موئینگی، مقدار فاز مذاب در این مناطق کاهش



شکل ۱۲: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از منطقه نفوذ حالت جامد نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین الف) قبل از عملیات حرارتی، ب) بعد از عملیات حرارتی

Fig. 12. SEM micrograph of SDZ 50%LTP a) before, and b) after heat treatment

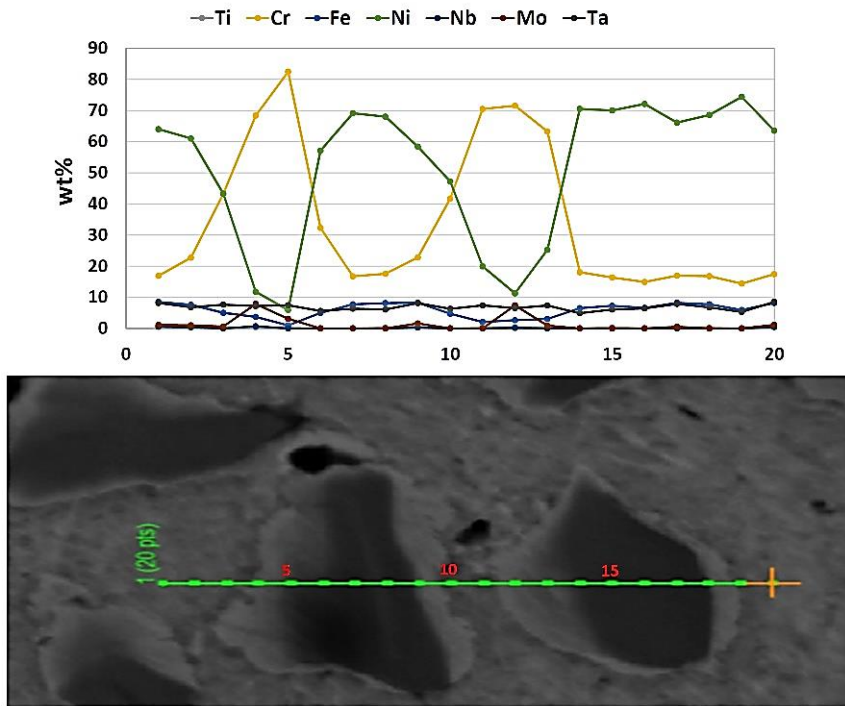
۳-۲- عملیات حرارتی

عملیات حرارتی نمونه‌ها به منظور تشکیل فاز γ' و رسیدن به خواص مورد نیاز در فلز پایه صورت گرفته است. با عملیات حرارتی، ساختار کلی نمونه‌ها در منطقه اتصال تغییر زیادی نمی‌کند. نفوذ در ساختار در برد کوتاه رخ می‌دهد و ساختار به مقدار کمی تغییر کرده است. تصویر نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین بعد از عملیات حرارتی در شکل ۱۲ نشان داده شده است. در بزرگ‌نمایی ۴۰۰ برابر تغییری محسوسی در ساختار مشاهده نمی‌شود. برای بررسی دقیق‌تر ساختار، از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد که نتایج آن در شکل ۱۲ نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که با عملیات حرارتی، تغییرات زیادی در منطقه نفوذ حالت جامد رخ داده است. در نمونه قبل از پیرسازی درون فاز کربوبوراید شیب غلظتی وجود ندارد و ترکیب شیمیایی ساختاری غنی از کروم با مقدار کربن و بور بالاتر از زمینه را نشان می‌دهد. اما بعد از عملیات حرارتی، تغییرات زیادی در مورفولوژی این رسوبات اتفاق افتاده است. با بررسی مقدار بور و کربن در این ساختار مشخص می‌شود که اطراف این فازها دارای مقدار بالاتری از کربید است. در شکل ۱۳ آنالیز خطی از این رسوبات در منطقه نفوذ حالت جامد نشان داده شده است. در این رسوبات بعد از پیرسازی، نیکل به داخل رسوب نفوذ کرده است و کروم به اطراف نفوذ کرده است. همچنین دیده می‌شود که مولیبدن نیز در مناطق روشن دارای درصد بالاتری است. با بررسی مقدار بور مشخص

می‌شود که شدت پیک مربوط به بور در مناطق روشن شدیدتر است، اما مناطق میانی و غنی از نیکل نیز دارای عنصر بور است. بنابراین عنصر نیکل در دمای پیرسازی تمایل دارد جانشین عنصر کروم شود و فاز بوراید تشکیل دهد. در شکل ۱۴ انرژی آزاد گیبس مربوط به بوراید نیکل و بوراید کروم آورده شده است. مشاهده می‌شود که با کاهش دما، انرژی آزاد Ni_3B به شدت کاهش می‌یابد و نیروی محرکه برای تبدیل CrB به Ni_3B افزایش می‌یابد. این نیروی محرکه باعث جایگزینی نیکل با کروم در رسوب‌ها درون منطقه نفوذ حالت جامد شده است.

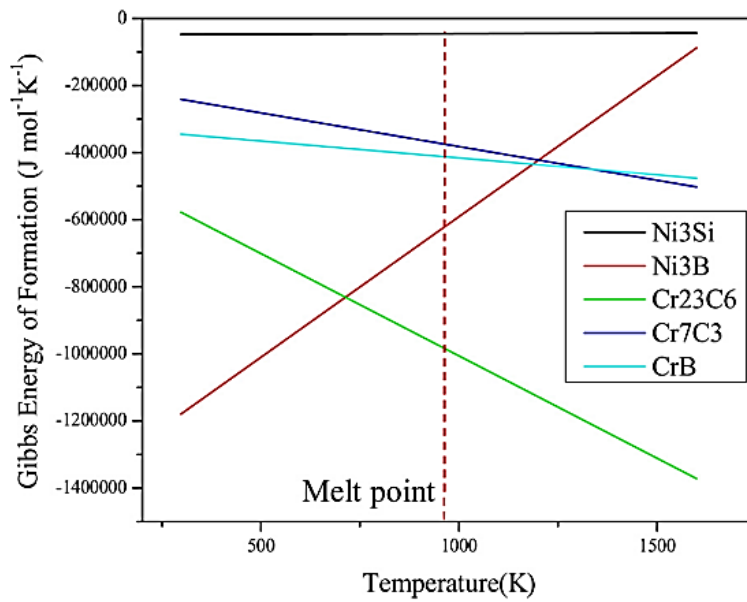
۳-۳- رفتار مکانیکی

سختی مناطق مختلف نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین در شکل ۱۵ آورده شده است. همان‌طور که دیده می‌شود سختی فلز پایه قبل و بعد از عملیات حرارتی تقریباً ثابت بوده است. یون و همکاران [۲۵] دریافتند که با کاهش دمای انحلال به $1120^\circ C$ و پایین‌تر، به دلیل افزایش اندازه γ' ، سختی بعد از عملیات پیرسختی نسبت به قبل از آن تغییر نمی‌کند. دمای نگهداری در اینجا $1109^\circ C$ است که برای بهبود خواص در عملیات حرارتی باید ابتدا عملیات انحلال و سپس عملیات پیرسازی صورت گیرد که در اینجا عملیات انحلال صورت نگرفته است. در منطقه ذوب جزئی نیز تغییر زیادی در سختی دیده نمی‌شود. در این



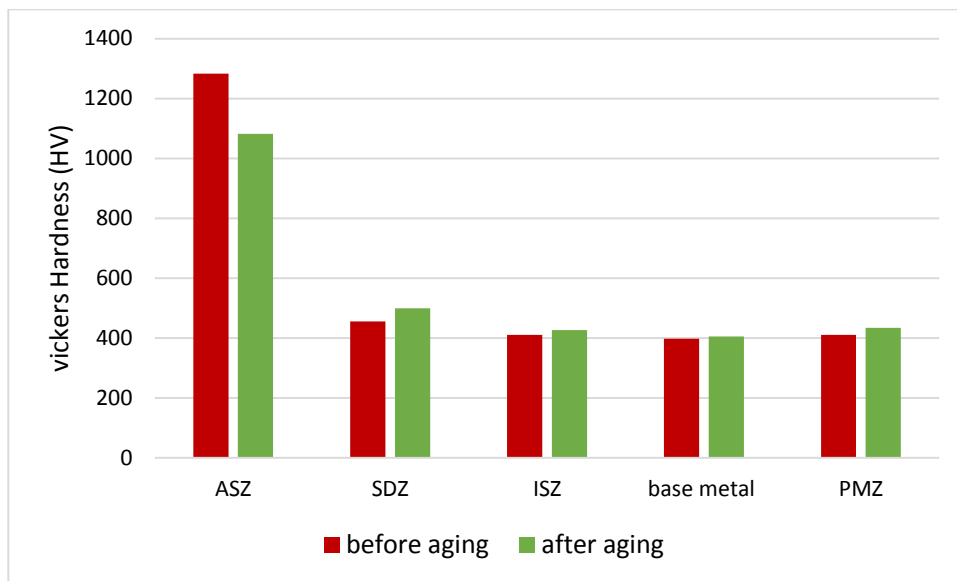
شکل ۱۳: آنالیز خطی از منطقه نفوذ حالت جامد بعد از عملیات حرارتی نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین

Fig. 13. Line-scan of SDZ after heat treatment of 50%LTP



شکل ۱۴: انرژی آزاد گیبس برای فازهای مختلف [۲۴]

Fig. 14. Comparison of Gibbs free energy of different phases



شکل ۱۵: سختی مناطق مختلف قبل و بعد از عملیات حرارتی

Fig. 15. Hardness of zones before and after heat treatment

بیشتر از فاز یوتکتیک (منطقه انجماد غیرهمدم) عبور کرده است. سختی بالای محصولات یوتکتیک (شکل ۱۵) همراه با ساختار کشیده باعث می‌شود این فاز مکان مناسبی برای رشد ترک با انرژی پایین و سرعت بالا باشد. در تمام نمونه‌ها دیده شد که سطح شکست اغلب به صورت ترد و تورقی، و در بعضی نقاط به صورت نرم با سطح شکست حفره‌دار^۱ است. با کاهش مقدار پودر با دمای ذوب پایین، مساحتی که شکست نرم در آن رخ می‌دهد، به مقدار کمی افزایش یافت. با کاهش مقدار پودر با دمای ذوب پایین، پهنا و مقدار فاز یوتکتیک کاهش می‌یابد. با این وجود ساختار کشیده یوتکتیک هنوز وجود دارد و این فاز مکانی برای رشد ترک است. به علت وجود فاز ترد یوتکتیکی در تمام نمونه‌ها، استحکام منطقه اتصال همواره ضعیف‌تر از فلز پایه است. بطوری که استحکام نمونه ۳۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین تقریباً ۷۱ درصد فلز پایه و نمونه ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین تقریباً ۶۳ درصد فلز پایه است.

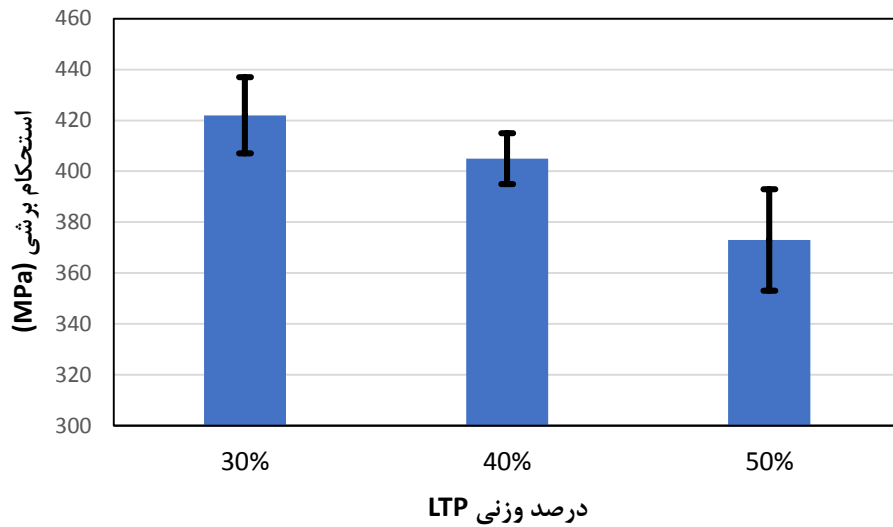
۴- نتیجه‌گیری

در این مقاله ریزساختار اتصال ایجاد شده با مخلوطی از ۳۰، ۴۰ و ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین و مابقی پودر با دمای ذوب بالا مورد بررسی قرار گرفت. ریزساختار نمونه‌ها با استفاده از میکروسکوپ نوری و الکترونی

منطقه به خاطر نفوذ بور، فاز بوراید غنی از کروم درون دانه تشکیل شده است. به علت این که نیویوم در این منطقه به صورت کاربیدی است و مقدار آن در فاز γ به صورت آزاد بسیار کم است، با عملیات حرارتی فاز γ تشکیل نمی‌شود و به همین دلیل تغییرات سختی در این منطقه با عملیات حرارتی بسیار کم است.

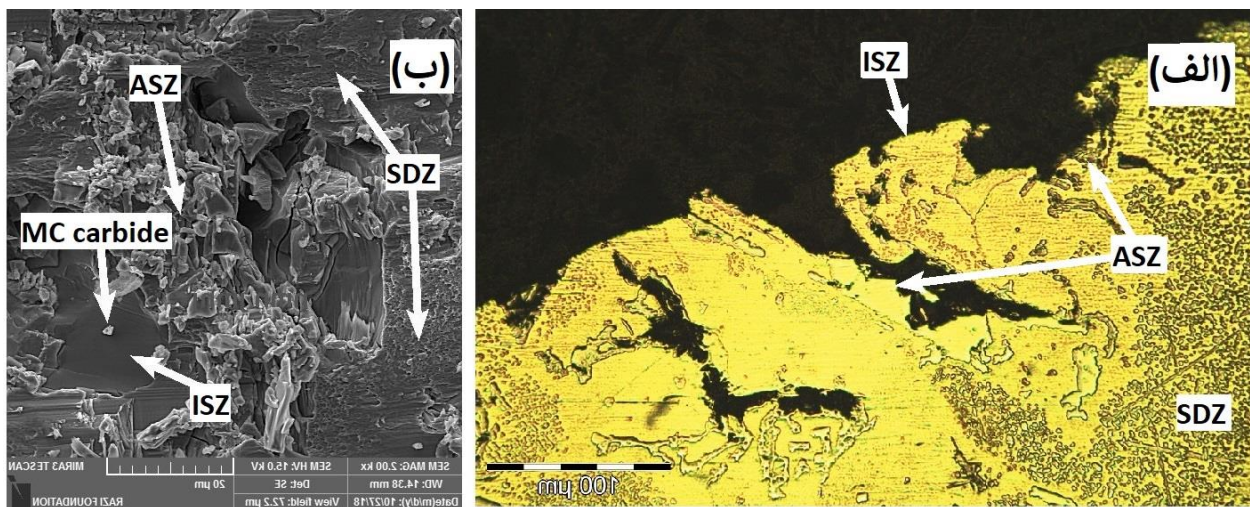
در شکل ۱۵ سختی مناطق موجود درون منطقه ذوب کامل نیز آورده شده است. مشاهده می‌شود با عملیات حرارتی سختی منطقه انجماد غیرهمدم کاهش یافته است و سختی منطقه نفوذ حالت جامد افزایش یافته است. درون منطقه اتصال، با عملیات حرارتی، سختی یکنواخت‌تر شده و سختی مربوط به فاز یوتکتیک کاهش یافته است.

به منظور بررسی اثر مقدار پودر با دمای ذوب پایین بر خواص مکانیکی، استحکام برشی مورد بررسی قرار گرفت. آزمون برش با استفاده از فیکسچر تهیه شده انجام شد تا بتوان اطلاعاتی از مکانیزم شکست بدست آورد. نتایج آزمون برش اتصالات ایجادشده در شکل ۱۶ آورده شده است. مقدار استحکام نمونه‌های با ۳۰، ۴۰ و ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین به ترتیب ۴۲۲، ۴۰۵ و ۳۷۳ مگاپاسکال به دست آمد. شکل ۱۷-الف تصویر میکروسکوپی نوری از مقطع عرضی شکست و شکل ۱۷-ب تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی سطح مقطع شکست را برای نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین نشان می‌دهد. همانطور که در شکل ۱۷-الف دیده می‌شود شکست



شکل ۱۶: استحکام برش نمونه‌ها پس از اتصال

Fig. 16. Shear strength of the brazed samples



شکل ۱۷: سطح مقطع نمونه شکست با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین (الف) برش عرضی از سطح شکست (ب) سطح شکست توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی

Fig. 17. Fracture surface of 50% LTP sample a) cross section of the fracture, and b) FESEM fractography

قبل و بعد از عملیات حرارتی مورد بررسی قرار گرفت. همچنین از آزمون ریزسختی برای بررسی رفتار مکانیکی فازها استفاده شد. نتایج عمده به شرح ذیل است:

منطقه انجمادی شامل سه زیرمنطقه است: منطقه انجماد هم‌دما، منطقه انجماد غیرهم‌دما و منطقه نفوذ حالت جامد. منطقه انجماد هم‌دما شامل فاز γ است که از فصل مشترک جامد/مذاب تشکیل می‌شود و به دلیل وجود بور عناصر آلیاژی پس‌زده می‌شود و این منطقه تهی از عناصر آلیاژی است. منطقه نفوذ حالت جامد شامل فاز جامد باقی‌مانده در دمای اتصال است. در این فاز رسوبات بلوکی شکل بوراید غنی از کروم به دلیل نفوذ بور تشکیل می‌شود. منطقه انجماد غیرهم‌دما شامل فاز یوتکتیکی است که در دمای لحیم‌کاری به دلیل پس‌زده شدن عناصر آلیاژی غنی از کروم، مولیدن و نیوبوم است. این فاز به صورت غیر هم‌دما منجمد شده است و به دلیل ترکیبات کربو بورایدی سختی خیلی بالایی دارد.

طبق دی‌گرام نیکل-کروم-بور سه مرحله انجمادی وجود دارد: تشکیل فاز γ ، تشکیل یوتکتیک‌های بوراید غنی از کروم، و تشکیل یوتکتیک سه گانه شامل فاز γ ، بوراید غنی از کروم و بوراید غنی از نیکل. اما در نمونه با ۳۰ و ۴۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین به دلیل کوچک بودن اندازه فاصله بین پودر با دمای ذوب بالا، این فاز مشاهده نشد و تنها در نمونه با ۵۰ درصد پودر با دمای ذوب پایین این فاز مشاهده گردید.

در مرز اتصال، دو منطقه تشکیل می‌شود. منطقه ذوب جزئی که در اثر نفوذ بور از مرزدانه و ذوب شدن مرزدانه صورت می‌گیرد و شامل دو منطقه انجمادی منطقه انجماد هم‌دما و منطقه نفوذ حالت جامد است. در منطقه متاثر از نفوذ، بور از طریق مرزدانه‌ها در حالت جامد به مقدار زیادی درون فلز پایه نفوذ می‌کند و با مصرف کردن کروم و عناصر آلیاژی مانع از تشکیل فاز γ می‌شود.

با عملیات حرارتی پیرسختی، در منطقه اتصال، توزیع فازها تغییر زیادی ندارد، اما مورفولوژی فازها تغییر می‌کند. در فاز بوراید بلوکی شکل دیده می‌شود که در داخل آن فاز مقادیر زیادی Ni_3B تشکیل شده است. پایین‌تر بودن انرژی آزاد گیبس Ni_3B نسبت به بوراید غنی از کروم در دمای عملیات حرارتی باعث این واکنش می‌شود.

با استفاده از اینکونل ۷۱۸ به دلیل دمای بالاتر ذوب نسبت به اینکونل ۷۳۸ می‌توان دمای لحیم‌کاری را تا دمای پایان انجماد فلز پایه بدون ذوب شدن کامل پودر با دمای ذوب بالا بالا برد و با کاهش مقدار تخلخل خواص مکانیکی را بهبود بخشید.

با عملیات حرارتی در منطقه اتصال تغییر زیادی در سختی فازها ایجاد نمی‌شود. در منطقه اتصال، عناصر آلیاژی به صورت فاز بوراید قرار گرفته است و مقادیر بسیار کمی از این عناصر در فاز زمینه وجود دارد. بنابراین با عملیات حرارتی فاز استحکام بخش γ در منطقه اتصال تشکیل نمی‌شود. نتایج آزمون‌های مکانیکی نشان می‌دهد که با افزایش مقدار پودر با دمای ذوب پایین، استحکام برشی به دلیل افزایش مقدار فاز یوتکتیکی کاهش می‌یابد. فاز ترد یوتکتیکی به دلیل مورفولوژی کشیده مکان‌های مناسبی برای رشد ترک است.

منابع

- [1] X.W. Wu, R.S. Chandel, H.P. Seow, H. Li, Wide gap brazing of stainless steel to nickel-based superalloy, *Journal of Materials Processing Technology*, 113(1) (2001) 215-221.
- [2] L.S.K. Heikinheimo, A. Laukkanen, J. Veivo, Joint Characterisation for Repair Brazing of Superalloys, *Welding in the World*, 49(5) (2005) 5-12.
- [3] Y.H. Kim, S.I. Kwun, Microstructure and Mechanical Properties of the Wide-Gap Region Brazed with Various Powder Mixing Ratios of Additive to Filler Metal Powders, *Solid State Phenomena*, 118 (2006) 479-484.
- [4] S. Schoonbaert, X. Huang, S. Yandt, P. Au, Brazing and Wide Gap Repair of X-40 Using Ni-Base Alloys, *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, 130(3) (2008) 032101.
- [5] C.Y. Su, W.C. Lih, C.P. Chou, H.C. Tsai, Activated diffusion brazed repair for IN738 hot section components of gas turbines, *Journal of Materials Processing Technology*, 115(3) (2001) 326-332.
- [6] C.Y. Su, W.J. Chang, M.H. Liu, C.P. Chou, Effect of mechanical properties using different filler metals on wide-clearance activated-diffusion-brazed Ni-based superalloy, *Journal of Materials Engineering and*

- Metallurgical and Materials Transactions A, 47(12) (2016) 6339-6352.
- [15] A.V. Shulga, Boron and carbon behavior in the cast Ni-base superalloy EP962, *Journal of Alloys and Compounds*, 436(1) (2007) 155-160.
- [16] X. Wu, R.S. Chandel, H. Li, Evaluation of transient liquid phase bonding between nickel-based superalloys, *Journal of Materials Science*, 36(6) (2001) 1539-1546.
- [17] R.K. Shiue, S.K. Wu, C.M. Hung, Infrared repair brazing of 403 stainless steel with a nickel-based braze alloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33(6) (2002) 1765-1773.
- [18] Y. Ye, G. Zou, W. Long, H. Bai, A. Wu, L. Liu, Y. Zhou, TLP repaired IN738LC superalloy with uneven surface defect gap width after post heat treatment: Microstructure and mechanical properties, *Journal of Alloys and Compounds*, 748 (2018) 26-35.
- [19] M. Pouranvari, A. Ekrami, A.H. Kokabi, Transient liquid phase bonding of wrought IN718 nickel based superalloy using standard heat treatment cycles: Microstructure and mechanical properties, *Materials & Design*, 50 (2013) 694-701.
- [20] M. Pouranvari, diffusion brazing of a nickel based superalloy part4: effect of bonding temperature, *Metalurgija-MJoM*, 17(4) (2011) 165-173.
- [21] M. Khakian, microstructural evolution during the transient liquid-phase bonding of dissimilar nickel-based superalloys of in738LC and nimonic 75, *Materiali in tehnologije*, 50(3) (2016) 365-371.
- [22] I.S.M. SPAJANJEM, Isothermal solidification during transient liquid-phase bonding of GTD-111/Ni-Si-B/GTD-111, *Materiali in tehnologije*, 48(1) (2014) 113-118.
- Performance, 9(6) (2000) 663-668.
- [7] T. Henhoeffler, X. Huang, S. Yandt, D.Y. Seo, P. Au, Microstructure and high temperature tensile properties of narrow gap braze joint between X-40 and IN738, *Materials Science and Technology*, 25(7) (2009) 840-850.
- [8] Y.H. Yu, M.O. Lai, Effects of gap filler and brazing temperature on fracture and fatigue of wide-gap brazed joints, *Journal of Materials Science*, 30(8) (1995) 2101-2107.
- [9] Y. Ye, J. Wei, G. Zou, W. Long, H. Bai, A. Wu, L. Liu, Microstructure of diffusion-brazing repaired IN738LC superalloy with uneven surface defect gap width, *Science and Technology of Welding and Joining*, 22(7) (2017) 617-626.
- [10] L.O. Osoba, O.A. Ojo, Influence of Solid-State Diffusion during Equilibration on Microstructure and Fatigue Life of Superalloy Wide-Gap Brazements, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44(9) (2013) 4020-4024.
- [11] C. Hawk, S. Liu, S. Kottilingam, Effect of processing parameters on the microstructure and mechanical properties of wide-gap braze repairs on nickel-superalloy René 108, *Welding in the World*, 61(2) (2017) 391-404.
- [12] S.D. Nelson, S. Liu, S. Kottilingam, J.C. Madeni, Spreading and solidification behavior of nickel wide-gap brazes, *Welding in the World*, 58(4) (2014) 593-600.
- [13] A. Lal, R.G. Iacocca, R.M. German, Microstructural evolution during the supersolidus liquid phase sintering of nickel-based prealloyed powder mixtures, *Journal of Materials Science*, 35(18) (2000) 4507-4518.
- [14] S.F. Corbin, D.C. Murray, A. Bouthillier, Analysis of Diffusional Solidification in a Wide-Gap Brazing Powder Mixture Using Differential Scanning Calorimetry,

induction cladding NiCrBSi coatings, Journal of Materials Processing Technology, 262 (2018) 257-268.

[25] H.S. Yun, J.S. Park, S.U. An, J.M. Kim, Effect of heat treatment on the microstructural characteristics of IN738 turbine blade, in: Materials Science Forum, Trans Tech Publ, (2011), pp. 405-408.

[23] B. Jahnke, J. Demny, Microstructural investigations of a nickel-based repair coating processed by liquid phase diffusion sintering, Thin Solid Films, 110(3) (1983) 225-235.

[24] X. Chen, X. Qin, Z. Zhu, K. Gao, Microstructural evolution and wear properties of the continual local