

به نام خدا



مرکز دانلود رایگان مهندسی متالورژی و مواد

www.Iran-mavad.com



Formation of Si-modified Aluminide coating applied throughout a single step high activity diffusion process on Nickel base superalloy

Abstract

Pack cementation method is a highly applicable process for Superalloy turbine blades and is currently being used on gas turbine and aircraft engine's parts working in very high temperatures. In following study, the formation of Single Step High temperature High activity (SS-HTHA) Si-modified aluminide coating on superalloy Inconel 100 has been studied. This experiments was carried out using pack cementation method with of 5 and 10 percent in mass of Al and Si powders at temperatures of 1000 and 1100°C. Coating microstructures and chemical compositions were analyzed using SEM and optical microscope (OM). As shown in the results, aluminizing process for longer than 1 hour considerable amount of Al and Si diffused through the coating. According to mathematical model, duo to linear relation between coating thickness and deposition temperature the coating thickness can be predicted. In order to evaluate the formed phases and determined the coating chemical compositions, EDX/WDS and XRD analysis were applied. Elemental analysis results showed that the inter layer was formed by nickel outward diffusion. In the pack containing 5 percent in mass Al and Si, major part of coating were formed by the nickel outward diffusion. Micro hardness test results have also shown that β -NiAl zone hardness is considerably higher than substrate and it is lower than interdiffusion zone duo to presence of various carbides with complex composition in interdiffusion zone.

Keywords: pack cementation, Si-modified, Inconel 100 superalloy, high activity, Aluminizing.

بررسی تشکیل پوشش آلومیناید اصلاح شده با سیلیسیم به روش فرآیند اکتیویته بالا-دما بالا به صورت تک مرحله‌ای بر روی سوپرآلیاژ پایه نیکل

چکیده

روش سمانتاسیون جعبه‌ای، از فرآیندهای پرکاربرد جهت پوشش دهی سوپر آلیاژهای مورد مصرف در دمای بالا، توربین‌های گازی و موتور هواپیما به حساب می‌آید. در این پژوهش تشکیل پوشش آلومیناید اصلاح شده با سیلیسیم بر روی سوپر آلیاژ اینکونل ۱۰۰ به روش سمانتاسیون جعبه‌ای اکتیویته بالا - دمای بالا به صورت تک مرحله‌ای (SSHHA) با ۵ و ۱۰ درصد وزنی از مخلوط پودری آلومینیم و سیلیسیم در دمای ۱۰۰۰ و ۱۱۰۰°C مورد مطالعه قرار گرفت. با استفاده از میکروسکوپ نوری (OM) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ریز ساختار پوشش اعمال شده مورد بررسی قرار گرفت. به طوری که تصاویر نشان می‌دهند، مقدار قابل توجهی از آلومینیم و سیلیسیم در حین فرآیند آلومینایزینگ در زمان‌های بیش از ۱ ساعت وارد پوشش شده است. بر اساس مدل ریاضی، پیش‌بینی ضخامت پوشش به دلیل ارتباط خطی بین ضخامت پوشش ایجاد شده و دمای عملیات رسوب دهی امکان پذیر است. که در آن برای ارزیابی فازهای ایجاد شده و تعیین ترکیب شیمیایی پوشش از آنالیز EDX/WDS و پراش پرتو ایکس (XRD) استفاده گردید. نتایج آنالیز عنصری نشان داد لایه‌ی میانی در اثر نفوذ نیکل به سمت خارج تشکیل می‌شود. از طرف دیگر در بسته‌های حاوی مقادیر ۵ درصد وزنی آلومینیم و سیلیسیم، نفوذ به سمت خارج نیکل قسمت عمده پوشش را تشکیل می‌دهد. با استفاده از آزمون میکرو سختی مشخص شد که سختی منطقه β -NiAl بیشتر از زیر لایه و کمتر از منطقه نفوذ درهم است، که علت آن حضور کاربیدهای مختلف با ترکیب‌های پیچیده در منطقه نفوذ درهم است.

کلمات کلیدی: سمانتاسیون جعبه‌ای، اصلاح شده با سیلیسیم، سوپرآلیاژ اینکونل ۱۰۰، اکتیویته بالا، آلومینایزینگ.

مقدمه

در مواد یکپارچه تامین و بهبود هم زمان خواص سطحی و حجمی^۱ بسیار دشوار است (Zhang and et al, 2009). ترکیبات بر پایه آلومیناید نیکل و آلومیناید نیکل اصلاح شده با پلاتین را می‌توان به عنوان پوشش‌های نفوذی اعمال شده بر روی قطعات از جنس سوپرآلیاژهای پایه نیکل یا پایه کبالت مورد استفاده قرار داد (Nicholls, 2000; Smialek, 2000; Datta, Burnell-Gray and Natesan, 2002). آلومینایزینگ یکی از بهترین روش‌ها برای بهبود و افزایش مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون دما بالای سوپرآلیاژهای پایه نیکل محسوب می‌گردد. این نوع پوشش‌دهی از نیازهای اولیه برای قطعات به کار رفته در دمای بالا مانند پره‌های توربین^۲ به شمار می‌رود (Stock and Kohlscheen, 2007). از جمله خواص پوشش‌های آلومیناید نیکل می‌توان به نقطه ذوب بالا، مقاومت به اکسیداسیون و خوردگی خوب، خواص مکانیکی عالی در محیط‌های خشن و چگالی کم اشاره نمود. به همین منظور این مواد به عنوان مواد پایدار در کاربردهای دما بالا شناخته می‌شوند (Zhang and et al, 2009). از طرف دیگر افزودن مقادیر کافی از عناصر آلیاژی سیلیسیم (Si)، کروم (Cr)، هافنیم (Hf)، لانتانم (La) و ایتريوم (Y) به پوشش ایجاد شده جهت افزایش مقاومت به اکسیداسیون و خوردگی قطعات توربین‌های گازی ضروری می‌باشد. استفاده از فرآیند سمانتاسیون جعبه‌ای^۳ شرایط را برای رسوب‌دهی هم زمان عناصر آلیاژی سیلیسیم، کروم و هافنیم برای ایجاد پوشش محافظ با خواص عالی مقاومت به اکسیداسیون و خوردگی داغ فراهم می‌کند (Lu and Zhu, 2011; Xiang and Datta, 2004; Xiang and Datta, 2003; Kuppasami and Murakami, 2004; Cammarota and Casagrande, 2006). حضور مقادیر عنصر سیلیسیم در پوشش‌های آلومیناید نیکل باعث افزایش مقاومت به اکسیداسیون و خوردگی داغ سوپرآلیاژ پایه نیکل می‌شود. محققین تاکنون شرایط ترمودینامیکی مورد نیاز برای رسوب آلومینیم و سیلیسیم بر روی آلیاژهای مختلف را با استفاده از فرآیند اکتیویته بالا دو مرحله‌ای استاندارد و فرآیند اکتیویته پایین تک مرحله‌ای مورد ارزیابی قرار داده‌اند (Arabi, Rastegari and Salehpour, 2008; Shahriari and Ashrafzadeh, 2004; Wang, Chen and Leu, 2003). در مطالعه حاضر از فرآیند سمانتاسیون جعبه‌ای برای ایجاد پوشش آلومیناید اصلاح شده با سیلیسیم در روش اکتیویته بالا - دما بالا تک مرحله‌ای (SSHTA) استفاده گردید. همچنین پودر آلومینیم و سیلیسیم خالص به جای آلیاژ آلومینیم - سیلیسیم، به عنوان منبع اصلی رسوب‌دهی در نظر گرفته شد. استفاده از پودرهای خالص از نقطه نظر امکان کنترل ترکیب بسته و خواص پوشش رسوبی از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است (Zandrahimi and Vatandoost, 2011). علاوه بر این، با استفاده از مدل ریاضی رشد پوشش تحت این شرایط پیش‌بینی گردید. همچنین با در نظر گرفتن تأثیر دما، زمان و نسبت درصد وزنی آلومینیم به سیلیسیم بر روی تشکیل لایه‌های محافظ پوشش آلومیناید اصلاح شده، ریز ساختار، توزیع عناصر آلیاژی، سختی پوشش و مورفولوژی پوشش مورد بررسی قرار گرفت.

مواد و روش تحقیق

آماده سازی نمونه

سوپرآلیاژ پایه نیکل اینکونل ۱۰۰ ریخته‌گری شده به عنوان ماده اولیه مورد استفاده انتخاب گردید. ترکیب شیمیایی این سوپرآلیاژ در جدول ۱ آورده شده است. به منظور ایجاد سطوحی یکنواخت نمونه‌ها در ابعاد ۱۰×۱۰×۳ mm بریده شده و با استفاده

- 1- Bulk Properties
- 2- Turbine Blades
- 3- Pack Cementation

از سنبله تا شماره ۱۲۰۰ پولیش شدند. در نهایت با استفاده از امواج التراسونیک در حمام استون- اتانول^۱ چربی‌های احتمالی بر روی سطح نمونه‌ها از بین برده شدند.

حدول ۱- ترکیب شیمیایی سویر آلیاژ پایه نیکل اینکونل ۱۰۰.

Ni	Co	Cr	Mo	Fe	Ti	Al	Mn	V	نوع عنصر آلیاژی
بالانس	۱۰	۱۴/۶	۳	۱	۵	۵	۰/۱	۱	درصد وزنی (%Wt)

روش انجام آزمایش

پوشش‌دهی نمونه‌های آماده شده با استفاده از فرآیند سمانتاسیون جعبه‌ای اکتیویته بالا - دما بالا به صورت تک مرحله‌ای انجام گرفت. مخلوط پودری حاوی ۴۰ گرم از مخلوط پودرهای آلومینیم و سیلیسیم، نمک آمونیم کلرید^۲ به عنوان فعالساز^۳ و پودر آلومینا به عنوان رقیق کننده، است، به طوری که می‌توان در جدول ۲ ترکیب بسته پودری و زمان نگهداری را مشاهده نمود. در ادامه نمونه‌های تهیه شده همراه با مخلوط پودری در بوتله آلومینایی قرار داده شدند. همچنین بسته‌های تهیه شده با استفاده از کوره تیوبی تحت محیط خنثی با جریان ۵ Lit/min گاز آرگون در دمای ۱۰۰۰ °C و ۱۱۰۰ °C با نرخ ۱۰ °C/min قرار داده شدند. در نهایت پس از گذشت زمان مناسب، بوتله‌ها درون کوره سرد شده و نمونه‌ها خارج و تمیز گردیدند.

جدول ۲ - ترکیب بسته و زمان نگهداری استفاده شده در سمانتاسیون جعبه‌ای.

شماره	زمان (ساعت)	دما (°C)	ترکیب بسته
۱	۱	۱۰۰۰	(الف) - ۱۰٪ Al - ۱۰٪ Si - ۱۰٪ $\Delta\text{NH}_4\text{Cl}$ - ۷۵٪ Al_2O_3
۲	۳	۱۰۰۰	(الف) - ۱۰٪ Al - ۱۰٪ Si - ۱۰٪ $\Delta\text{NH}_4\text{Cl}$ - ۷۵٪ Al_2O_3
۳	۱	۱۱۰۰	(الف) - ۱۰٪ Al - ۱۰٪ Si - ۱۰٪ $\Delta\text{NH}_4\text{Cl}$ - ۷۵٪ Al_2O_3
۴	۳	۱۱۰۰	(الف) - ۱۰٪ Al - ۱۰٪ Si - ۱۰٪ $\Delta\text{NH}_4\text{Cl}$ - ۷۵٪ Al_2O_3
۵	۱	۱۰۰۰	(ب) - ۵٪ Al - ۵٪ Si - ۵٪ $\Delta\text{NH}_4\text{Cl}$ - ۸۵٪ Al_2O_3
۶	۳	۱۰۰۰	(ب) - ۵٪ Al - ۵٪ Si - ۵٪ $\Delta\text{NH}_4\text{Cl}$ - ۸۵٪ Al_2O_3
۷	۱	۱۱۰۰	(ب) - ۵٪ Al - ۵٪ Si - ۵٪ $\Delta\text{NH}_4\text{Cl}$ - ۸۵٪ Al_2O_3
۸	۳	۱۱۰۰	(ب) - ۵٪ Al - ۵٪ Si - ۵٪ $\Delta\text{NH}_4\text{Cl}$ - ۸۵٪ Al_2O_3

مشخصه یابی

آنالیز فاز نمونه‌های پوشش شده توسط آزمون پراش پرتو ایکس (XRD) در محدوده زاویه‌ای ۱۰ تا ۹۰ درجه به کمک دستگاه Bruker مدل D8-advance شامل تابش $\text{CuK}\alpha$ با طول موج ($k = 1/54 \text{ \AA}$) مورد بررسی قرار گرفت. ریز ساختار و ترکیب شیمیایی پوشش آلومیناید ایجاد شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل Vega-Tescan 510 به همراه آنالیز طیف سنج

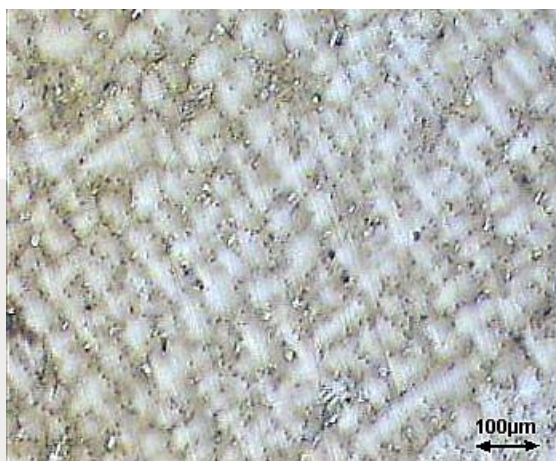
- 1- Acetone & Alcohol
- 2- Ammonium Chloride
- 3- Activator

پراش پرتو ایکس (EDX/WDS) مورد بررسی قرار گرفت. آزمون میکروسختی در لایه های مختلف پوشش توسط میکروسختی سنجی ویکرز با نیروی ۲۰ گرم با مدت زمان نگهداری ۱۰ ثانیه انجام گرفت.

نتایج و بحث

ریزساختار سوپرآلیاژ اینکونل ۱۰۰

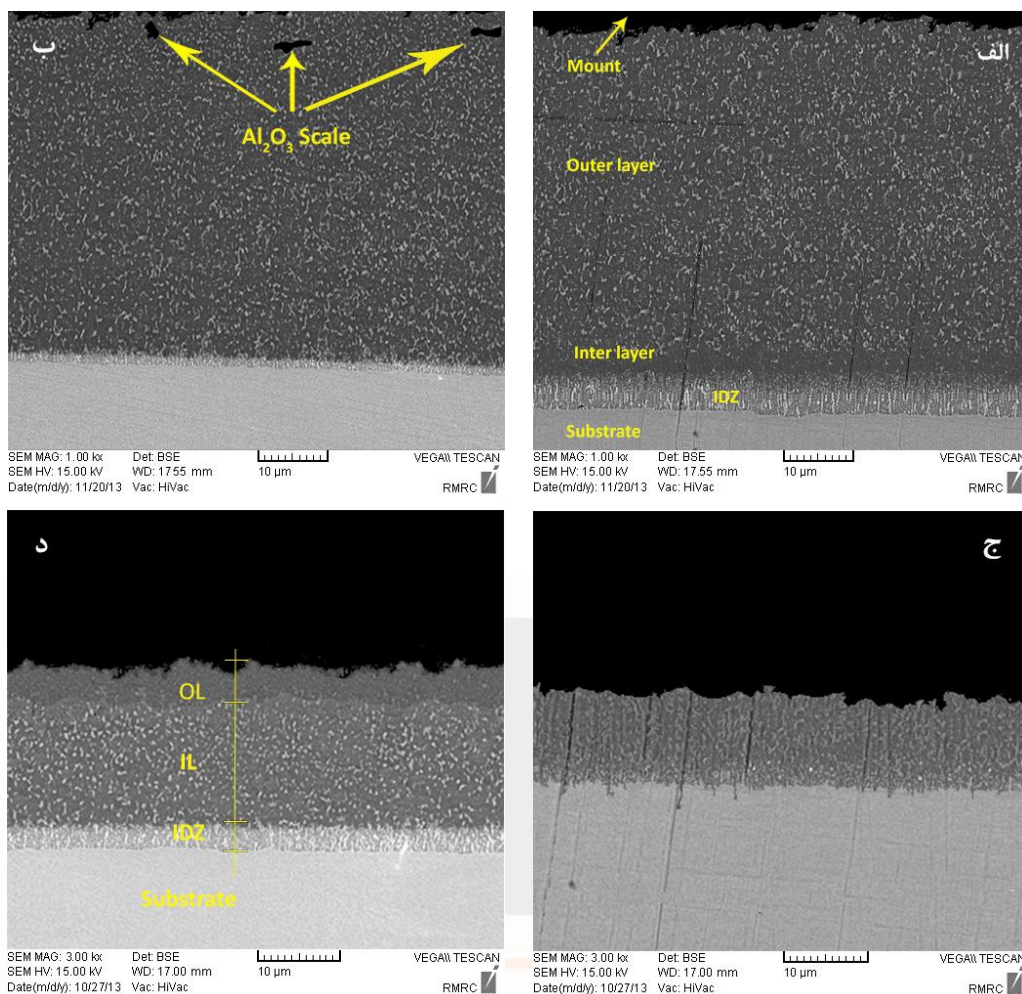
در شکل ۱ ریزساختار ریخته گری سوپرآلیاژ اینکونل ۱۰۰ مورد استفاده آورده شده است. ذرات سفید رنگ فاز یوتکتیک اولیه، ترکیب های زرد رنگ رسوبات γ' ، نقاط سیاه رنگ کاربیدهای پیچیده $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ و زمینه فاز غنی از نیکل γ را نشان می دهد (Vandervoort, 2004).



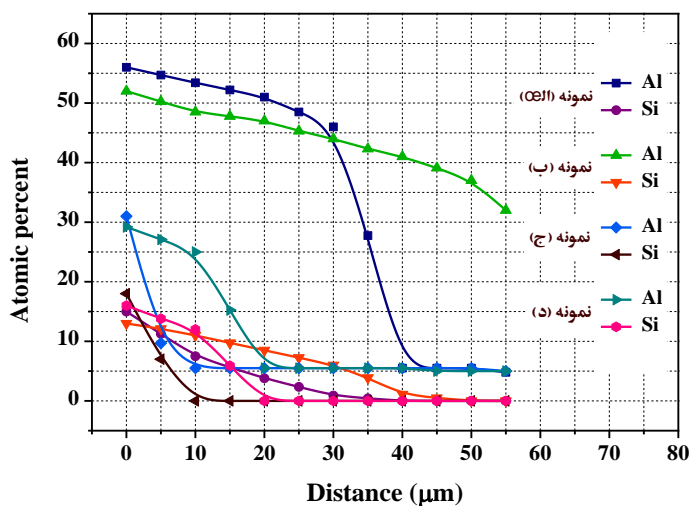
شکل ۱- تصویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار سوپرآلیاژ اینکونل ۱۰۰ ریخته گری شده.

پوشش ایجاد شده در دمای ۱۰۰۰°C

در شکل ۲ تصویر میکروسکوپ الکترونی از مقطع عرضی نمونه پوشش شده در دمای ۱۰۰۰°C به مدت ۱ و ۳ ساعت آورده شده است. همچنین شکل ۳ پروفیل غلظت عناصر آلیاژی آلومینیم و سیلیسیم را نشان می دهد. طبق تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، آلومینیم و سیلیسیم از فاز بخار موجود در بسته بر روی سطح سوپرآلیاژ رسوب کرده اند و با نفوذ به سمت داخل، لایه پوشش غنی از آلومینیم و سیلیسیم را ایجاد کرده اند. پوشش ایجاد شده دارای دو ناحیه کاملاً مجزای خارجی و منطقه نفوذ درهم (IDZ) در زیر لایه سطحی است. به طوری که در لایه خارجی، پوشش حاوی ذرات بسیار ریز و پراکنده از عناصر کروم، مولیبدن و کبالت می باشد. حضور ذرات پراکنده و تغییرات غلظت آلومینیم سطحی نشان دهنده آن است که پوشش در اثر نفوذ به سمت داخل آلومینیم و سیلیسیم شکل گرفته است (Levine and Caves, 1974). با این وجود حضور منطقه باریک نفوذ درهم در زیر لایه سطحی، نفوذ به سمت خارج نیکل از زیرلایه اصلی را نشان می دهد. ضخامت کل پوشش بدست آمده از شکل (الف) تا (د) به ترتیب ۵/۴۰، ۵۸، ۸ و ۱۴ μm اندازه گیری شده است.

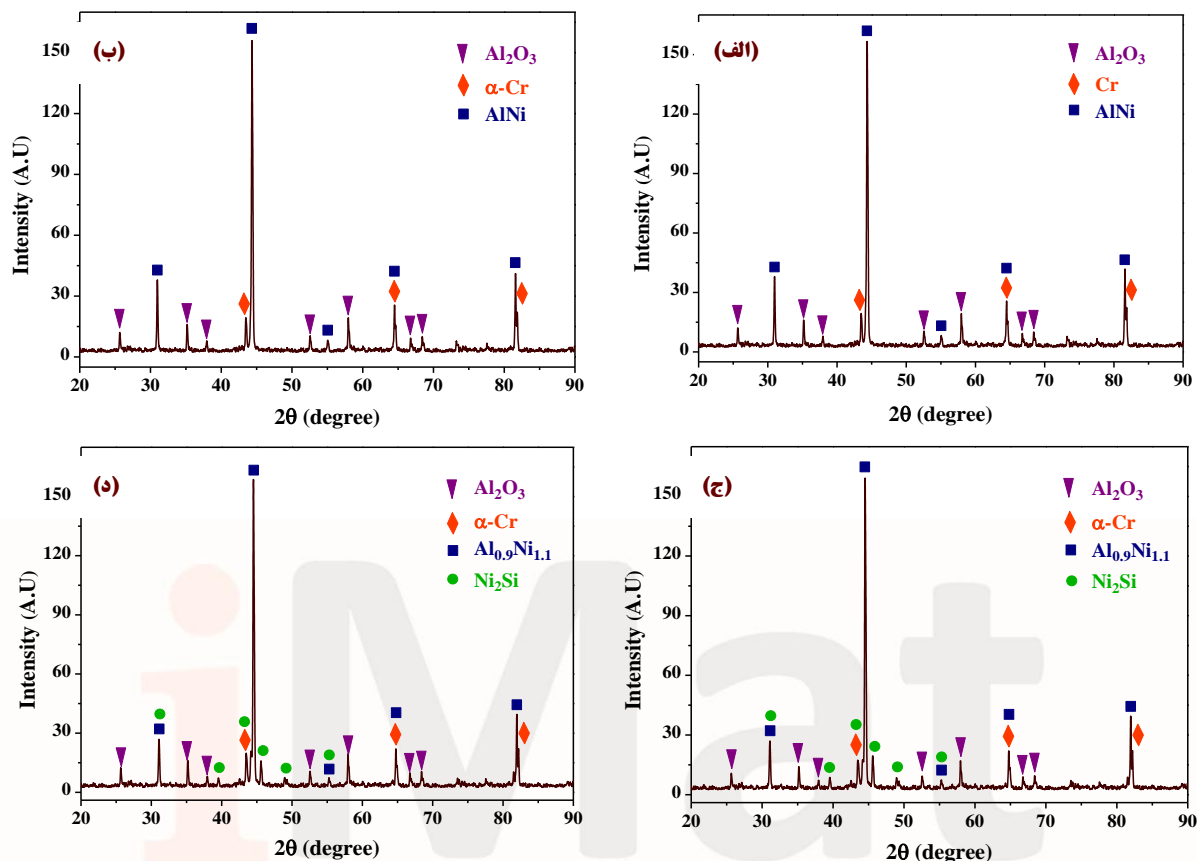


شکل ۲- تصویر مقطع عرضی از نمونه‌های پوشش شده در دمای ۱۰۰۰°C، (الف) به مدت ۳ ساعت با مخلوط پودری الف، (ب) به مدت ۱ ساعت با مخلوط پودری الف، (ج) به مدت ۱ ساعت با مخلوط پودری ب، (د) به مدت ۳ ساعت با مخلوط پودری ب.



شکل ۳- آنالیز عنصری آلومینیم و سیلیسیم از سطح تا زیر لایه برای نمونه‌های پوشش شده در دمای ۱۰۰۰°C.

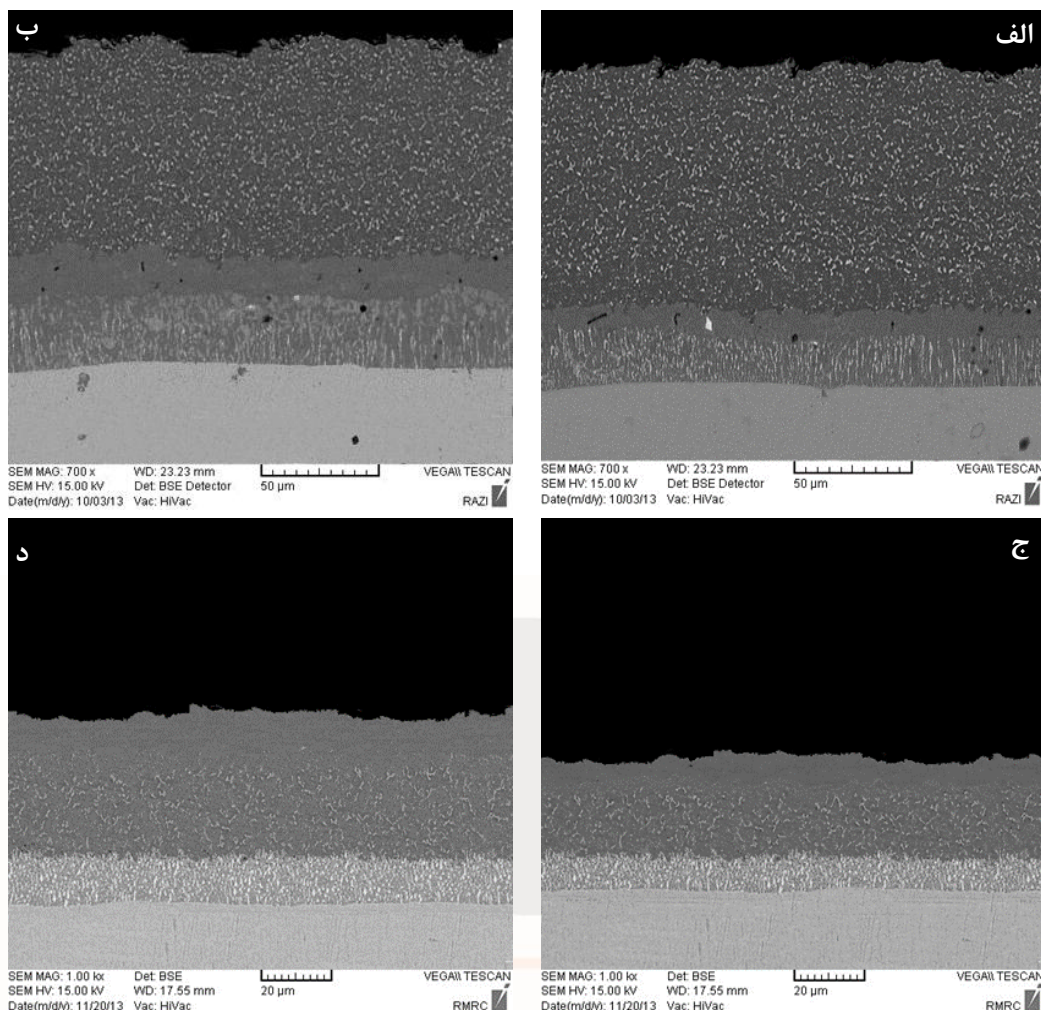
در شکل ۴ آنالیز پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه‌های پوشش شده در دمای 1000°C به مدت ۱ و ۳ ساعت آورده شده است. همان‌طور که در پوشش ترکیب بسته (الف) مشاهده می‌شود، ترکیب NiAl به عنوان فاز اصلی در لایه خارجی ایجاد شده است، در حالی که در بسته (ب)، ترکیب $\text{Ni}_{0.9}\text{Al}_{1.1}$ همراه با پیک‌های ضعیف مربوط به فاز Ni_2Si شناسایی شده است (شکل ۴ ج و د). به طوری که می‌توان نتیجه گرفت کسر حجمی بسیار کمی از این فاز در لایه خارجی پوشش حضور دارد (Xiang and Datta, 2003). به نظر می‌رسد سیلیسیم رسوب کرده اکثراً به شکل محلول جامد همراه با $\text{Ni}_{0.9}\text{Al}_{1.1}$ ایجاد می‌گردد که در آن ترکیب محلول جامد حاوی سیلیسیم به صورت $\text{NiAl}_1 - \text{Si}_n$ می‌باشد. به این نکته باید دقت شود که در زیر لایه اصلی استفاده شده عنصر آلیاژی سیلیسیم وجود ندارد. اگر غلظت عنصر آلیاژی در آنالیز طیف‌سنج پراش پرتو ایکس از ۳٪ اتمی کمتر باشد به دلیل افزایش احتمال هم‌پوشانی پیک‌های ایجاد شده، نتایج بدست آمده اعتبار کافی نخواهند داشت بنابراین به منظور افزایش دقت در نتایج بدست آمده از آنالیز طیف‌سنج پراش طول موج^۱ استفاده شده است. همان‌طور که در شکل ۳ مشاهده می‌گردد، با توجه به سرعت نفوذ کمتر آلومینیم در مقایسه با سیلیسیم، عمق منطقه غنی از سیلیسیم نسبت به آلومینیم به مراتب کوچک‌تر است. به عبارت دیگر ترکیب فاز بخار شکل گرفته در مراحل اولیه سمانتاسیون جعبه‌ای برای رسوب آلومینیم مناسب‌تر از رسوب سیلیسیم می‌باشد. به این نکته باید توجه کرد که هالیدهای AlCl_2 و AlCl به دلیل فشار بخار و آلومینیم بیشتر نسبت به هالید AlCl_3 در فرآیند سمانتاسیون جعبه‌ای تاثیر زیادی خواهند داشت. در هالید AlCl_3 یون‌های آلومینیم به سختی آزاد و به سطح زیرلایه نفوذ می‌کنند (Eslami, Arabi and Rastegari, 2009). مدت‌هاست مشخص شده است که نفوذ آلومینایدهای نیکل معمولاً از طریق نفوذ به سمت داخل آلومینیم یا نفوذ به سمت خارج نیکل ایجاد می‌شوند (Goward and Boone, 1971) به طوری که این مطلب را نیز می‌توان در شکل ۲ مشاهده نمود. غلظت زیاد آلومینیم و سیلیسیم در بسته الف، فاز NiAl غنی از آلومینیم را از طریق نفوذ به سمت داخل آلومینیم و سیلیسیم ایجاد می‌نماید. علاوه بر این آلومینیم در مقادیر بیش از ۵۱٪ اتمی به عنوان عنصر نفوذ کننده اصلی در فاز NiAl هیپواستوکیومتری به شمار می‌آید (Eslami and et al, 2009; Goward and Boone, 1971). به دلیل آن که پوشش با نفوذ به سمت داخل آلومینیم و سیلیسیم ایجاد شده است، عناصر آلیاژی زیر لایه در پوشش مشاهده می‌شوند. بر اساس تصاویر میکروسکوپ الکترونی در شکل ۲- الف و ب و آنالیز پراش پرتو ایکس متناظر با آن به ترتیب در شکل ۴ الف و ب، فاز NiAl در فرآیند اکتیویته بالا - دما بالا ترکیب اصلی پوشش را تشکیل می‌دهد. از طرف دیگر به دلیل دمای بالای آلومینایزینگ و افزایش نفوذپذیری عنصرهای آلومینیم و نیکل، فاز ترد Ni_2Al_3 که از فازهای متداول در فرآیند اکتیویته بالا دو مرحله‌ای به حساب می‌آید، ایجاد نشده است. به عبارت دیگر نفوذپذیری بالای آلومینیم و نیکل موجب تشکیل تک مرحله‌ای فاز NiAl در زمان‌های کم عملیات حرارتی شده است (Das, Singh and Joshi, 1998). در مخلوط (الف) و (ب)، پوشش ایجاد شده در مرحله ابتدایی از طریق نفوذ آلومینیم به سمت داخل شکل می‌گیرد، این درحالی است که با کاهش غلظت آلومینیم در مخلوط (ب) (شکل ۲ ج و د)، در ادامه نفوذ آلومینیم کاهش یافته و در لایه خارجی پوشش فاز NiAl هایپرستوکیومتری تشکیل می‌گردد. با افزایش غلظت نیکل در فاز NiAl ، نفوذ به سمت خارج رخ می‌دهد. به طوری که در این حالت نیکل موجود در منطقه میانی (IL) با آلومینیم به شکل فرآیند اکتیویته پایین (شکل ۲-د) واکنش خواهد داد و لایه NiAl خارجی عاری از رسوب را تشکیل می‌دهد.



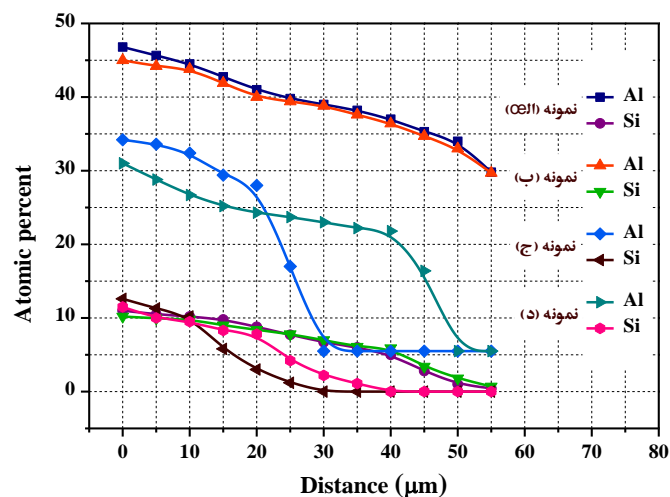
شکل ۴- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پوشش شده در دمای ۱۱۰۰°C (الف) مخلوط الف - ۱ ساعت، (ب) مخلوط الف - ۳ ساعت، (ج) مخلوط ب - ۱ ساعت، (د) مخلوط ب - ۳ ساعت.

پوشش ایجاد شده در دمای ۱۱۰۰°C

بر اساس نتایج بدست آمده، رسوب هم زمان آلومینیم و سیلیسیم در دمای ۱۱۰۰°C امکان پذیر است. در شکل ۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ریزساختار پوشش ایجاد شده در دمای ۱۱۰۰°C مشاهده می شود. که در آن برای شکل ۵- الف و ب پوشش ایجاد شده به ترتیب از سه بخش مجزای سطحی حاوی رسوبات ریز و پراکنده، لایه میانی عاری از رسوب و منطقه نفوذ در هم تشکیل شده است. با این تفاوت که در شکل ۵- ج و د در اثر نفوذ به سمت خارج نیکل و کاهش غلظت آلومینیم، لایه عاری از رسوب در سطح تشکیل شده است. همچنین در بر اساس نتایج نشان داده شده در شکل ۶ لایه خارجی غنی از آلومینیم و سیلیسیم است. این نکته باید در نظر گرفته شود که غلظت آلومینیم در لایه خارجی پوشش ایجاد شده در شکل ۵- ج و د (مخلوط ب) کمتر از نیکل است بنابراین لایه بیرونی فاز NiAl هایپراستوکیومتری است.

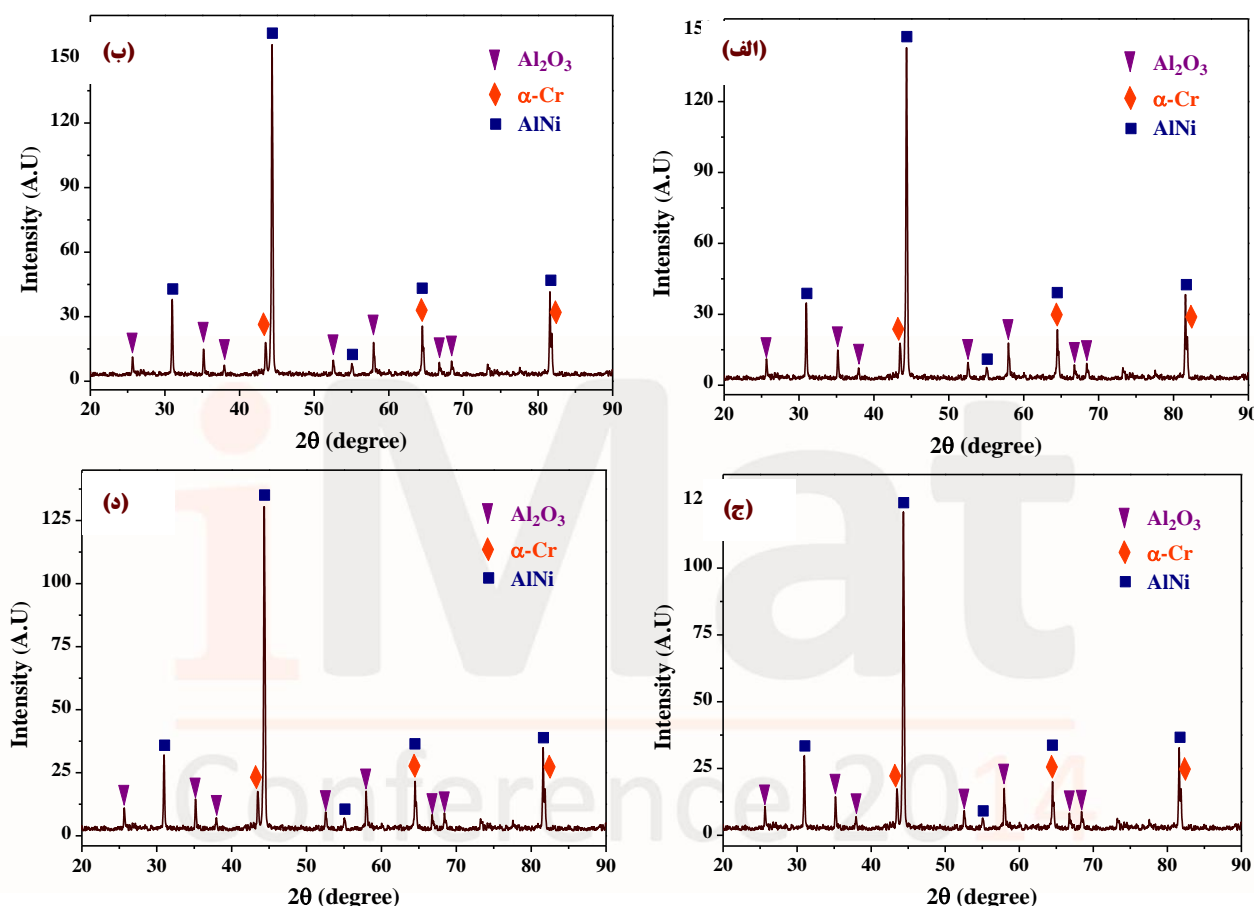


شکل ۵- تصویر مقطع عرضی از نمونه‌های پوشش شده در 1100°C (الف) مخلوط الف- ۱ ساعت، (ب) مخلوط الف- ۳ ساعت، (ج) مخلوط ب- ۱ ساعت، (د) مخلوط ب- ۳ ساعت.



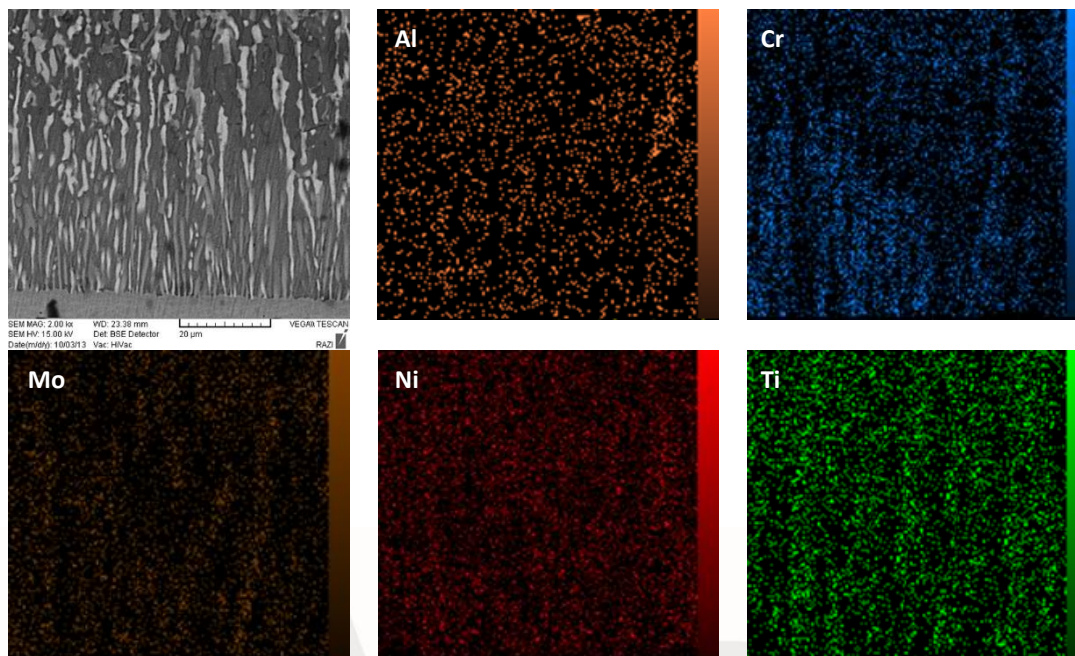
شکل ۶- آنالیز عنصری پروفیل عمق آلومینیم و سیلیسیم از سطح تا زیر لایه برای نمونه‌های پوشش شده در دمای 1100°C .

در شکل ۶ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های پوشش شده در دمای 1100°C مشاهده می‌شود. نتایج آنالیز پراش پرتو ایکس حضور آلومینا را در لایه پوشش نشان می‌دهد. به عبارت دیگر این ذرات در اثر نفوذ به سمت خارج نیکل در لایه خارجی پوشش به دام افتاده‌اند (Xiang, Burnell and Datta, 2001). علاوه بر این هیچ نشانه‌ای از حضور فاز سیلیسایدی در لایه خارجی مشاهده نمی‌شود. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت سیلیسیم رسوب کرده از فاز بخار به شکل محلول جامد NiAl ایجاد شده است.



شکل ۶- الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پوشش شده در دمای 1100°C (الف) مخلوط الف - ۱ ساعت، (ب) مخلوط الف - ۳ ساعت، (ج) مخلوط ب - ۱ ساعت، (د) مخلوط ب - ۳ ساعت.

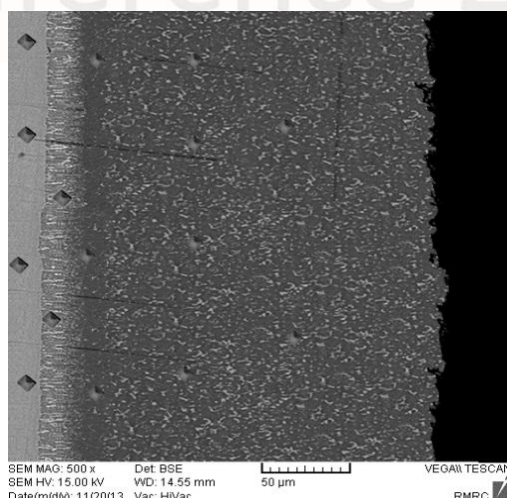
در شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی به همراه آنالیز مپ از منطقه نفوذ درهم آورده شده است. همان طور که در شکل آورده شده است، حفره‌های کرکندال بین منطقه میانی و منطقه نفوذ در هم مشاهده نمی‌شود. به طوری که احتمال می‌رود جریان نفوذ عناصر آلیاژی کروم، نیکل، کبالت کاملاً با جریان نفوذ آلومینیم جبران شده است (Rafiee, Arabi and Rastegari, 2010).



شکل ۷- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی به همراه آنالیز مپ عناصر آلیاژی در منطقه نفوذ درهم.

میکروسختی سنجی

در شکل ۸ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نقطه اثر فرو رونده میکرو سختی آورده شده است. همچنین در جدول ۳ نتایج آزمون سختی سنجی نمونه های آلومینایزینگ شده مشاهده می شود. به طوری که در آن سختی در مقطع عرضی از ۴۱۸ تا ۱۰۰۳ VHN تغییر می کند. به دلیل حضور کاربیدهای سخت MC، TiC ، $M_{23}C_6$ ، σ در منطقه نفوذ درهم (Sivakumar, 1982)، سختی این ناحیه نسبت به لایه های دیگر پوشش بیشتر است.



شکل ۸- نمونه مقطع عرضی پوشش ایجاد شده به همراه نقطه اثر فرو رونده میکروسختی سنجی ویکرز.

جدول ۳- نتایج آزمون میکروسختی سنجی ویکرز (VHN) از لایه های مختلف.

مخلوط پودری	دما (°C)	لایه سطحی	منطقه میانی	نفوذ درهم	زیر لایه
(الف)	۱۰۰۰	۷۰۵	۶۵۰	۹۷۰	۴۵۲
	۱۱۰۰	۶۹۶	۶۴۲	۱۰۰۳	۴۴۹
(ب)	۱۰۰۰	۶۵۵	۷۰۱	۹۲۰	۴۵۴
	۱۱۰۰	۶۵۷	۶۹۸	۹۵۸	۴۵۶

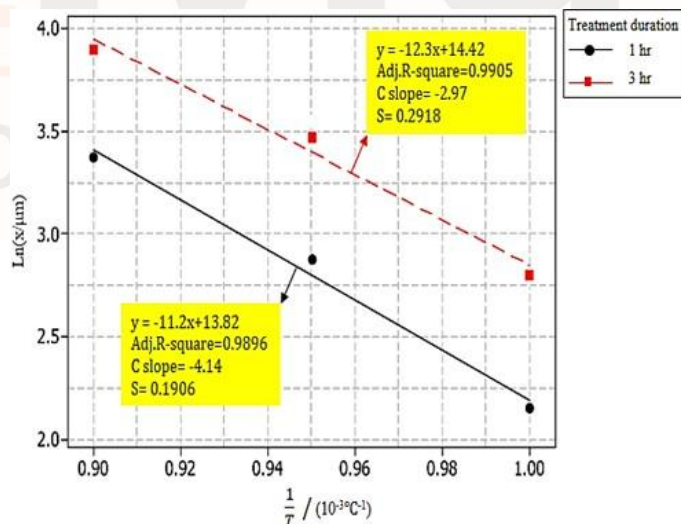
مدل ریاضی رشد پوشش نسبت به دما

نرخ افزایش ضخامت پوشش آلومیناید نسبت به دما بر اساس معادله آرنیوس (معادله ۱ و ۲) قابل اندازه گیری می باشد (Tong, Dengzun and Chungun, 2010). در شکل ۹ و ۱۰ ارتباط بین لگاریتم طبیعی ضخامت پوشش با معکوس دما بر حسب درجه کلوین مشاهده می شود. به عبارت دیگر افزایش ضخامت پوشش با عکس دما رابطه خطی دارد. بنابراین با مدل سازی ضخامت های اندازه گیری شده امکان پیش بینی شرایط رشد پوشش در دماهای مختلف با استفاده از شرایط این مطالعه وجود خواهد داشت.

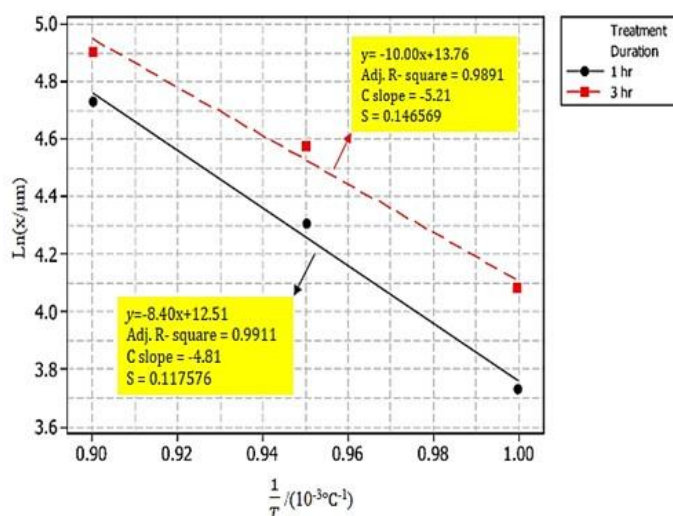
$$\ln x = -Q/(RT) + C + 2\ln t \quad (۱)$$

$$\ln x = A + B/T \quad (۲)$$

با توجه به شیب خطوط بدست آمده انرژی فعال سازی برای مخلوط (الف) برای مدت زمان ۱ و ۳ ساعت به ترتیب ۸۳/۱۴۷ و ۶۹/۸۶۳ kJ/mol و به همین ترتیب برای مخلوط (ب)، ۱۰۲/۲۷۱ و ۹۳/۱۲۵ kJ/mol اندازه گیری شد.



شکل ۹- ارتباط بین ضخامت پوشش با دمای آلومینایزینگ برای مخلوط بسته با ترکیب الف.



شکل ۱۰- ارتباط بین ضخامت پوشش با دمای آلومینایزینگ برای مخلوط بسته با ترکیب ب.

نتیجه‌گیری

پوشش آلومیناید اصلاح شده با سیلیسیم بر روی سوپر آلیاژ اینکونل ۱۰۰ به روش سمانتاسیون جعبه‌ای اکتیویته بالا - دما بالا به صورت تک مرحله‌ای (SSHHA) با استفاده از مخلوط پودری آلومینیم و سیلیسیم در ضخامت‌های ۱۱۳-۱۵ μm ایجاد گردید، به طوری که نتایج بدست آمده را می‌توان به صورت زیر خلاصه کرد:

۱ - نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نشان می‌دهد، پوشش‌های ایجاد شده با استفاده از مخلوط‌های (الف) و (ب) دارای سه منطقه لایه سطحی، لایه میانی و منطقه نفوذ درهم هستند. به طوری که در مخلوط پودری (الف) مکانیزم غالب، نفوذ آلومینیم به سمت داخل و در ادامه نفوذ نیکل به سمت خارج است. در حالی که در مخلوط پودری (ب) مکانیزم غالب، نفوذ نیکل به سمت خارج است که باعث تشکیل لایه سطحی عاری از رسوب می‌شود.

۲ - بر اساس نتایج الگوی پراش پرتو ایکس، فازهای اصلی ایجاد شده به وسیله مخلوط (الف) و (ب)، فاز β -NiAl به همراه رسوبات ریز و پراکنده α -(Cr, Mo) و کاربید است.

۳ - در تمام شرایط پوشش‌دهی، جهت رشد منطقه نفوذ درهم به سمت داخل است که باعث تشکیل لایه‌های غنی از فازهای MC (TiC) و M_{23}C_6 ($\text{Cr}_x\text{Mo}_y\text{C}_6$) می‌شود. که در نهایت موجب افزایش سختی منطقه نفوذ درهم تا ۱۰۰۳ VHN می‌گردد. به طوری که سختی زمینه سوپر آلیاژ نسبت به لایه‌های پوشش کمتر می‌باشد و این موضوع نشان می‌دهد که لایه پوشش بسیار سخت‌تر است.

۴ - آنالیز نقطه‌ای طیف‌سنج پراش پرتو ایکس نشان می‌دهد لایه سطحی تشکیل شده در مخلوط پودری (الف)، فاز β -NiAl هیپو استوکیومتری است، در حالی که در مخلوط پودری (ب) این فاز در لایه سطحی β -NiAl هایپراستوکیومتری است.

۵ - بر اساس استاندارد ASTM B875(08) حداقل ضخامت پوشش آلومینایدی بر روی آلیاژهای پایه نیکل، ۲۵ میکرون است و طبق استاندارد MIL-STD 341 حداقل ضخامت پوشش برای کاربردهای نظامی باید بین ۵۰ الی ۸۰ میکرون باشد. از این رو ضخامت پوشش ایجاد شده در دمای ۱۰۰۰°C به مدت ۱ ساعت با مخلوط پودری (الف) و همچنین پوشش ایجاد شده در دمای ۱۱۰۰°C به مدت ۳ ساعت با مخلوط پودری (ب)، شرایط استاندارد را خواهند داشت.

۶ - با توجه به شیب خطوط بدست آمده انرژی فعالساز برای مخلوط (الف) برای مدت زمان ۱ و ۳ ساعت به ترتیب ۸۳/۱۴۷ و ۶۹/۸۶۳ kJ/mol و به همین ترتیب برای مخلوط (ب)، ۱۰۲/۲۷۱ و ۹۳/۱۲۵ kJ/mol اندازه‌گیری شد.

منابع

- A.Eslami, H.Arabi, S.Rastegari. (2009) "Gas Phase Aluminizing of a nickel base superalloy by a Single Step HTHA aluminizing process". Canadian Metallurgical Quarterly, Vol 48. Pp. 91-98.
- D.K.Das, Vakil Singh, S.V.Joshi. (1998) "Evolution of Aluminide Coating Microstructure on Nickel-Base Cast Superalloy CM-247 in a Single-Step High-Activity Aluminizing Process". *Metallurgical and Materials Transaction A*, Vol 29A. Pp. 2173-2188.
- F. Shahriari, Ashrafizadeh, (2004). "Formation and Micro Structural Characterization of Silicon Modified aluminide Coating on a Nickel Based Super Alloy", *Transaction of Mat. And Heat Treatment*. Vol.25. Pp. 657-660.
- G.P. Cammarota, A. Casagrande. (2006) "Effect of Ni, Si and Cr in the structural formation of diffusion aluminide coatings on commercial-purity titanium". *Journal of Surface & Coatings Technology*. Vol 201. Pp. 230-242.
- G.F.Vandervoort, (2004). ASM Handbook, Volume 9, Pp.820-859.
- G.W.Goward, D.H.Boone. (1971) "Mechanism of Formation of diffusion Aluminide coating on Nickel-Base superalloys". *Oxidation of metals*. Vol 3. Pp. 475-495.
- H.Rafiee, H.Arabi, S.Rastegari. (2010) "Effects of temperature and Al-concentration on formation mechanism of an aluminide coating applied on superalloy IN738LC through a single step low activity gas diffusion process". *Journal of Alloys and Compound* 505. Pp.206 - 212.
- H. Arabi, S. Rastegari, Z. Salehpour. (2008) "Formation Mechanism of Silicon modified Aluminide coating on a Ni-base Superalloy". *IUST International Journal of Engineering Science*. Vol. 19. Pp. 39-44.
- J.R. Nicholls. (2000) "Designing oxidation-resistant coatings". *JOM*. Vol 52. Pp. 28-35.
- J. Lu, Shenglong Zhu. (2011) "Cyclic Oxidation and Hot Corrosion Behavior of Y/Cr-Modified Aluminide Coatings Prepared by a Hybrid Slurry/Pack Cementation Process". *Journal of Oxid Met*. Vol 76. Pp.67-82.
- J.L. Smialek. (2000) "Maintaining adhesion of protective Al₂O₃ scales". *JOM* 52. Pp. 22-25.
- J. Kohlscheen, H.R. Stock. (2007) "Gas phase aluminizing of nickel alloys with hydrogen chloride". *Journal of Surface Coating and Technology*. Vol 202. Pp. 613-616.
- K.L.Wang, F.S.Chen, G.S.Leu. (2003) "The aluminizing and Al-Si codeposition on AISI HP alloy and the evaluation of their carburizing resistance" *Materials Science and Engineering*, Vol A357, Pp. 27-38.
- L. Tong, Y. Dengzun, Z. Chungen. (2010). "Low-temperature Formation of Aluminide Coatings on Ni-base Superalloys by Pack Cementation Process". *Chinese Journal of Aeronautics* 23. Pp. 381-385.
- M. Zandrahimi, J.Vatandoost, (2011). "Al, Si and Al-Si coating to improve the High-Temperature Oxidation resistance of AISI 304 Stainless Steel". *Journal of Oxide Met*. Vol.76. Pp. 347-358.
- P.K. Datta, J.S. Burnell-Gray, K. Natesan, (2002). "Intermetallic Compounds: Principles and Practice Process" Wiley.
- P. Kuppusami and H. Murakami. (2004) "Cyclic Oxidation Behavior of Ir-Ta Modified Aluminide Coatings on Nickel Base Single Crystal Superalloy". *Trans Indian Inst. Met*. Vol.57, Pp. 491-499.
- R.Sivakumar. (1982). "An evolution study of Aluminide and Chromoaluminide coating on IN100". *Oxidation of metals*, Vol 17. Pp. 27-40.

S. Zhang, J. Zhou, B. Guo, H. Zhou, Y. Pu, J. Chen. (2009). "Preparation and characterization of reactively sintered Ni_3Al -hBN-Ag composite coating on Ni-based superalloy". *Journal of Alloys & Compound*. Issue 473. Pp. 462-466.

S.R. Levine, R. M. Caves, (1974) "Thermodynamic and kinetic of Pack Aluminide Coating formation on IN 100". *Journal of Electrochemical Society*. Pp. 1051-1069.

Z.D. Xiang, P.K. Datta. (2004) "Conditions for pack codeposition of Al and Hf on nickel-base superalloys". *Journal of Surface Coating and Technology*. Vol 179. Pp. 95-102.

Z.D. Xiang, P.K. Datta. (2003) "Formation of Hf- and W-modified aluminide coatings on nickel-base superalloys by the pack cementation process". *Journal of Materials Science and Engineering*. Vol A363. Pp. 185-192.

Z.D. Xiang, P.K. Datta. (2003) "Codeposition of Al and Si on nickel base superalloys by pack cementation process". *Materials Science and Engineering A356*. Pp. 136-144.

Z. D. Xiang, J. S. Burnell, P. K. Datta. (2001) "Aluminide coating formation on nickel-base superalloys by pack cementation process". *Journal of Materials Science* 36. Pp.5673 - 5682.

iMat
Conference 2014