



**ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ**

**ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ – ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ**

**ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ**

**ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ**

**ΤΡΟΠΟΠΟΙΗΣΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΜΕ ΘΕΡΜΙΚΕΣ  
ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΕΣ ΚΑΙ ΣΥΝΑΚΟΛΟΥΘΕΣ  
ΜΗΧΑΝΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ  
ΝΙΚΕΛΙΟΥ**

**ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ**

**Μπέλλος Ιωάννης**

**Επιβλέπων: Δρ. Γ. Φούρλαρης**

**Καθηγητής ΕΜΠ**

**Αθήνα, Σεπτέμβριος 2015**





**ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ**

ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ – ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ

ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ

**ΤΡΟΠΟΠΟΙΗΣΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΜΕ ΘΕΡΜΙΚΕΣ  
ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΕΣ ΚΑΙ ΣΥΝΑΚΟΛΟΥΘΕΣ  
ΜΗΧΑΝΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ  
ΝΙΚΕΛΙΟΥ**

**ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ**

**Μπέλλος Ιωάννης**

**Επιβλέπων: Δρ. Γ. Φούρλαρης**

**Καθηγητής ΕΜΠ**

Εγκρίθηκε από την τριμελή επιτροπή στις ΗΗ/ΜΜ/ΕΤΟΣ

Γεώργιος Φούρλαρης, Καθηγητής, ..... (Υπογραφή)

Ευάγγελος Χριστοφόρου, Καθηγητής ..... (Υπογραφή)

Σπυρίδων Παπαευθυμίου Λέκτορας, „..... (Υπογραφή)

Αθήνα, Σεπτέμβριος 2015

# ΠΡΟΛΟΓΟΣ

Η παρούσα διπλωματική εργασία πραγματεύεται τη μελέτη της μικροδομής και των μηχανικών ιδιοτήτων του Υπερκράματος Inconel 718, μετά από μία σειρά θερμικών κατεργασιών διαλυτοποίησης και γήρανσης.

Για την πραγματοποίηση της εργασίας θα ήθελα να ευχαριστήσω, αρχικά, τον επιβλέποντα καθηγητή μου Δρ Γεώργιο Φούρλαρη, αφού χωρίς την επίβλεψη και τις συμβουλές του δεν θα ήταν δυνατή η ολοκλήρωση της. Επίσης, θα ήθελα να ευχαριστήσω τον Δρ. Βασίλειο Στεργίου για τη βοήθεια που μου προσέφερε τόσο κατά τη διάρκεια της πρακτικής μου άσκησης στην ΕΑΒ, όσο και κατά τη διάρκεια της συγγραφής της εργασίας, αλλά και για την παροχή των υλικών στα οποία αυτή βασίστηκε.

Επιπλέον, θα ήθελα να ευχαριστήσω το προσωπικό του Εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας και κυρίως τον Π. Τσακιρίδη, το Σ. Δεληγιάννη, τη Μ. Γεωργίου, τη Β. Οικονόμου και τον Ι. Χαρλαμπίτα για τη συνεισφορά τους στα διάφορα στάδια των πειραματικών δοκιμών. Ακόμα, θα ήθελα να ευχαριστήσω την Ε. Κυριακοπούλου για τις συζητήσεις και τις συμβουλές της στο θέμα των Υπερκραμάτων.

Τέλος, θα ήθελα να ευχαριστήσω τους γονείς μου και τους φίλους μου για τη στήριξη και την εμπιστοσύνη τους.

## ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Στην παρούσα διπλωματική εργασία γίνεται μελέτη της επίδρασης του χρόνου διαλυτοποίησης στις μηχανικές ιδιότητες του υπερκράματος Ni Inconel 718 (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5597). Τέσσερα δοκίμια από Inconel 718 υπέστησαν διαδοχικές διαλυτοποιήσεις στους 1060°C για 1,2,3 και 4 ώρες αντίστοιχα και στη συνέχεια υποβλήθηκαν σε θερμική κατεργασία γήρανσης δύο σταδίων, αρχικά στους 760°C για 10 ώρες και στη συνέχεια στους 650°C για 8 ώρες.

Σκοπός της εργασίας υπήρξε η μελέτη των δοκιμίων, με βάση τις μικροδομές και τις μηχανικές τους ιδιότητες. Τα δοκίμια μελετήθηκαν συγκριτικά και εξήχθησαν συμπεράσματα ως προς την ποιότητα τους, αλλά και την δυνατότητα χρήσης τους σε απαιτητικά περιβάλλοντα, που διέπονται από αυστηρές προδιαγραφές.

Για τον πλήρη χαρακτηρισμό των μικροδομών πραγματοποιήθηκε μελέτη με τη βοήθεια του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (Scanning Electron Microscope – SEM), σε συνδυασμό με την στοιχειακή ανάλυση Ακτίνων X (Energy Dispersive Spectroscopy – EDS). Επιπλέον για την ταυτοποίηση των φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών, αλλά και των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών επιπέδων ανάπτυξης, πραγματοποιήθηκε περιθλασιμετρία Ακτίνων X (X-Ray Diffraction – XRD). Τέλος, η μελέτη των μηχανικών ιδιοτήτων των δοκιμίων βασίστηκε σε δοκιμές εφελκυσμού και σκληρομετρήσεις.

Από την παραπάνω πειραματική διαδικασία προέκυψε ότι η ολκιμότητα παρέμεινε σχεδόν αμετάβλητη, με το όριο θραύσης να μειώνεται με την αύξηση του χρόνου διαλυτοποίησης από τη μία στις δύο ώρες. Περαιτέρω αύξηση του χρόνου διαλυτοποίησης είχε μικρή επίδραση στο όριο θραύσης, το οποίο παρά τη μείωση, παρέμεινε σε ικανοποιητικά επίπεδα. Αντίθετα, το όριο διαρροής, αν και εμφάνισε παρόμοια απόκριση στη μεταβολή της διάρκειας της θερμικής κατεργασίας με το όριο θραύσης, χαρακτηρίστηκε από αισθητά χαμηλότερες τιμές σε σχέση με την προβλεπόμενη τιμή της προδιαγραφής, ανεξάρτητα από το χρόνο παραμονής του δοκιμίου στη θερμοκρασία διαλυτοποίησης.

## **ABSTRACT**

The subject of this thesis is the correlation between the total duration of the solution heat treatment and the mechanical properties of the nickel-base Superalloy Inconel 718. Four specimens underwent consecutive solution anneals at 1060°C for 1, 2, 3 and 4 hours, respectively and then underwent a two-step aging treatment, consisting of a 10 hour hold at 760°C and then an 8 hour hold at 650 °C.

The aim of this thesis was the characterization of the microstructures and the mechanical properties of the specimens. The specimens were studied comparatively and conclusions regarding their quality and adequacy in demanding working conditions were extracted.

The microstructures of the specimens were studied by means of Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy-dispersive X-Ray spectroscopy. Furthermore, an X-Ray Diffractometer (XRD) was employed in order to identify the phases and the dominant crystallographic directions. Finally, the mechanical properties of the specimens were assessed through tensile and hardness tests.

As a result of the aforementioned experimental procedures, it was found that the ductility of the specimens remained unchanged. Furthermore, increasing the duration of the solution heat treatment resulted in a decrease in the ultimate tensile strength of the material, although further increase in the soaking time had little to no effect on the ultimate tensile strength. Overall the ultimate tensile strength of the material remained in satisfactory levels. On the other hand, the yield strength, despite responding similarly to the ultimate tensile strength to changes in the duration of the heat treatment, was quite low for all the specimens. In fact the yield strength of the specimens, regardless of the duration of their heat treatment, was significantly lower than yield strength suggested by the standard.

# Περιεχόμενα

<b>1</b>	<b>ΕΙΣΑΓΩΓΗ</b>	<b>1</b>
1.1	Τα Υπερκράματα	1
1.2	Εφαρμογές Υπερκραμάτων	1
<b>2</b>	<b>ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ ΝΙΚΕΛΙΟΥ</b>	<b>2</b>
2.1	Βασικές Κραματικές Προσθήκες	2
2.2	Η φάση $\gamma'$	6
2.3	Η φάση $\gamma''$	8
2.4	Η φάση $\delta$	10
2.5	Άλλες φάσεις	12
2.5.1	Καρβίδια	12
2.5.2	Φάσεις TCP	14
<b>3</b>	<b>ΤΟ INCONEL 718</b>	<b>17</b>
3.1	Παραγωγή Inconel 718	18
3.1.1	Vacuum Induction Melting	19
3.1.2	Vacuum Arc Remelting	19
3.1.3	Electroslag Remelting	19
3.2	Στερεοποίηση	20
3.3	Θερμικές Κατεργασίες	21
3.4	Μικροδομή	22
3.4.1	Φάσεις $\gamma''$ και $\gamma'$	22
3.4.2	Φάση $\delta$	25
3.4.3	Καρβίδια	28
<b>4</b>	<b>ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ</b>	<b>30</b>
4.1	Περιγραφή Υλικού και Πειραματικής Διαδικασίας	30
4.1.1	Περιγραφή Θερμικών Κατεργασιών	31
4.2	Προετοιμασία Δοκιμίων	31
4.2.1	Κοπή Δοκιμίων	32
4.2.2	Εγκιβωτισμός	32
4.2.3	Λείανση – Στίλβωση	33
4.2.4	Ηλεκτρολυτική Προσβολή	34
4.3	Τεχνικές Εξέτασης της Μικροδομής	35
4.3.1	Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (Scanning Electron Microscope – SEM)	35
4.3.2	Περιθλαση Ακτίνων X (X-Ray Diffraction – XRD)	36
4.4	Τεχνικές Μέτρησης Μηχανικών Ιδιοτήτων	37
4.4.1	Δοκιμή Εφελκυσμού	37
4.4.2	Σκληρομέτρηση	38
<b>5</b>	<b>ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ</b>	<b>40</b>
5.1	Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωση	40
5.1.1	Δοκίμιο ASR	40
5.1.2	Δοκίμιο A	43
5.1.3	Δοκίμιο B	48
5.1.4	Δοκίμιο Γ	51
5.1.5	Δοκίμιο Δ	56
5.2	Περιθλασιμετρία Ακτίνων X	62
5.3	Σκληρομέτρηση Rockwell C	65
5.4	Δοκιμές Εφελκυσμού	66

6	ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ .....	70
	ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ .....	72

## ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΕΙΚΟΝΩΝ

Εικόνα 1 - Επίδραση Κραματικών Προσθηκών .....	4
Εικόνα 2 - Εξέλιξη της Θερμοκρασίας Λειτουργίας των Υπεκραμάτων Ni .....	5
Εικόνα 3 - Εξέλιξη της Μικροδομής των Υπεκραμάτων Ni .....	5
Εικόνα 4 - Φάση γ' κυβικής μορφολογίας.....	6
Εικόνα 5 - Η διατεταγμένη δομή L1 <sub>2</sub> της φάσης γ' .....	6
Εικόνα 6 - Υπερδιαταραχή αποτελούμενη από δύο superpartial διαταραχές και ένα APB.....	7
Εικόνα 7 - Σχέση Κλάσματος Όγκου της φάσης γ' και αντοχής σε ερπυσμο .....	8
Εικόνα 8 - Η διατεταγμένη δομή DO <sub>22</sub> .....	9
Εικόνα 9 - Δισκοειδής φάση γ'' και σφαιρική γ' σε Inconel 718 μετά από παραμονή στους 750°C για 100h .....	9
Εικόνα 10 - Compact μορφολογία .....	10
Εικόνα 11 - Φάση δ σε κράμα Inconel 718 μετά από παραμονή στους 950°C για 50h .....	11
Εικόνα 12 - Σχηματισμός των καρβιδίων M <sub>6</sub> C και M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> από το καρβίδιο MC.....	14
Εικόνα 13 - Φάση σ στα όρια των κόκκων μετά από παραμονή στους 750°C για 1000h.....	15
Εικόνα 14 - Επίδραση ακαθαρσιών στην αντοχή σε ερπυσμό του Inconel 718 στους 650°C υπό τάση 690 MPa .....	18
Εικόνα 15 - Παραγωγή δίσκου κινητήρα από Inconel 718 .....	18
Εικόνα 16 - Αναμενόμενες φάσεις κατά τη στερεοποίηση του Inconel 718.....	21
Εικόνα 17 - Η μεταβολή της σκληρότητας του Inconel 718 σε συνάρτηση με το χρόνο γήρανσης .....	25
Εικόνα 18 - Κινητική διαλυτοποίησης της φάσης δ σε διαφορετικές θερμοκρασίες	28
Εικόνα 19 - Σχέδιο κοπής δοκιμίων Εφελκυσμού με βάση το πρότυπο ASTM E8...32	
Εικόνα 20 - Μικροδομή δοκιμίου ASR .....	40
Εικόνα 21 - Μικροδομή δοκιμίου ASR –Όρια κόκκων .....	40
Εικόνα 22 - Μικροδομή δοκιμίου Α (Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια).....	43
Εικόνα 23 - Μικροδομή δοκιμίου Α (Δευτερογενή ηλεκτρόνια) .....	44
Εικόνα 24 - Όρια κόκκων .....	44
Εικόνα 25 - Μικροδομή δοκιμίου Β (Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια).....	48
Εικόνα 26 - Κόκκος φάσης γ .....	48
Εικόνα 27 - Μικροδομή δοκιμίου Γ (Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια) .....	51
Εικόνα 28 - Μικροδομή δοκιμίου Α (Δευτερογενή ηλεκτρόνια) .....	52
Εικόνα 29 - Κόκκοι γ και καρβίδια.....	52
Εικόνα 30 - Όρια κόκκων .....	53
Εικόνα 31 - Μικροδομή δοκιμίου Δ (Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια).....	56
Εικόνα 32 - Κόκκοι γ και καρβίδια.....	57



Εικόνα 33 – Καρβίδιο κοντά σε όρια κόκκων .....	58
Εικόνα 34 - Εξέλιξη της μικροδομής των δοκιμίων .....	61
Εικόνα 35 – Διάγραμμα XRD Δοκιμίου σε κατάσταση ASR (As Received) .....	62
Εικόνα 36 – Διάγραμμα XRD Δοκιμίου Α.....	62
Εικόνα 37 - Διάγραμμα XRD Δοκιμίου Β.....	63
Εικόνα 38 – Διάγραμμα XRD Δοκιμίου Γ .....	63
Εικόνα 39 - Διάγραμμα XRD Δοκιμίου Δ.....	64
Εικόνα 40 - Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμίων 718 Α.....	66
Εικόνα 41 - Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμίων 718 Β.....	67
Εικόνα 42 - Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμίων 718 Γ .....	67
Εικόνα 43 - Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμίων 718 Δ.....	68

## ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΠΙΝΑΚΩΝ

Πίνακας 1 - Χημική σύσταση $\gamma'$ και $\gamma''$ στους 621°C και 718°C.....	22
Πίνακας 2 - Μέσος όρος και τυπική απόκλιση του κλάσματος όγκου της φάσης δ ...	27
Πίνακας 3 - Χημική σύσταση Inconel 718 .....	30
Πίνακας 4 - Μηχανικές Ιδιότητες Inconel 718 .....	30
Πίνακας 5 - Θερμικές Κατεργασίες .....	31
Πίνακας 6 - Γενική χημική ανάλυση Δοκιμίου ASR.....	41
Πίνακας 7 - Σημειακή ανάλυση καρβιδίου .....	42
Πίνακας 8 - Γενική χημική ανάλυση Δοκιμίου Α.....	45
Πίνακας 9 - Σημειακή Ανάλυση Καρβιδίου .....	46
Πίνακας 10 - Γενική χημική ανάλυση Δοκιμίου Β.....	49
Πίνακας 11 - Σημειακή ανάλυση καρβιδίου.....	50
Πίνακας 12 - Γενική χημική ανάλυση Δοκιμίου Γ .....	54
Πίνακας 13 - Σημειακή χημική ανάλυση καρβιδίου.....	55
Πίνακας 14 - Γενική χημική ανάλυση Δοκιμίου Δ.....	58
Πίνακας 15 -Σημειακή χημική ανάλυση καρβιδίου.....	59
Πίνακας 16 - Σημειακή χημική ανάλυση καρβιδίου.....	60
Πίνακας 17 - Αποτελέσματα Σκληρομετρήσεων.....	65
Πίνακας 18 - Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων δοκιμίων 718 Α .....	66
Πίνακας 19 - Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων δοκιμίων 718 Β.....	67
Πίνακας 20 - Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων δοκιμίων 718 Γ .....	68
Πίνακας 21 - Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων δοκιμίων 718 Δ.....	68

# **1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ**

## **1.1 Τα Υπερκράματα**

Αν και δεν υπάρχει ακριβής ορισμός για τα Υπερκράματα, ο όρος συνήθως περιγράφει μια κατηγορία υλικών με εξαιρετική αντίσταση στη διάβρωση και υψηλή αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες [1]. Πρόκειται για υλικά τα οποία βρίσκουν εφαρμογές ακόμα και σε θερμοκρασίες κοντά στο 80% της θερμοκρασίας τήξης τους, ενώ μπορούν να παραμείνουν σε χρήση, χωρίς αστοχίες, για έως και 100.000 ώρες σε λίγο χαμηλότερες θερμοκρασίες[2].

Τα υπερκράματα χωρίζονται σε τρεις κατηγορίες, ανάλογα με το υλικό της μήτρας. Πιο συγκεκριμένα, υπάρχουν υπερκράματα Νικελίου, Κοβαλτίου και Σιδήρου, με τα πρώτα να είναι τα πιο διαδεδομένα. Η σκλήρωση των υπερκραμάτων επιτυγχάνεται με τη δημιουργία στερεού διαλύματος, την κατακρήμνιση ενδομεταλλικών φάσεων ή μέσω συνδυασμού των δύο μεθόδων [1]–[5]. Αξίζει να σημειωθεί ότι υπάρχει και μία κατηγορία υπερκραμάτων, τα οποία παράγονται με τεχνικές κονιομεταλλουργίας, στα οποία η σκλήρωση επιτυγχάνεται μέσω διασποράς οξειδίων (Oxide Dispersion Strengthening – ODS).

## **1.2 Εφαρμογές Υπερκραμάτων**

Η ανάπτυξη των υπερκραμάτων είναι άρρηκτα συνδεδεμένη με την τεχνολογική εξέλιξη των στροβιλομηχανών [1]–[4], αν και βρίσκουν εφαρμογή οπουδήποτε απαιτούνται υλικά με υψηλές μηχανικές ιδιότητες και αντίσταση στη διάβρωση. Ενδεικτικά αναφέρεται ότι σήμερα, εκτός από τους κινητήρες αεροσκαφών και τη βιομηχανία παραγωγής ενέργειας, υπερκράματα χρησιμοποιούνται και σε πυρηνικούς αντιδραστήρες, στην πετροχημική βιομηχανία και σε διαστημικά σκάφη [3].

Πιο συγκεκριμένα, μεγάλο ποσοστό των εξαρτημάτων στα θερμά μέρη των στροβιλομηχανών κατασκευάζεται από υπερκράματα, μεταξύ των οποίων και εξαρτήματα με ιδιαίτερη σημασία για τη λειτουργία τους, όπως τα πτερύγια, οι δίσκοι και οι άξονες [2], [5]. Στη χημική και την πετροχημική βιομηχανία, τα υπερκράματα βρίσκουν εφαρμογή σε εξαρτήματα όπως οι βαλβίδες, τα μπουλόνια και οι αντλίες [5].

## 2 ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ ΝΙΚΕΛΙΟΥ

Όπως έχει ήδη αναφερθεί, τα υπερκράματα Νικελίου αποτελούν την πιο διαδεδομένη κατηγορία υπερκραμάτων. Ένας από τους βασικότερους λόγους για την επικράτηση τους είναι η Εδροκεντρωμένη Κυβική (Face Centered Cubic – FCC) δομή του Νικελίου, η οποία χαρακτηρίζεται από ικανοποιητική αντοχή και ολκιμότητα. Το Ni δεν εμφανίζει αλλοτροπικό μετασχηματισμό, δηλαδή παραμένει στην FCC δομή μέχρι και την θερμοκρασία τήξης του. Παράλληλα, το Ni έχει μικρότερη πυκνότητα, αλλά και μικρότερο κόστος από άλλα στοιχεία με παρόμοια κρυσταλλική δομή (κυρίως στοιχεία που ανήκουν στην Ομάδα του Pt στον Περιοδικό Πίνακα), με αποτέλεσμα να είναι ιδιαίτερα ελκυστικό για αεροναυπηγικές εφαρμογές. Ένα άλλο πλεονέκτημα της FCC δομής και κατ'επέκταση του Νικελίου είναι και ο μικρός συντελεστής διάχυσης, που έχει ως αποτέλεσμα τη σταθερότητα της μικροδομής σε υψηλές θερμοκρασίες [1], [4].

### 2.1 Βασικές Κραματικές Προσθήκες

Τα περισσότερα υπερκράματα περιέχουν μεγάλο αριθμό κραματικών προσθηκών, που, σε πολλές περιπτώσεις, ξεπερνά τις δέκα. Το Ni σαν στοιχείο εμφανίζει χαμηλή αντίσταση στην οξειδωση υψηλών θερμοκρασιών, επομένως τα περισσότερα υπερκράματα περιέχουν 10-20% Cr, με σκοπό τη δημιουργία ενός συνεκτικού στρώματος Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> στην επιφάνεια του κράματος, το οποίο προστατεύει από την οξειδωση. Σε περιπτώσεις που το κράμα προορίζεται για εφαρμογή σε πολύ υψηλές θερμοκρασίες, γίνεται αντικατάσταση τμήματος του Cr με Al, το οποίο σχηματίζει προστατευτικό στρώμα Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ώστε να διασφαλισθεί η σταθερότητα της μικροδομής[2]. Μείωση της περιεκτικότητας σε Cr, σε συνδυασμό με την αύξηση της περιεκτικότητας σε στοιχεία που αυξάνουν την αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες, συμβαίνει συχνά στα χυτά υπερκράματα Ni [5].

Ο κυριότερος λόγος για την προσθήκη Al όμως είναι η κατακρήμνιση ενδομεταλλικών φάσεων σκλήρωσης. Το Al, σε συνδυασμό με το Ti σχηματίζει την ενδομεταλλική φάση γ' (Ni<sub>3</sub>(Al,Ti)), στην οποία συμμετέχουν και στοιχεία όπως το Nb και το Ta. Ειδικά το Nb, αν η συνολική περιεκτικότητα του ξεπερνά το 4%, οδηγεί στο σχηματισμό της ενδομεταλλικής φάσης γ'' (Ni<sub>3</sub>Nb) [2]–[4]. Οι φάσεις γ' και γ'', όπως και άλλες ενδομεταλλικές φάσεις, θα συζητηθούν αναλυτικά παρακάτω.

Εκτός από τη σκλήρωση που επιτυγχάνεται μέσω κατακρήμνισης, με την προσθήκη των παραπάνω στοιχείων, σκλήρωση της μήτρας επιτυγχάνεται και μέσω της δημιουργίας στερεού διαλύματος. Στοιχεία με ατομική ακτίνα κοντά σε αυτή του Ni, όπως τα Fe, Ru, Mo, W, διαλυτοποιούνται επιλεκτικά στη μήτρα και οδηγούν στη σκλήρωση της [4], αν και μεγάλες προσθήκες Cr, Mo και W προωθούν το σχηματισμό TCP (topologically close packed) φάσεων, με αρνητικά αποτελέσματα στις μηχανικές ιδιότητες του κράματος. Παρόμοια αποτελέσματα έχει και η προσθήκη Fe, ο οποίος προωθεί φάσεις όπως οι σ και Laves και μειώνει την αντίσταση σε οξειδωση, ενώ λόγω της ηλεκτρονιακής δομής του προωθεί την ανάπτυξη άλλων ενδομεταλλικών φάσεων, εκτός της γ'. Παρ'όλα αυτά, η προσθήκη Fe προκαλεί σημαντική μείωση του κόστους, λόγω της χαμηλότερης τιμής του σε σχέση με το Ni, με αποτέλεσμα να προστίθεται σε μεγάλα ποσοστά σε κάποια υπερκράματα. Σκλήρωση της μήτρας μπορούν να προκαλέσουν και τα Ta και Nb, όταν δε συμμετέχουν σε κάποια ενδομεταλλική φάση [1]. Το Co δεν προκαλεί σημαντική σκλήρωση μέσω στερεού διαλύματος, μπορεί όμως να προστεθεί στα υπερκράματα Ni γιατί μειώνει τη διαλυτότητα των Al και Ti στη μήτρα, προωθώντας το σχηματισμό της φάσης γ'. Επίσης, μειώνει την ενέργεια των σφαλμάτων συσσώρευσης (stacking faults), με αποτέλεσμα τη δυσκολότερη ολίσθηση των διαταραχών, αν και αυτή βρίσκεται ήδη σε χαμηλά επίπεδα στα περισσότερα υπερκράματα [1]–[3].

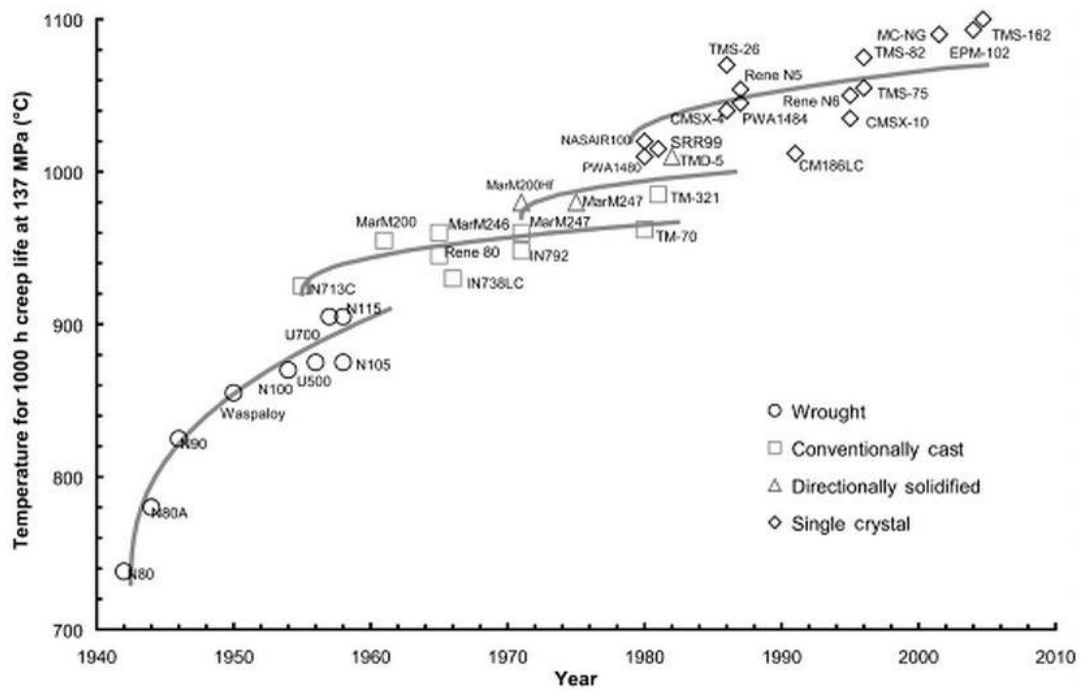
Επίσης, στα περισσότερα υπερκράματα γίνεται προσθήκη μικρής ποσότητας C, συνήθως μέχρι 0,2% κ.β., με τα σχηματιζόμενα καρβίδια να προκαλούν σκλήρωση της μήτρας, αλλά και αύξηση της αντοχής σε ερπυσμό. Στα καρβίδια αυτά, τα οποία συνήθως υπακούν στους τύπους MC, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, M<sub>6</sub>C και σπανιότερα M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> [5], συμμετέχουν ισχυρά καρβιδιογόνα στοιχεία όπως τα Cr, Mo, Nb, Ti και W [4]. Επίσης, συχνά γίνεται και προσθήκη στοιχείων όπως τα B και Zr, σε πολύ μικρά ποσοστά, τα οποία διαφορίζονται στα όρια των κόκκων και προκαλούν αύξηση της αντοχής σε ερπυσμό και της ολκιμότητας, αν και επιδρούν αρνητικά στη συγκολλησιμότητα των κραμάτων [2], [4]. Σημειώνεται ότι σε αύξηση της αντοχής σε ερπυσμό συμβάλλουν και τα Mo και W, λόγω της μικρού συντελεστή διάχυσης τους στο Ni [6]. Τέλος, τα τελευταία χρόνια γίνεται και προσθήκη Hf, κυρίως στα χυτά υπερκράματα, με σκοπό την αύξηση της αντοχής και της ολκιμότητας και την

περαιτέρω προώθηση της φάσης  $\gamma'$  [2], [3]. Η Εικόνα 1 παρουσιάζει συνοπτικά την επίδραση των κραματικών προσθηκών στα υπερκράματα.

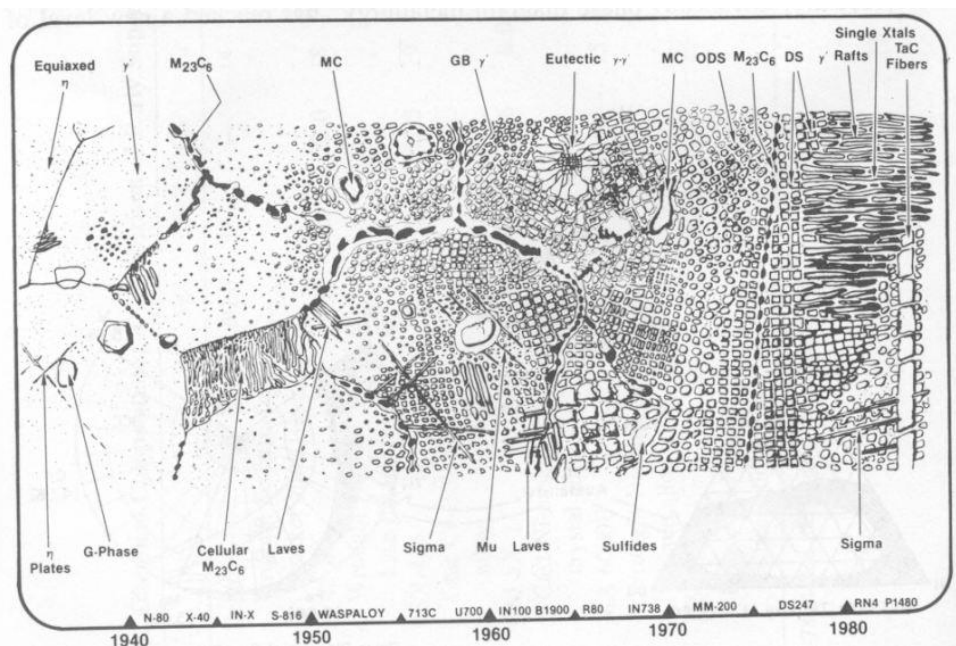
Element	Matrix strengthening	Increase in $\gamma'$ volume fraction	Grain boundaries	Other effects
Cr	moderate	moderate	$M_{23}C_6$ and $M_7C_3$	improves corrosion resistance; promotes TCP phases
Mo	high	moderate	$M_6C$ et $MC$	increases density promotes TCP phases $\sigma$ et $\mu$ (Mo, W)
W	high	moderate		
Ta	high	large		
Nb	high	large	NbC	promotes $\gamma'$ and $\delta$ phases
Ti	moderate	very large	TiC	Al improves oxidation resistance
Al	moderate	very large		
Fe		$\gamma' \rightarrow \beta, \eta, \gamma''$ or $\delta$		decreases oxidation resistance; promotes TCP phases $\sigma$ , Laves
Co	slight	moderate in some alloys		raises solidus; may raise or lower solvus
Re	moderate			retards coarsening; increases misfit
C	moderate		carbides	
B, Zr	moderate			inhibit carbide coarsening; improve grain boundary strength; improve creep strength and ductility

**Εικόνα 1 - Επίδραση Κραματικών Προσθηκών**

Μία από τις σημαντικότερες εφαρμογές των υπερκρυσταλλικών Ni αποτελούν τα περυσία των στροβιλομηχανών. Για τη συγκεκριμένη εφαρμογή αποδείχθηκε ότι τα όρια των κόκκων αποτελούν αδύναμο σημείο, με τις μηχανικές ιδιότητες των περυσίων να αυξάνονται σημαντικά όταν αποτελούν προϊόν κατευθυνόμενης στερεοποίησης, με τους κόκκους να αναπτύσσονται παράλληλα με τον άξονα του περυσίου. Επόμενο βήμα ήταν η εξάλειψη των ορίων, με το περυσίο να αποτελείται πλέον, από ένα μόνο κρύσταλλο. Παράλληλα, στα μονοκρυσταλλικά αυτά κράματα, στοιχεία τα οποία προκαλούσαν σκλήρωση των ορίων των κόκκων, όπως τα C, B, και Zr αφαιρέθηκαν, με αποτέλεσμα τη μείωση του διαφορισμού και την αύξηση τόσο της αντοχής σε κόπωση, αλλά και της θερμοκρασίας solidus. Ειδικά στα μονοκρυσταλλικά κράματα, το κλάσμα όγκου της φάσης  $\gamma'$  μπορεί να φτάσει μέχρι και το 70-80% [1], [3], [4]. Στις Εικόνα 2 και Εικόνα 3 φαίνεται η εξέλιξη της θερμοκρασίας λειτουργίας και της μικροδομής των υπερκρυσταλλικών από το 1940 και μετά, αντίστοιχα.



Εικόνα 2 - Εξέλιξη της Θερμοκρασίας Λειτουργίας των Υπεκραμάτων Ni



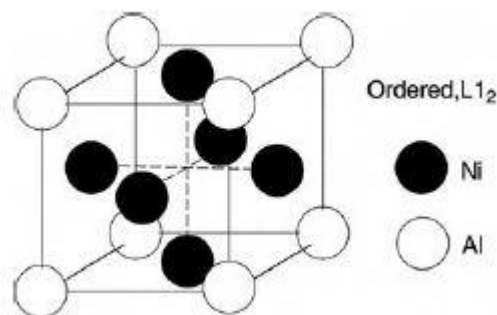
Εικόνα 3 - Εξέλιξη της Μικροδομής των Υπεκραμάτων Ni

## 2.2 Η φάση γ'

Όπως έχει ήδη αναφερθεί, η φάση γ' είναι μια ενδομεταλλική ένωση, η οποία αποτελείται κυρίως από Ni, Al και Ti. Η δομή της γ' προσδιορίστηκε πλήρως για πρώτη φορά το 1957 από τους Betteridge και Franklin [7], ενώ σήμερα είναι αποδεκτό ότι η τυπική της σύσταση είναι Ni<sub>3</sub>(Al, Ti). Εκτός από τα παραπάνω στοιχεία, στη φάση μπορούν να συμμετάσχουν και στοιχεία όπως τα Nb και Ta στη θέση των Al και Ti, ενώ το Ni μπορεί να αντικατασταθεί από Co, διαμορφώνοντας το στοιχειομετρικό τύπο (Ni, Co)<sub>3</sub>(Al, Ti, Nb, Ta) [3], [8].

Η φάση γ' κρυσταλλώνεται στο L1<sub>2</sub> διατεταγμένο εδροκεντρωμένο σύστημα (ordered FCC), που στην απλούστερη

μορφή της αποτελείται από άτομα Ni κορυφές και άτομα Al στο κέντρο των εδρών [4], [9], όπως φαίνεται στην Εικόνα 5. Η μορφολογία της φάσης γ' έχει μελετηθεί εκτενώς και σήμερα θεωρείται δεδομένο ότι η φάση εμφανίζεται σε διάφορες μορφές. Πιο συγκεκριμένα, στη βιβλιογραφία



Εικόνα 5 - Η διατεταγμένη δομή L1<sub>2</sub> της φάσης γ'

αναφέρεται ότι η φάση γ' μπορεί να έχει

κυβική, σφαιρική, πλακοειδή ή ακόμα και δενδριτική μορφολογία, ενώ κριτήριο για το σχηματισμό τους αποτελούν οι ελαστικές τάσεις που προκαλούνται από την αναντιστοιχία πλέγματος της φάσης με τη μήτρα γ [10] και ο ρυθμός απόψυξης [4],

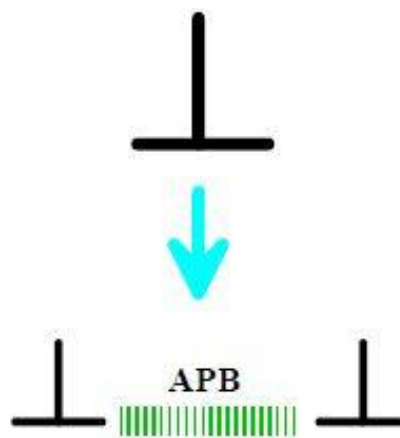
[9], [11], με τον Singh να αναφέρει ότι ο ρυθμός απόψυξης επηρεάζει και τη σύσταση της φάσης. Επίσης, ο Grosdidier αναφέρει ότι σχήμα των κατακρημνισμάτων εξαρτάται από το μέγεθος τους, αλλά και από το κλάσμα ογκου τους [10]. Οι Hagel και Beattie αναφέρουν ότι για αναντιστοιχία πλέγματος της φάσης γ' με τη μήτρα γ μεταξύ 0 και ±0,2% η φάση γ' έχει σφαιρικό σχήμα, μεταξύ ±0,5% και ±1% έχει κυβικό,



Εικόνα 4 - Φάση γ' κυβικής μορφολογίας

ενώ για αναντιστοιχία πλέγματος πάνω από  $\pm 1,25\%$  παίρνει πλακοειδές σχήμα [3]–[5]. Ο Karunaratne αναφέρει ότι ο παράγοντας που ελέγχει την αναντιστοιχία πλέγματος της φάσης  $\gamma'$  με τη μήτρα  $\gamma$  είναι η αναλογία Al/Ti του κάθε κράματος [7]. Στα εμπορικά κράματα, η  $\gamma'$  εμφανίζεται συνήθως σε κυβική μορφή, με μήκος ακμής 300-500nm [12]. Οι Khan et al αναφέρουν ότι η κυβική δομή εμφανίζει υψηλότερη αντοχή σε ερπυσμό, σε σχέση με την σφαιρική μορφολογία λόγω της μείωσης της κινητικής της αναρρίχησης των διαταραχών [13].

Η  $\gamma'$  φάση παρεμποδίζει τη μετακίνηση των διαταραχών και ως είναι συνεκτική με τη μήτρα. Αυτό συμβαίνει διότι διαθέτει μια ισχυρά διατεταγμένη δομή. Η κίνηση μιας διαταραχής με διάνυσμα burger  $1/2 \langle 110 \rangle$  στο επίπεδο (111) θα καταστρέψει την διατεταγμένη δομή θα φέρει τα άτομα Ni στη θέση των ατόμων Al και αντίστροφα δημιουργώντας ένα τοίχωμα αντίφασης (antiphase boundary). Σε περίπτωση που η ολίσθηση γίνει στο (100) επίπεδο, αλλάζει και πάλι η θέση των ατόμων, αλλά η ενέργεια του τοιχώματος αντίφασης είναι χαμηλότερη. Το πέρασμα μιας δεύτερης τέτοιας διαταραχής από το κατακρήμνισμα επαναφέρει τη δομή στην αρχική διατεταγμένη μορφή της και στις δύο περιπτώσεις. Επομένως, απαιτείται η ολίσθηση ζεύγους  $1/2 \langle 110 \rangle$  (superpartial) διαταραχών, συνοδευόμενων από ένα τοίχωμα αντίφασης για τη διάτμηση των κατακρημνισμάτων  $\gamma'$  με την υπερδιαταραχή (superdislocation) που προκύπτει να έχει διάνυσμα Burgers  $\langle 110 \rangle$  [3], [14], [15]. Ο μηχανισμός απεικονίζεται σχηματικά στην Εικόνα 6.

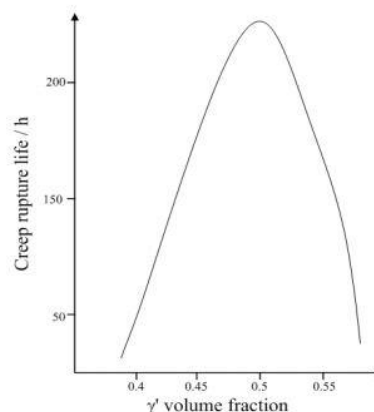


Εικόνα 6 - Υπερδιαταραχή αποτελούμενη από δύο superpartial διαταραχές και ένα APB

Η κατακρήμνιση της φάσης είναι συνεχής, με τα κλασικά στάδια της φύτρωσης, της πάχυνσης και τέλος της κατευθυνόμενης πάχυνσης (nucleation – coarsening – rafting), ενώ εξαιτίας του μικρού βαθμού αναντιστοιχίας πλέγματος με τη μήτρα, το κατακρήμνισμα είναι συνεκτικό με τη μήτρα και η ενέργεια φύτρωσης του είναι μικρή [1], [4]. Η φύτρωση των κατακρημνισμάτων γίνεται σε τυχαία σημεία του κόκκου, ενώ δευτερογενής κατακρήμνιση μπορεί να εμφανιστεί σε κανάλια διάχυσης της μήτρας [10]. Η φάση  $\gamma'$  εμφανίζει τις παρακάτω σχέσεις προσανατολισμού με τη



μήτρα:  $\{100\}$   $\gamma// (100)$   $\gamma'$  και  $\langle 100 \rangle$   $\gamma// \langle 100 \rangle$   $\gamma'$  [16]. Το κλάσμα όγκου της φάσης  $\gamma'$  επηρεάζει άμεσα την αντοχή σε ερπυσμό, όπως φαίνεται στην Εικόνα 7, με το κλάσμα όγκου να φτάνει και το 80% στα υπερκράματα Ni τρίτης γενιάς [1]. Παράλληλα, έχει παρατηρηθεί ότι βελτίωση της αντοχής σε ερπυσμό προκαλείται και από την κατακρήμνιση ενός φιλμ  $\gamma'$  στα όρια των κόκκων ή γύρω από καρβίδια τύπου  $M_{23}C_6$  ή MC [5], ενώ οι Caron et al αναφέρουν ότι αν ο μηχανισμός που ελέγχει την παραμόρφωση είναι μόνο η αναρρίχηση των διαταραχών, η εμφάνιση rafts  $\gamma'$  οδηγεί, επίσης, σε υψηλότερη αντοχή σε ερπυσμό [13].



**Εικόνα 7 - Σχέση Κλάσματος Όγκου της φάσης  $\gamma'$  και αντοχής σε ερπυσμό**

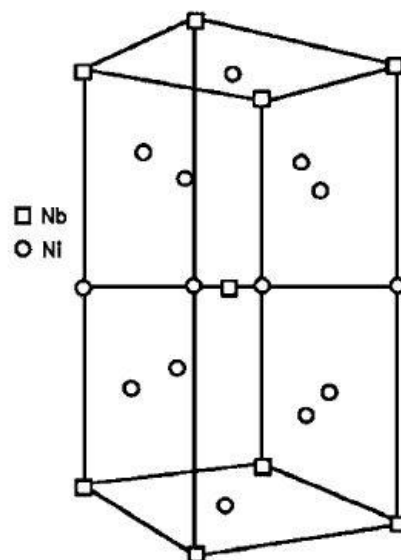
Αντίθετα, εκτεταμένη παραμονή σε θερμοκρασία υψηλότερη από το 60% της θερμοκρασίας τήξης οδηγεί σε πάχυνση της φάσης  $\gamma'$ , αποτέλεσμα τη μείωση της αντοχής σε ερπυσμό. Αξίζει να σημειωθεί ότι ο ρυθμός πάχυνσης αυξάνεται με την αύξηση της αναλογίας Ti/Al, αλλά μειώνεται σε μεγάλο βαθμό με την προσθήκη στοιχείων όπως τα Co, Mo και W και κυρίως Nb και Ta, που έχουν χαμηλό συντελεστή διαχυσιμότητας στο Ni. [3], [4]. Επίσης, μείωση του ρυθμού πάχυνσης παρατηρείται και με την αύξηση του κλάσματος όγκου της φάσης  $\gamma'$  [2], [3].

### 2.3 Η φάση $\gamma''$

Η φάση  $\gamma''$ , όπως και η  $\gamma'$ , είναι μια ενδομεταλλική φάση, η οποία προκαλεί σκλήρωση των υπερκρυστάλλων. Η επίδραση της στη σκλήρωση των κρυστάλλων είναι μεγαλύτερη από αυτή της  $\gamma'$ , όμως είναι μετασταθής και σε θερμοκρασίες ανώτερες των 650°C αρχίζει να μετασχηματίζεται, με αποτέλεσμα την πτώση των μηχανικών ιδιοτήτων. Αυτός είναι και ο λόγος που η θερμοκρασία των 650°C αποτελεί το ανώτατο λειτουργικό όριο των υπερκρυστάλλων στο οποία η σκλήρωση γίνεται μέσω της κατακρήμνισης της φάσης  $\gamma''$ .

Η φάση  $\gamma''$  εμφανίζεται σε κράματα που περιέχουν κατ'ελάχιστο 4% Nb και συνήθως χαρακτηρίζεται με τον τύπο  $Ni_3Nb$ , αν και στη φάση συμμετέχουν και στοιχεία όπως τα Ti, Al και Ta στη θέση του Nb και το Co στη θέση του Ni, με αποτέλεσμα ο τύπος  $(Ni, Co)_3(Nb, Al, Ti, Ta)$  την περιγράφει με μεγαλύτερη

ακρίβεια. Η φάση  $\gamma''$  κρυσταλλώνεται στο διατεταγμένο χωροκεντρωμένο τετραγωνικό (ordered BCT) σύστημα  $DO_{22}$ . Η κατανομή των ατόμων στη μοναδιαία κυψελίδα του  $DO_{22}$  συστήματος, η οποία φαίνεται στην Εικόνα 8, μοιάζει, σε μεγάλο βαθμό, με αυτή της μοναδιαίας κυψελίδα του  $L1_2$  συστήματος. Στην πράξη η παράμετρος πλέγματος  $a$  της φάσης  $\gamma''$  διαφέρει ελάχιστα από αυτή της φάσης  $\gamma'$ , ενώ η παράμετρος  $c$  είναι σχεδόν διπλάσια. Ουσιαστικά, η κυψελίδα της  $DO_{22}$  μπορεί να χαρακτηριστεί ως 2 κυψελίδες  $L1_2$ , η μία δίπλα στην άλλη παράλληλα προς τη διεύθυνση  $[001]$ . [1], [3], [4], [8]



Εικόνα 8 - Η διατεταγμένη δομή  $DO_{22}$  της φάσης  $\gamma''$

Από άποψη μορφολογίας, η φάση  $\gamma''$  συναντάται κυρίως σε μορφή δίσκου με πάχος 10nm και διάμετρο περίπου 50nm [4]. Για συγκεκριμένη αναλογία (Al + Ti)/Nb και με ειδική κατεργασία, μπορεί να προκύψει μία μορφολογία που στη βιβλιογραφία αναφέρεται ως «συμπαγής» (compact morphology) και αποτελείται από κυβικής μορφής  $\gamma'$  που καλύπτεται από ένα «κέλυφος»  $\gamma''$ , όπως φαίνεται στην Εικόνα 10. Η συγκεκριμένη μορφολογία εμφανίζει ιδιαίτερα μικρό ρυθμό πάχυνσης και είναι εξαιρετικά σταθερή σε θερμοκρασίες μέχρι και 750°C [1], [17]. Επίσης, χαρακτηρίζεται από μεγαλύτερο συντελεστή ενδοτράχυνσης σε θερμοκρασίες μέχρι 700°C [17].



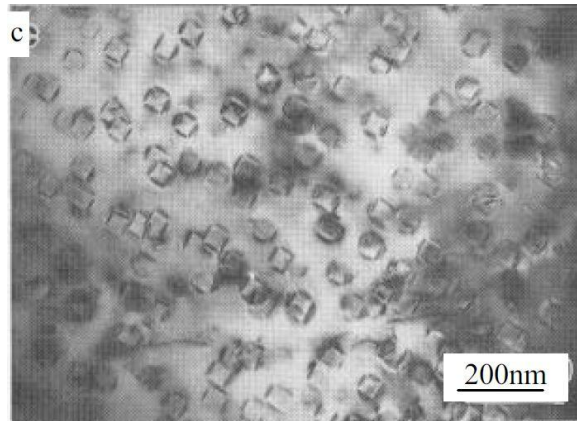
Εικόνα 9 - Δισκοειδής φάση  $\gamma''$  και σφαιρική  $\gamma'$  σε Inconel 718 μετά από παραμονή στους 750°C για 100h

Η φύτρωση της φάσης στη μήτρα είναι ομογενής, ενώ το κατακρήμνισμα είναι συνεκτικό με την ωστενιτική μήτρα και εμφανίζει τις ακόλουθες σχέσεις

προσανατολισμού με τη μήτρα:  $\{100\}$

$\gamma// (001) \gamma''$  και  $\langle 100 \rangle \gamma// [001] \gamma''$ .

Είναι φανερό ότι υπάρχουν τρεις παραλλαγές της φάσης, με την ανάπτυξη των δίσκων να γίνεται κατά μήκος των επιπέδων (010), (001) και (100) και τον τετραγωνικό άξονα του δίσκου να είναι κάθετος στα επίπεδα [010], [001] και [100] αντίστοιχα.



Εικόνα 10 - Compact μορφολογία

Εκτός από τους κόκκους της φάσης  $\gamma$ ,

κατακρήμνιση παρατηρείται και σε εξωγενή σφάλματα συσσώρευσης, αλλά και στα όρια των κόκκων. Μάλιστα, η κατακρήμνιση στα όρια των κόκκων αποδίδεται στην τάση του Nb να διαφορίζεται σε αυτά και να προωθεί την φύτρωση της φάσης  $\gamma''$  και όχι στην προτιμητέα φύτρωση της φάσης σε όρια κόκκων, με τους Oblar και Durall να αναφέρουν ότι φύτρωση στα όρια των κόκκων γίνεται παράλληλα στο επίπεδο που χαρακτηρίζει το όριο και δεν παρουσιάζει καμία σχέση συναρμογής με γειτονικούς κόκκους. [4], [16], [18]–[20].

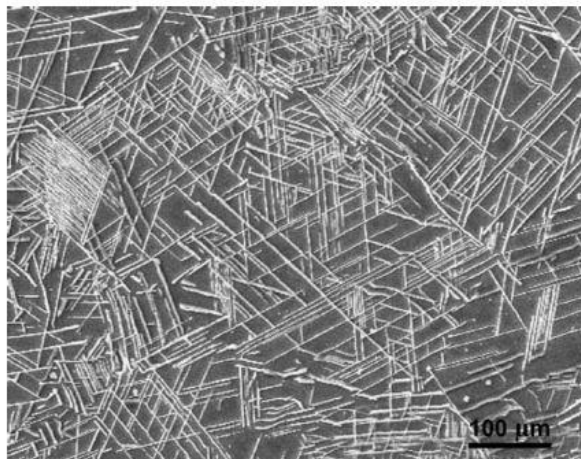
Ο βαθμός της σκλήρωσης που επιτυγχάνεται από τη φάση  $\gamma''$  απόδίδεται σε μεγάλο βαθμό στα τασικά πεδία συνέχειας μεταξύ των κρυστάλλων της φάσης και της μήτρας  $\gamma$  και στη διάταξη των ατόμων της φάσης [21]. Στα τασικά πεδία οφείλεται και η αργή κινητική της φάσης  $\gamma''$  που σχετίζεται με την καλή συγκολλησιμότητα κραμάτων όπως το Inconel 718, αλλά και η τάση πάχυνσης της σε θερμοκρασίες άνω των 650°C [3].

## 2.4 Η φάση $\delta$

Η φάση  $\delta$  έχει τον ίδιο στοιχειομετρικό τύπο με τη φάση  $\gamma''$ ,  $Ni_3Nb$ , όμως σε αντίθεση με τη φάση  $\gamma''$ , κρυσταλλώνεται στο ορθορομβικό σύστημα. Η φάση  $\delta$  ουσιαστικά αποτελεί τη θερμοδυναμικά σταθερή μορφή της φάσης  $\gamma''$ . Η εμφάνιση της σε κράματα που η σκλήρωση επιτυγχάνεται μέσω κατακρήμνισης της  $\gamma''$  συνήθως συνδέεται με φαινόμενα υπεργήρανσης και έχει αρνητικές επιπτώσεις στις μηχανικές ιδιότητες. Η θερμοκρασία solvus της υπολογίζεται κοντά στους 1000°C, ενώ η φάση είναι μη συνεκτική με τη μήτρα  $\gamma$  και δε συμβάλλει στη σκλήρωση της.

Η φάση δ σχηματίζεται στο θερμοκρασιακό εύρος μεταξύ 650-980°C σε πλακοειδή μορφολογία, με την κατακρήμνιση να είναι εξαιρετικά αργή μέχρι τους 700°C. Μέχρι τους 700°C σημειώνεται προτιμητέα φύτρωση της φάσης δ στα καρβίδια τύπου MC και ανάπτυξη της εις βάρος της γ'.

Επίσης, έχει παρατηρηθεί ότι η ολίσθηση μίας διαταραχής από ένα κατακρήμνισμα αλλάζει την ακολουθία στοίβαξης του και δημιουργεί μία τοπική διαφορετική κρυσταλλική δομή, που επιταχύνει την υπεργήρανση. Με αυτό τον τρόπο, τα κατακρημνίσματα της γ' μπορούν να λειτουργήσουν ως πυρήνες φύτρωσης της φάσης δ. Αύξηση στο ρυθμό κατακρήμνισης της δ, σε συνδυασμό



**Εικόνα 11 - Φάση δ σε κράμα Inconel 718 μετά από παραμονή στους 950°C για 50h**

με ταχύτατη πάχυνση της γ' παρατηρείται μεταξύ 700°C και 885°C, θερμοκρασία διαλυτοποίησης της γ'. Σε θερμοκρασίες 840-950°C εμφανίζεται ο μέγιστος ρυθμός κατακρήμνισης, με τη μορφολογία, πλέον, να είναι μορφής Widmanstätten [2]–[4], [20].

Βιβλιογραφικά έχει παρατηρηθεί διάσπαση της φάσης δ σε ασυνεχή σφαιρικά κατακρημνίσματα [8], ενώ έχουν παρατηρηθεί και κυτταροειδείς μορφολογίες σε πειραματικά κράματα με μεγάλα ποσοστά Nb.

Ο σχηματισμός μεγάλου κλάσματος όγκου της φάσης δ, εξαιτίας των λειτουργικών συνθηκών οδηγεί σε μεγάλη πτώση των μηχανικών ιδιοτήτων. Αντίθετα, μικρό κλάσμα όγκου της φάσης σε διασπορά στα όρια των κόκκων έχει ευεργετικές επιδράσεις στην εφελκυστική αντοχή και στην αντοχή σε κόπωση, αφού συμβάλλει στον έλεγχο του μεγέθους των κόκκων, αποτρέποντας τη μεγέθυνση τους [3], [4]. Παρ'όλα αυτά, η θερμική κατεργασία που θα προκαλέσει την κατακρήμνιση της φάσης δ θα πρέπει να είναι απόλυτα ελεγχόμενη, αφού οποιαδήποτε ανομοιομορφία στην διασπορά της θα οδηγήσει σε ανομοιόμορφο μέγεθος κόκκων [22]. Μία λύση σε αυτό το πρόβλημα προτείνουν οι Kuo et al, οι οποίοι αναφέρουν ότι όσο μεγαλύτερη είναι η διάρκεια της θερμικής κατεργασίας, τόσο πιο ομοιόμορφη είναι η διασπορά της φάσης δ στα όρια των κόκκων [23].

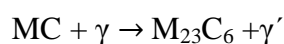
## 2.5 Άλλες φάσεις

### 2.5.1 Καρβίδια

Ο σχηματισμός καρβιδίων στα υπερκράματα Ni επιδιώκεται λόγω της βελτίωσης των μηχανικών ιδιοτήτων που προκαλούν. Πιο συγκεκριμένα, η κατακρήμνιση καρβιδίων στα όρια των κόκκων συμβάλλει στον έλεγχο του μεγέθους των κόκκων και οδηγεί σε σκλήρωση μέσω της παρεμπόδισης της κίνησης των διαταραχών, ενώ σκλήρωση προκαλεί και η ομοιόμορφη διασπορά τους στη μήτρα. Επίσης, συχνά γίνονται προσθήκες άνθρακα με σκοπό τη δέσμευση, μέσω του σχηματισμού καρβιδίων, στοιχείων που προωθούν επιβλαβείς φάσεις. Η ύπαρξη καρβιδίων μπορεί να έχει και αρνητικές επιπτώσεις, ιδιαίτερα στην ολκιμότητα των κραμάτων [3]–[5].

Όπως έχει ήδη αναφερθεί, τα πιο συνηθισμένα καρβίδια στα υπερκράματα Ni είναι τα MC, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> και M<sub>6</sub>C. Το καρβίδιο MC είναι το πιο σταθερό καρβίδιο, από άποψη θερμοδυναμικής και κατακρημνίζεται είτε ενδοκρυσταλλικά είτε περικρυσταλλικά, κατευθείαν από το τήγμα ή σε υψηλές θερμοκρασίες κατά τη στερεοποίηση. Κρυσταλλώνεται στο FCC σύστημα και είναι πλούσιο σε Hf, Ta, Nb και Ti, στοιχεία που αποτελούν ισχυρά καρβιδιογόνα, ενώ εμφανίζει σφαιρική, κυβική ή χονδρομερή μορφολογία [3]–[5], [8]. Το καρβίδιο συχνά διασπάται, ιδιαίτερα μετά από έκθεση στη θερμοκρασία λειτουργίας του κράματος για μεγάλο χρονικό διάστημα και λειτουργεί σαν πηγή άνθρακα. Η διάσπαση διευκολύνεται όταν στο καρβίδιο συμμετέχουν λιγότερο δραστικά στοιχεία, όπως τα Mo και W, αν και η επίδραση τους μειώνεται με προσθήκη Nb και Ta [3], [4].

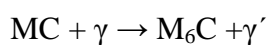
Από τη διάσπαση του καρβιδίου MC συνήθως προκύπτει το καρβίδιο M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, σύμφωνα με την αντίδραση:



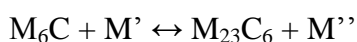
Η αντίδραση λαμβάνει χώρα στο θερμοκρασιακό εύρος 750-980°C, ειδικά στα κράματα με υψηλά ποσοστά Cr. Το καρβίδιο εμφανίζει μία περίπλοκη κυβική δομή και λόγω της δέσμευσης του Cr που προκαλεί, μειώνει την αντίσταση των κραμάτων στη διάβρωση. Η κατακρήμνιση του συχνά συνδέεται με παρουσία της TCP φάσης σ, ενώ συνήθως κατακρημνίζεται σε όρια κόκκων και διδυμιών και σε σφάλματα συσσώρευσης [3]. Υπάρχουν αναφορές ότι η ανάπτυξη του καρβιδίου σε σφάλματα συσσώρευσης προέρχεται από φύτρωση σε μερικές διαταραχές τύπου Shockley

[8]. Από άποψη μορφολογίας, το καρβίδιο  $M_{23}C_6$  εμφανίζεται με τη μορφή πλακιδίων και φιλμ στα όρια των κόκκων ή ως ανομοιόμορφα και χονδρομερή κατακρημνίσματα [3], [5], [24]. Μπορεί να εμφανιστεί και σε κυταρροειδή μορφολογία, με ιδιαίτερα αρνητικές επιπτώσεις στην ολκιμότητα. Ο ρυθμός ανάπτυξης του καρβιδίου  $M_{23}C_6$  στα όρια των κόκκων μειώνεται υπό την παρουσία φάσης  $\gamma'$  [3]. Αξίζει να αναφερθεί ότι το καρβίδιο  $M_{23}C_6$  έχει παρατηρηθεί ακόμα και σε μονοκρυσταλλικά υπερκράματα, τα οποία περιέχουν πολύ μικρά ποσοστά C [1].

Τέλος, το καρβίδιο  $M_6C$  σχηματίζεται και αυτό από τη διάσπαση του MC, με βάση την αντίδραση:

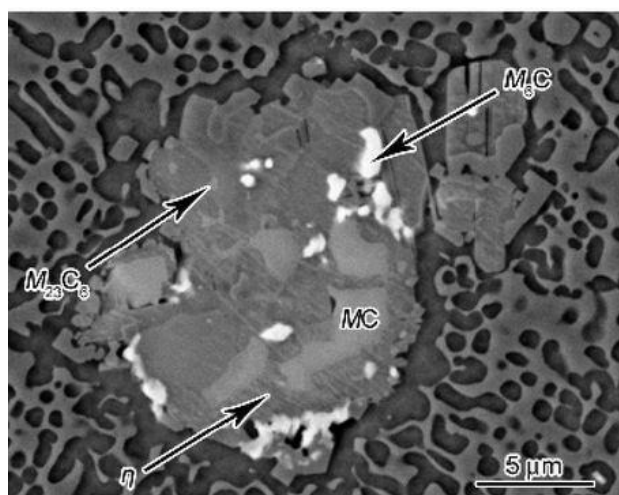


Το καρβίδιο  $M_6C$ , επίσης εμφανίζει μία περίπλοκη κυβική δομή και κατακρημνίζεται σε υψηλότερο θερμοκρασιακό εύρος από το  $M_{23}C_6$  και συγκεκριμένα μεταξύ των 810 – 980°C. Η σχηματισμός του ευνοείται από την παρουσία κραματικών στοιχείων με μεγάλο ατομικό βάρος, όπως τα Mo, Ta και W, ενώ υπακούει στον τύπο  $(Fe, Co, Ni)_3(W, Mo, Ta)_3C$  (βιβλιογραφικά αναφέρεται και ως καρβίδιο n) [1], [3]. Μπορεί να κατακρημνιστεί με τη μορφή ανεξάρτητων, χονδρομερών κατακρημνισμάτων στα όρια των κόκκων ή σπανιότερα ενδοκρυσταλλικά σε μία μορφή Widmanstätten. Ο συνδυασμός συνεχούς φιλμ  $M_{23}C_6$  και  $M_6C$  μορφολογίας Widmanstätten προκαλεί πτώση της ολκιμότητας και της αντοχής σε ερπυσμό [5], [8]. Αξίζει να αναφερθεί, ότι τα δύο αυτά καρβίδια αλληλεπιδρούν και το ένα μπορεί να μετασχηματιστεί στο άλλο, ακολουθώντας τη αντίδραση:



Κατακρήμνιση του καρβιδίου  $M_6C$  έχει εμφανιστεί και στη διεπιφάνεια των φάσεων  $\gamma$  και  $\gamma'$ , ενώ είναι πλήρως συνεκτικό και με τις δύο φάσεις [1].

Το καρβίδιο  $M_6C$  είναι θερμοδυναμικά σταθερό σε υψηλότερες θερμοκρασίες από το  $M_{23}C_6$ , με αποτέλεσμα να προτιμάται ο σχηματισμός του όταν απαιτείται έλεγχος του μεγέθους κόκκου του κράματος [3], [5].



Εικόνα 12 - Σχηματισμός των καρβιδίων  $M_6C$  και  $M_{23}C_6$  από το καρβίδιο  $MC$

### 2.5.2 Φάσεις TCP

Ως Topologically Close-Packed (TCP) φάσεις αναφέρονται κάποιες ενδομεταλλικές φάσεις οι οποίες κατακρημνίζονται όταν στο κράμα υπάρχει μεγάλο ποσοστό από Cr, Mo και Re. Οι φάσεις αυτές εμφανίζουν τα εξής κοινά χαρακτηριστικά:

- ομοιόμορφη και μεγάλη πυκνότητα στοιβαξης των ατόμων που τις σχηματίζουν
- ένα δεσμό, που είναι, σε ένα βαθμό, μη μεταλλικός
- περίπλοκες κρυσταλλικές δομές

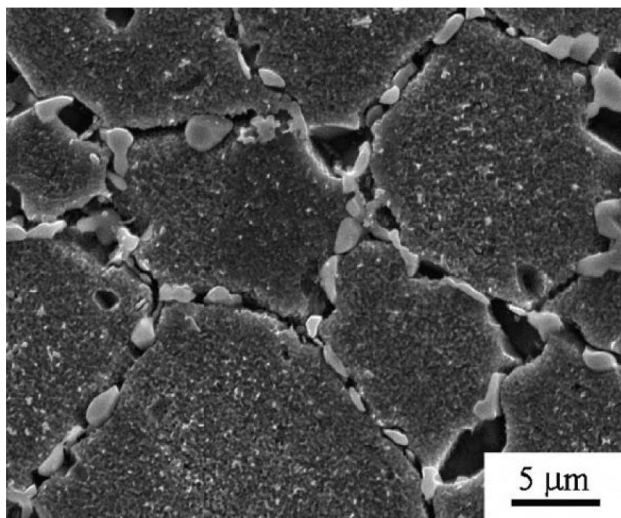
Με τη βοήθεια τεχνικών ηλεκτρονικής μικροσκοπίας έχει παρατηρηθεί ότι συχνά οι διεπιφάνειες μεταξύ των TCP φάσεων και της μήτρας ακολουθούν συγκεκριμένες σχέσεις προσανατολισμού.

Οι TCP φάσεις μπορούν να χαρακτηριστούν από τον γενικό τύπο  $A_xB_y$ , με τα στοιχεία A και B να είναι στοιχεία μετάπτωσης και πιο συγκεκριμένα, τα στοιχεία της κατηγορίας A να βρίσκονται αριστερά από τα στοιχεία της VIIB στήλης του περιοδικού πίνακα και τα στοιχεία της κατηγορίας B, δεξιά [1], [4]. Για το σχηματισμό τους απαιτείται έκθεση, υπό την επίδραση τάσεων, για μεγάλο χρονικό διάστημα σε υψηλή θερμοκρασία, συνθήκες που, συχνά, χαρακτηρίζουν το περιβάλλον λειτουργίας των υπεκραμάτων.

Στα υπερκράματα Ni συνήθως εντοπίζονται οι TCP φάσεις  $\sigma$ ,  $\mu$  και Laves, με τα κράματα που περιέχουν Fe να είναι περισσότερο επιρρεπή στο σχηματισμό τους.

Συνήθως εμφανίζουν επιμήκη πλακοειδή ή βελονοειδή μορφολογία και κατακρημνίζονται στις διεπιφάνειες καρβιδίων και ορίων κόκκων, με αρνητικές επιπτώσεις στις μηχανικές ιδιότητες και κυρίως στην αντοχή σε ερπυσμό [3], [8], [24].

Η φάση  $\sigma$  κρυσταλλώνεται στο χωροκεντρωμένο τετραγωνικό σύστημα, με τη μοναδιαία κυψελίδα της να περιέχει μέχρι 30 άτομα. και υπακούει στο γενικό τύπο  $(Cr,Mo)_x(Ni,Co)_y$ . Λόγω της σκληρότητας της αποτελεί σημείο έναρξης αλλά και διάδοσης των ρηγματώσεων, επομένως προκαλεί έντονη ψαθυροποίηση του κράματος, όπως και στους ανοξειδωτους χάλυβες. Επίσης, αποκραματώνει τη μήτρα από στοιχεία που δημιουργούν συμβάλλουν στη σκλήρωση μέσω δημιουργίας στερεού διαλύματος [3], [8].



Εικόνα 13 - Φάση  $\sigma$  στα όρια των κόκκων μετά από παραμονή στους 750°C για 1000h

Η φάση  $\mu$  κρυσταλλώνεται σε ρομβοεδρικό σύστημα, με την μοναδιαία κυψελίδα της να περιέχει μέχρι 13 άτομα. Η σύσταση της είναι παρόμοια με αυτή της  $\sigma$ , όμως το Co και το Mo συμμετέχουν σε μεγαλύτερο βαθμό, ενώ ο Fe τείνει να τη σταθεροποιήσει. Συνήθως κατακρημνίζεται σε πλακοειδή μορφή, στα όρια των κόκκων και προκαλεί ψαθυροποίηση, όπως η φάση  $\sigma$ .

Ενδιαφέρον παρουσιάζει το γεγονός ότι οι φάσεις  $\sigma$  και  $\mu$  εμφανίζουν παρόμοια δομή με τα καρβίδια  $M_{23}C_6$  και  $M_6C$ , αντίστοιχα. Πιο συγκεκριμένα, αν αφαιρεθούν τα άτομα C από τις κυψελίδες των καρβιδίων, με μία μικρή αλλαγή στις αποστάσεις μεταξύ των ατόμων προκύπτουν οι κυψελίδες των TCP φάσεων. Σε υπερκράματα όπου εμφανίζεται το καρβίδιο  $M_6C$ , μεγάλες κραματικές προσθήκες Mo και Co, είναι πιθανό να οδηγήσουν στο σχηματισμό της φάσης  $\mu$ , χωρίς να εμφανιστεί φάση  $\sigma$  [3].



Τέλος, η φάση Laves εμφανίζει εξαγωνική δομή και υπακούει στον γενικό τύπο  $A_2B$ , με το B να αντιπροσωπεύει στοιχεία με μεγάλο ατομικό βάρος, όπως τα Nb, Mo και Ti, ενώ το A αντιπροσωπεύει στοιχεία όπως τα Fe, Ni, Cr. Κατακρημνίζεται με τη μορφή επιμήκων εναλλασσόμενων πλακιδίων στα όρια των κόκκων, ενώ η δομή της δεν παραπέμπει σε κάποιο καρβίδιο, όπως συμβαίνει με τις φάσεις σ και μ. Η παρουσία της συνδέεται με πτώση της ολκιμότητας και της αντοχής σε ερπυσμό [3], [8].

Η κατακρήμνιση των TCP φάσεων εξαρτάται σε μεγάλο βαθμό από τις κραματικές προσθήκες που υπάρχουν στο κάθε σύστημα, με στοιχεία όπως τα Nb, Ti και Si να προωθούν το σχηματισμό τους, ενώ προσθήκες B και Zr τείνουν να τις περιορίσουν [2], [3]. Επίσης, η μείωση του ποσοστού του Fe ή η αντικατάσταση του από Co οδηγεί σε μείωση ή και εξάλειψη της φάσης Laves, ενώ παρόμοια αποτελέσματα μπορεί να δώσει και η μείωση του ποσοστού του Cr [25].

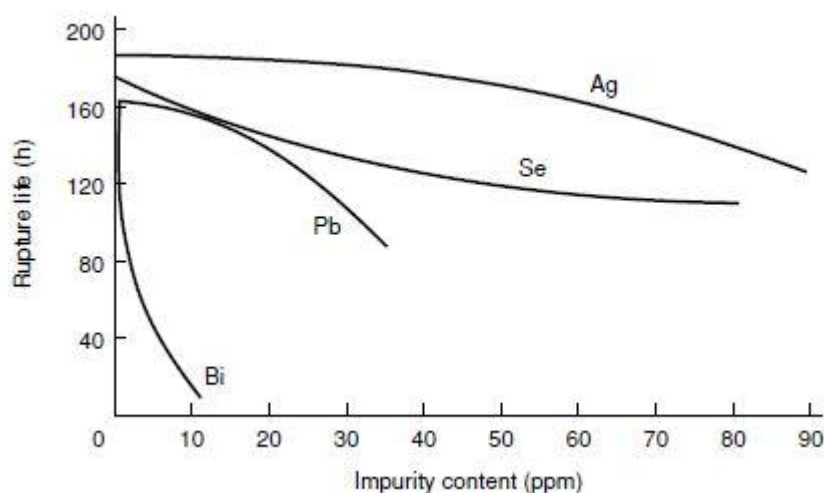
### 3 TO INCONEL 718

Το Inconel 718 αναφέρεται στη βιβλιογραφία είτε σαν υπερκράμα Ni ή σαν υπερκράμα Ni-Fe, ενώ αποτελεί ένα από τα πιο «δημοφιλή» υπερκράματα, με τις General Electric και Pratt & Whitney, δύο από τους μεγαλύτερους κατασκευαστές στροβιλοκινητήρων παγκοσμίως, να το χαρακτηρίζουν ως το καταλληλότερο υλικό για εφαρμογές σε περιβάλλοντα θερμοκρασίας μέχρι 650°C. Υπολογίζεται ότι η ετήσια παραγωγή Inconel 718 καλύπτει σχεδόν το 50% της ετήσιας παραγωγής υπερκράματων. Η επιτυχία του Inconel 718 βασίζεται στις εξαιρετικές μηχανικές του ιδιότητες και την αντίσταση του στη διάβρωση, παράλληλα με την πολύ καλή κατεργασιμότητα και συγκολλησιμότητα του. Το Inconel 718 αναπτύχθηκε τη δεκαετία του 1950 από την INCO (International Nickel Company) και ήταν το πρώτο υπερκράμα που συνδυάζε τις παραπάνω ιδιότητες, με τα ήδη υπάρχοντα υπερκράματα να εμφανίζουν αστοχίες κατά τη συγκόλληση. Οι ιδιότητες αυτές αποδίδονται στην σκλήρωση του κράματος μέσω της κατακρήμνισης της ενδομεταλλικής φάσης  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ), λόγω της κραματικής προσθήκης του Nb, σε ποσότητα μεγαλύτερη από 4%.

Η συγκολλησιμότητα του Inconel 718 οφείλεται στην αργή κινητική κατακρήμνισης της φάσης, στο συγκεκριμένο μεταλλουργικό σύστημα, που επιτρέπει την ανακούφιση των παραμενουσών τάσεων που προκλήθηκαν από τη συγκόλληση κατά τη διάρκεια της θερμικής κατεργασίας γήρανσης [21]. Αυτή η ιδιότητα του Inconel 718 αποτέλεσε και το λόγο επιλογής του για την αντικατάσταση του Waspalloy, το οποίο εμφάνιζε ρηγματώσεις λόγω γήρανσης υπό τάση κατά τις συγκολλήσεις, στον κινητήρα J58 του SR-71 Blackbird, που ήταν και η πρώτη εφαρμογή του Inconel 718. Η εξέλιξη της τεχνολογίας τήξης και χύτευσης υπό κενό είχε ως αποτέλεσμα την ακρίβεια στον έλεγχο των προσμείξεων και της μικροδομής και έδωσε τη δυνατότητα βελτιστοποίησης των μηχανικών ιδιοτήτων, με αποτέλεσμα το κράμα, σήμερα, να βρίσκει εφαρμογή σε κάθε κινητήρα αεροσκάφους, αλλά και σε τμήματα του κινητήρα του Διαστημικού Λεωφορείου (Space Shuttle) της NASA. [26]–[28]

### 3.1 Παραγωγή Inconel 718

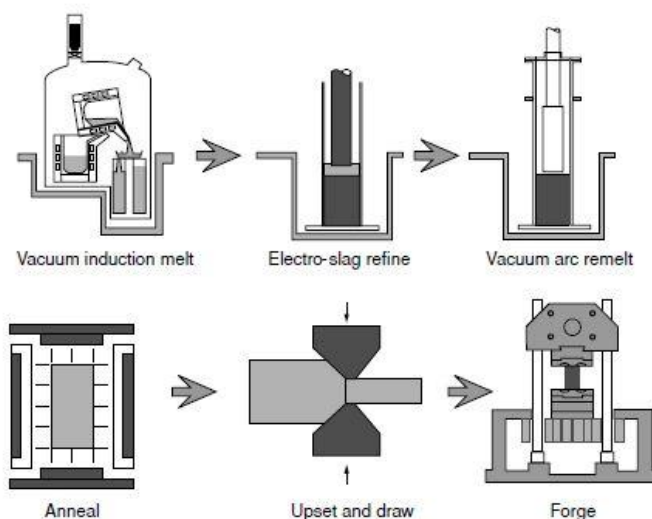
Λόγω των αυστηρών προδιαγραφών που υπάρχουν για τις μηχανικές ιδιότητες των υπερκραμάτων, απαιτείται αυστηρός έλεγχος της χημικής τους σύστασης και το Inconel 718 δεν αποτελεί εξαίρεση. Η εξέλιξη της τεχνολογίας των κατεργασιών υπό κενό είχε ως αποτέλεσμα τον έλεγχο των παραμενόντων στοιχείων και των εγκλεισμάτων, τα οποία υποβαθμίζουν σε μεγάλο βαθμό τις μηχανικές ιδιότητες. Στην Εικόνα 14 φαίνεται η επίδραση ορισμένων ακαθαρσιών στην αντοχή του Inconel 718 στον ερπυσμό.



Εικόνα 14 - Επίδραση ακαθαρσιών στην αντοχή σε ερπυσμό του Inconel 718 στους 650°C υπό τάση 690 MPa

Για την επίτευξη της υψηλής καθαρότητας, η παραγωγή του Inconel 718, όπως και της πλειοψηφίας των υπερκραμάτων,

περιλαμβάνει δύο ή και τρία στάδια τήξης. Η συνηθισμένη πρακτική είναι η τήξη με επαγωγή υπό κενό (Vacuum Induction Melting – VIM) σε πρώτο στάδιο και σε δεύτερο στάδιο η επανάτηξη μέσω τόξου



Εικόνα 15 - Παραγωγή δίσκου κινητήρα από Inconel 718

υπό κενό (Vacuum Arc Remelting – VAR), με την επανάτηξη σε σκωρία (Electroslag Remelting – ESR) να παρεμβάλλεται στα δύο στάδια όταν απαιτείται πολύ υψηλή καθαρότητα [1], [4], [5]. Η Εικόνα 15 δείχνει την ακολουθία των διεργασιών που απαιτούνται για την παραγωγή ενός δίσκου για κινητήρα αεροσκάφους από Inconel 718. Με αυτό τον τρόπο μπορούν να παραχθούν σφυρήλατα προϊόντα με διάμετρο που ξεπερνά τα 3,4μ και βάρος περίπου 9tn [29]. Ακολουθεί μία συνοπτική περιγραφή των παραπάνω διεργασιών.

### **3.1.1 Vacuum Induction Melting**

Η τήξη γίνεται σε ένα κεραμικό σκεύος, το οποίο περιβάλλεται από ένα χάλκινο πηνίο. Το σκεύος βρίσκεται υπό κενό κατά την τήξη, με το O και το N, τα οποία θα αντιδρούσαν με κραματικές προσθήκες όπως τα Al και Ti, να αντιδρούν με τον C και να απομακρύνονται, ενώ ακαθαρσίες με χαμηλό σημείο τήξης όπως ο Pb να εξατμίζονται. Αποθείωση μπορεί να γίνει με την προσθήκη CaO. Μετά το τέλος της διεργασίας το τήγμα χυτεύεται σε πλινθώματα, σε ατμόσφαιρα Ar. [3]–[5]

### **3.1.2 Vacuum Arc Remelting**

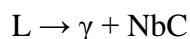
Σκοπός της διεργασίας είναι η βελτίωση της φυσικής και χημικής ομοιογένειας του πλινθώματος. Κατά τη διεργασία το πλινθώμα που έχει παραχθεί με τη μέθοδο VIM ή ESR συμπεριφέρεται ως ηλεκτρόδιο και τήκεται υπό κενό σε ένα υδρόψυκτο χάλκινο σκεύος. Η τήξη επιτυγχάνεται μέσω ηλεκτρικού τόξου που σχηματίζεται ανάμεσα στο ηλεκτρόδιο και το τηγμένο μέταλλο στο άνω μέρος του χυτού. Το τελικό προϊόν χαρακτηρίζεται από υψηλή καθαρότητα και καλύτερες ιδιότητες από αυτές του πλινθώματος της VIM. [3]–[5]

### **3.1.3 Electroslag Remelting**

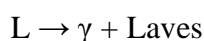
Η μέθοδος ESR αποτελεί το ενδιάμεσο στάδιο μεταξύ VIM και VAR όταν απαιτείται ακόμα μεγαλύτερη καθαρότητα στο τελικό προϊόν. Η μέθοδος έχει πολλές ομοιότητες με τη VAR, αφού το πλινθώμα λειτουργεί και εδώ ως ηλεκτρόδιο και τήκεται, όμως η διεργασία γίνεται παρουσία τηγμένης σκωρίας, σε ατμόσφαιρα αέρα ή Ar και όχι υπό κενό. Κατά την τήξη οι σταγόνες του τηγμένου μετάλλου διαπερνούν τη σκωρία, η σύσταση της οποίας είναι τέτοια ώστε να αντιδρά με τα ανεπιθύμητα στοιχεία και να τα αφαιρεί. Το τελικό προϊόν εμφανίζει μεγαλύτερη χημική ετερογένεια σε σχέση με το τελικό προϊόν της VAR, με αποτέλεσμα η ESR να προηγείται της VAR όταν γίνεται τριπλή τήξη του κράματος. [4], [5]

### 3.2 Στερεοποίηση

Η στερεοποίηση του Inconel 718 εμφανίζει τρία στάδια. Αρχικά, στερεοποιούνται δενδρίτες της μητρικής φάσης  $\gamma$  ( $L \rightarrow \gamma$ ), με το διαδενδριτικό τήγμα να εμπλουτίζεται σε Nb και C. Σε θερμοκρασία 1257°C λαμβάνει χώρα η ευτηκτική αντίδραση:



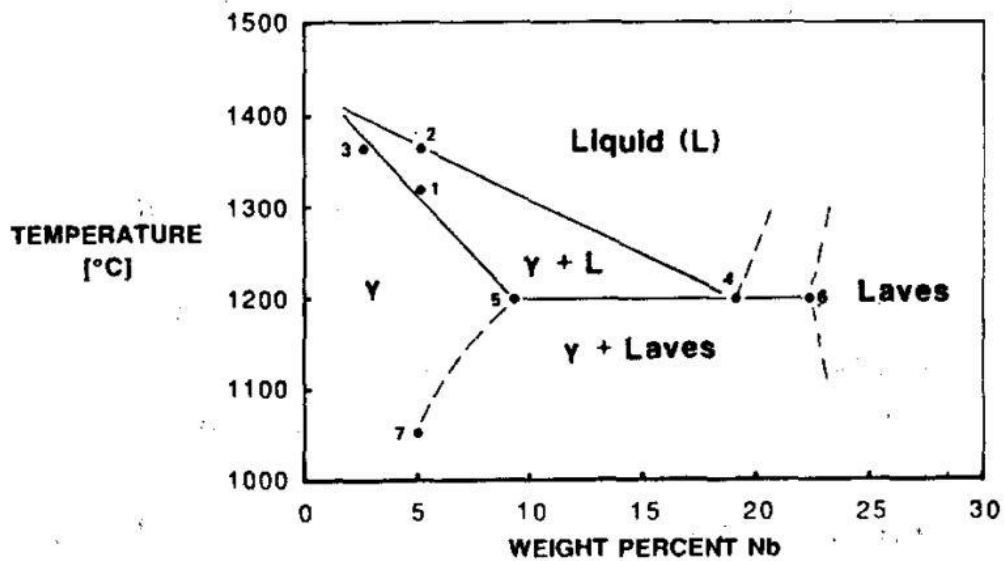
με την στερεοποίηση να τελειώνει με ακόμα μία ευτηκτική αντίδραση, η οποία λαμβάνει χώρα στους 1185°C:



Η φάση Laves είναι, όπως έχει αναφερθεί και παραπάνω (§2.5.2), ιδιαίτερα επιβλαβής για τις μηχανικές ιδιότητες του υπερκράματος, ενώ ο σχηματισμός της προωθείται από την παρουσία Fe στο Inconel 718. Η τελική μικροδομή που προκύπτει αποτελείται από δενδρίτες της μητρικής φάσης  $\gamma$ , εμπλουτισμένους σε Fe και Cr, αλλά φτωχούς σε Ti, Nb και Mo, ενώ περιοχές μεταξύ των δενδριτών είναι εμπλουτισμένες κυρίως σε Nb [16], [30], [31]. Ο Dong αναφέρει ότι ο διαφορισμός των Nb και Mo, και κυρίως του Mo, συνδέεται με διαφορισμό Pb [32].

Οι Wang et al αναφέρουν ότι η μετάβαση από το ένα στάδιο στο άλλο ελέγχεται από το διαφορισμό του Nb [33], ενώ οι Ting et al παρατήρησαν ότι η αναλογία Ti/Nb στο καρβίδιο MC μεταβάλλεται στους 1018°C και στους 914°C, λόγω της κατακρήμνισης των φάσεων  $\delta$  και  $\gamma'$ , αντίστοιχα [34].

Η Εικόνα 16 απεικονίζει τις αναμενόμενες φάσεις που θα προκύψουν από τη στερεοποίηση του Inconel 718, σε συνάρτηση με τη θερμοκρασία και την περιεκτικότητα σε Nb.



Εικόνα 16 - Αναμενόμενες φάσεις κατά τη στερεοποίηση του Inconel 718

### 3.3 Θερμικές Κατεργασίες

Η μικροδομή του που προκύπτει μετά τη στερεοποίηση του Inconel 718 δεν εμφανίζει τις μηχανικές ιδιότητες που απαιτούνται από τις εφαρμογές για τις οποίες προορίζεται το κράμα. Για την επίτευξη των ζητούμενων μηχανικών ιδιοτήτων κρίνεται απαραίτητη η θερμική κατεργασία του Inconel 718. Η πλέον διαδεδομένη πρακτική προβλέπει:

- Διαλυτοποίηση στο θερμοκρασιακό εύρος 950 – 1100°C
- Γήρανση σε δύο στάδια

Σκοπός της διαλυτοποίησης είναι η διαλυτοποίηση των ανεπιθύμητων φάσεων που σχηματίστηκαν κατά τη στερεοποίηση και η ομοιόμορφη διασπορά των κραματικών προσθηκών στο σύνολο της μήτρας. Σκοπός της θερμικής κατεργασίας της γήρανσης είναι η κατακρήμνιση φάσεων σκλήρωσης, που θα προσδώσουν στο υλικό τις ζητούμενες μηχανικές ιδιότητες. Στην περίπτωση του Inconel 718, οι φάσεις σκλήρωσης είναι οι  $\gamma'$  και  $\gamma''$ , ενώ κατά τη γήρανση κατακρημνίζεται και η φάση δ.

Οι τρεις φάσεις έχουν παρουσιαστεί στο προηγούμενο κεφάλαιο, όμως θα αναλυθούν παρακάτω ειδικά για το μεταλλουργικό σύστημα που αποτελεί το Inconel 718.

### 3.4 Μικροδομή

Με βάση την προσομοίωση των Miller et al στο Thermocalc, μετά από διαλυτοποίηση για 1 ώρα στους 1093°C βαφή σε νερό, γήρανση για 8 ώρες στους 718°C, ψύξη με ρυθμό 55°C/ώρα και τέλος γήρανση στους 621°C, οι φάσεις που αναμένονται στο Inconel 718 είναι οι  $\gamma$  (μητρική φάση),  $\gamma'$ ,  $\gamma''$ ,  $\sigma$  και MC. Η φάση  $\delta$ , αν και εμφανίζεται στο Inconel 718 δεν υπολογίστηκε από το πρόγραμμα λόγω των παρεμβολών που προκαλούσε στη  $\gamma''$ , ενώ έγινε πρόβλεψη και για εμφάνιση μικρού κλάσματος όγκου του καρβιδίου  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ . Η ύπαρξη των παραπάνω φάσεων επιβεβαιώθηκε και πειραματικά, με εξαίρεση τη φάση  $\sigma$ , η οποία συνήθως δεν κατακρημνίζεται στο Inconel 718 και το  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , αφού οι τεχνικές χύτευσης υπό κενό επιτρέπουν την παραγωγή κραμάτων με πολύ μικρά ποσοστά C, ο οποίος δεσμεύεται στο καρβίδιο MC κατά τη στερεοποίηση [35], [36]–[38].

Η βιβλιογραφία στο σύνολο της συμφωνεί με τις παραπάνω μετρήσεις του Miller, ακόμα και αν η θερμικές κατεργασίες έχουν γίνει σε διαφορετικές θερμοκρασίες [20], [34], [39]–[43], με την απουσία της φάσης Laves να αποδίδεται είτε στα μικρότερα ποσοστά Cr στα σύγχρονα κράματα [38] ή στη λανθασμένη επιλογή θερμοκρασίας διαλυτοποίησης [39].

#### 3.4.1 Φάσεις $\gamma''$ και $\gamma'$

Ο Miller με το Thermocalc υπολόγισε τη σύσταση των φάσεων στο Inconel 718, με τα στοιχεία Fe, Cr, Mo και Co να διαλυτοποιούνται επιλεκτικά προς τη μήτρα και τα Nb, Ti και Al προς τις φάσεις  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  και το καρβίδιο MC, προβλέψεις που δεν απείχαν σε μεγάλο βαθμό από τις πειραματικές μετρήσεις. Στον Πίνακα 1 φαίνονται οι συστάσεις των  $\gamma'$  και  $\gamma''$  με βάση τα πειραματικά δεδομένα [36]–[38].

Πίνακας 1 - Χημική σύσταση  $\gamma'$  και  $\gamma''$  στους 621°C και 718°C

Φάση	Θερμοκρασία	Ni	Fe	Cr	Co	Mo	Nb	Ti	Al
$\gamma''$	621°C	Bal	1,73	1,93	0,19	3,00	19,27	4,73	0,44
$\gamma''$	718°C	Bal	2,11	2,16	0,05	1,3	20,07	5,59	0,35
$\gamma'$	621°C	Bal	2,24	0,83	0,10	1,38	7,54	8,24	8,79
$\gamma'$	718°C	Bal	2,00	0,79	0,09	0,53	7,22	7,38	9,11

Γενικά η επιστημονική κοινότητα έχει κοινή άποψη σχετικά με τη σύσταση των δύο φάσεων. Αυτό που διχάζει είναι η ακολουθία κατακρήμνισής τους, γεγονός που οφείλεται σε μεγάλο βαθμό στη δυσκολία παρατήρησής τους. Το μέγεθος των δύο φάσεων, ειδικά στα πρώτα στάδια της κατακρήμνισης είναι αποτρεπτικό για την παρατήρησή τους στο SEM, ενώ οι αντανακλάσεις τύπου {100}, {010} και {110} σε diffraction pattern <001> προέρχονται και από τις δύο δομές (L1<sub>2</sub> και DO<sub>22</sub>). Μόνο οι αντανακλάσεις τύπου {1/2 1 0} ανήκουν αποκλειστικά στη δομή DO<sub>22</sub> [20], [21], [44].

Η επικρατούσα αντίληψη [21], [39], [40], [43], [45] υποστηρίζει ότι πρώτη κατακρημνίζεται η φάση γ'' και η μείωση της περιεκτικότητας σε Nb που προκαλείται ευνοεί την κατακρήμνιση της φάσης γ', με τους Alam και Chaturvedi να αναφέρουν ότι και οι δύο φάσεις εμφανίζονται στα αρχικά στάδια της κατακρήμνισης, με τη γ'' όμως να προηγείται. Οι Radavich et al τονίζουν ότι η έναρξη της κατακρήμνισης εξαρτάται από την ύπαρξη παραμενουσών τάσεων, το κλάσμα όγκου της φάσης δ που κατακρημνίστηκε κατά την διαλυτοποίηση και το διαφορισμό του Nb [39]. Ο ίδιος ερευνητής υποστηρίζει ότι η φάση γ'' κατακρημνίζεται στο θερμοκρασιακό εύρος 704-885°C και η φάση γ' στο εύρος 593-704°C. Σημαντικό ρόλο παίζει και η αναλογία (Al+Ti)/Nb. Ο Sundararaman αναφέρει ότι σε κράμα τύπου Inconel 718, όπου η παραπάνω αναλογία ήταν ίση με 0,66, η κατακρήμνιση των δύο φάσεων ξεκίνησε την ίδια στιγμή, μετά από γήρανση μεγάλης διάρκειας σε θερμοκρασία μεταξύ 550-660°C, με τα κατακρημνίσματα να εμφανίζονται γρηγορότερα σε υψηλότερη θερμοκρασία (700-900°C), ενώ οι Cozar και Pineau αναφέρουν ότι σε κράμα όπου η αναλογία είναι ίση με 0,8 η φάση γ' κατακρημνίζεται πρώτη, ανεξαρτήτως θερμοκρασίας [20]. Οι Cao και Kennedy αναφέρουν ότι αν η συνολική προσθήκη Al+Ti ξεπεράσει το 3%, κατακρημνίζεται μόνο η φάση γ', ακόμα και για υψηλά ποσοστά (5,5%) Nb [46]. Αντίθετα, οι Ping et al αναφέρουν ότι πρώτα κατακρημνίζεται η φάση γ' στην ωστενιτική μήτρα, με τη φάση γ'' να φυτρώνει ετερογενώς στις διεπιφάνειες γ'/γ [47].

Ανεξάρτητα από το ποια φάση κατακρημνίζεται πρώτη, είναι αποδεκτό από το σύνολο της επιστημονικής κοινότητας ότι οι εξαιρετικές μηχανικές ιδιότητες που εμφανίζει το Inconel 718 μέχρι τη θερμοκρασία των 650°C οφείλεται σε μεγάλο βαθμό στη φάση γ'' [20], η οποία συνήθως έχει δισκοειδή μορφολογία, με μήκος πενταπλάσιο του πάχους [40], ενώ συνήθως κατακρημνίζονται σφαίρες γ' στα άκρα



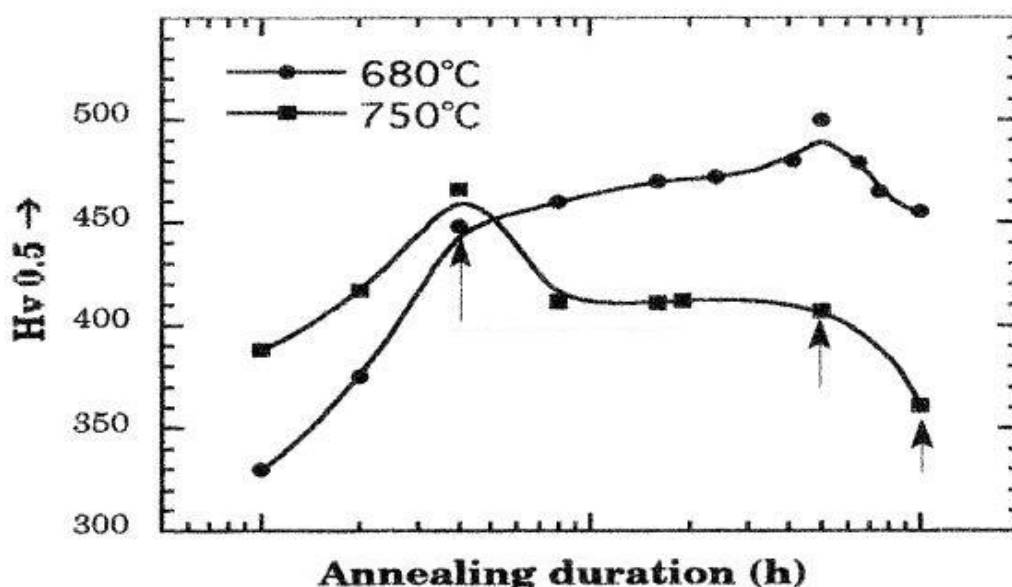
των δίσκων. Οι Fisk και Hall αναφέρουν ότι η επίδραση των δύο φάσεων στις μηχανικές ιδιότητες του κράματος είναι φανερά από τα πρώτα στάδια της γήρανσης [48]. Το κλάσμα όγκου της φάσης  $\gamma''$  κυμαίνεται μεταξύ 10-20%, ενώ της φάσης  $\gamma'$  μεταξύ 3-5%, δηλαδή η λόγος των δύο φάσεων είναι 2,5-4 [42], [43], [49], [50].

Οι Miller και Alam έχουν παρατηρήσει μία μορφολογία που αναφέρεται στη βιβλιογραφία ως δευτερεύον κατακρήμνισμα (secondary precipitate) και αποτελείται από εναλλασσόμενα στρώματα  $\gamma''$  και  $\gamma'$ , με τη διεπιφάνεια των δύο φάσεων να βρίσκεται στα επίπεδα  $(001)\gamma''/\{001\}\gamma'$ . Το πρώτο στρώμα  $\gamma'$  που βρίσκεται σε επαφή με στρώμα  $\gamma''$  φαίνεται να είναι εμπλουτισμένο σε Al, αφού με την πάχυνση της φάσης  $\gamma''$ , αποβάλλεται Al, το οποίο δεν έχει μεγάλη διαλυτότητα στη μήτρα. Με αυτό τον τρόπο, η φάση  $\gamma''$  προωθεί τη φύτευση της  $\gamma'$  [21], [38].

Ο ρυθμός κατακρήμνισης των δύο φάσεων είναι αρκετά μικρός κοντά στους 650°C [40], αλλά αυξάνεται με την άνοδο της θερμοκρασίας, με τον Slama να αναφέρει ότι η γήρανση στους 750°C έδωσε μεγάλο αριθμό δισκοειδούς  $\gamma''$ . Οι Brooks και Bridges υποστηρίζουν ότι ο ρυθμός απόψυξης μετά την θερμική κατεργασία της διαλυτοποίησης επηρεάζει το ρυθμό κατακρήμνισης. Η βέλτιστη σκλήρωση, άρα και κατακρήμνιση φάσης  $\gamma''$ , παρατηρήθηκε μετά από γρήγορη απόψυξη ή βαφή [41].

Όπως έχει αναφερθεί και παραπάνω (§3), η φάση  $\gamma''$  είναι η βασική φάση σκλήρωσης στο Inconel 718, επομένως η συμπεριφορά της κατά την έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες παρουσιάζει μεγάλο ενδιαφέρον. Οι Jeong και Choi μελετώντας δοκίμια που προήλθαν από κινητήρες αεροσκαφών, μετά από 4229 ώρες πτήσης, δηλαδή έκθεση σε θερμοκρασίες κάτω των 650°C, δεν παρατήρησαν κάποιο μετασχηματισμό που να οδηγεί στην κατακρήμνιση άλλων φάσεων, εκτός των  $\gamma''$ ,  $\gamma'$  και  $\delta$ , με την αύξηση του μεγέθους των κατακρημνισμάτων που προκλήθηκε να μην επιδρά σημαντικά στην αντοχή σε εφελκυσμό [49]. Οι Wlodek και Field μελέτησαν δοκίμια που είχαν εκτεθεί σε θερμοκρασία 649°C για 50.000 ώρες και οδηγήθηκαν σε παρόμοια συμπεράσματα. Οι φάσεις  $\gamma''$  και  $\gamma'$  παραμένουν συνεκτικές με τη μήτρα, ενώ δεν εμφανίζεται και κάποια αλλαγή στον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό τους. Σταδιακά η φάση  $\gamma''$  παχαίνει και αντικαθιστάται από φάση  $\delta$ , η οποία διαλυτοποιεί μικρότερα ποσοστά Al και Ti, με αποτέλεσμα την κατακρήμνιση φάσης  $\gamma'$  [42], [51]. Επίσης παρόμοια αποτελέσματα παρατήρησαν και οι Slama και Abdellaoui, για μικρότερο χρόνο έκθεσης (50 ώρες), αλλά σε υψηλότερη

θερμοκρασία (750°), με τη μικροσκληρότητα του υλικού να μειώνεται λόγω της πάχυνσης της  $\gamma''$  και του μετασχηματισμού της στη φάση  $\delta$ . Μετά από έκθεση 100 ωρών στη ίδια θερμοκρασία, η φάση  $\delta$  συνεχίζει να αναπτύσσεται εις βάρος της  $\gamma''$ , αλλά παρατηρείται και μείωση του κλάσματος όγκου της  $\gamma'$ . Εμφανίζονται ζώνες, κοντά στα όρια των κόκκων της ωστενιτικής μήτρας, απογυμνωμένες από  $\gamma''$ , ενώ η  $\delta$  αρχίζει να φυτρώνει και ένδοκρυσταλλικά, με τον Sundararaman να αποδίδει αυτό το φαινόμενο στα σφάλματα συσσώρευσης των κατακρημνισμάτων της  $\gamma''$  [20], [52], [53]. Η Εικόνα 17 - Η μεταβολή της σκληρότητας του Inconel 718 σε συνάρτηση με το χρόνο γήρανσης παρουσιάζει τη μεταβολή της μικροσκληρότητας του Inconel 718 στους 680°C και στους 750°C σε συνάρτηση με το χρόνο γήρανσης.



Εικόνα 17 - Η μεταβολή της σκληρότητας του Inconel 718 σε συνάρτηση με το χρόνο γήρανσης

### 3.4.2 Φάση $\delta$

Όπως έχει ήδη αναφερθεί, η φάση  $\delta$  προκύπτει από μετασχηματισμό της μετασταθούς  $\gamma''$  και αποτελεί τη θερμοδυναμικά σταθερή δομή. Οι Cozar και Pineau αναφέρουν ότι η κατακρήμνιση των μετασταθών  $\gamma'$  και  $\gamma''$  πριν τη  $\delta$  οφείλεται στην ασθενέστερη αναντιστοιχία των πλεγμάτων των ζευγών  $\gamma/\gamma'$  και  $\gamma/\gamma''$  σε σχέση με το ζεύγος  $\gamma/\delta$  [20]. Παράλληλα, οι Dehmas et al και οι Cai et al υποστηρίζουν ότι η φάση  $\delta$  μπορεί να κατακρημνιστεί και απευθείας από την υπερκορεσμένη σε Nb μήτρα, με την περιεκτικότητα της μήτρας σε Nb να ελέγχει και το ρυθμό πάχυνσης της [53], [54]. Ο Chamanfar υποστηρίζει ότι το κλάσμα όγκου της φάσης  $\delta$  που θα κατακρημνιστεί εξαρτάται και από τη θερμική προϊστορία του κράματος [43],

συμπέρασμα που έρχεται σε συμφωνία με τις παρατηρήσεις των Mei et al, οι οποίοι μελέτησαν την επίδραση της έλασης εν ψυχρώ πριν τη θερμική κατεργασία στην κινητική της κατακρήμνισης στο Inconel 718. Παρατήρησαν, λοιπόν, ότι ενώ η αύξηση του βαθμού έλασης οδηγούσε σε μείωση της θερμοκρασίας κατακρήμνισης της φάσης  $\gamma''$ , η θερμοκρασία κατακρήμνισης της  $\delta$  αρχικά αυξανόταν και στη συνέχεια μειώθηκε. Η κατακρήμνιση της  $\gamma''$  ευνοείται από την έλαση, με αποτέλεσμα να δεσμεύεται το Nb και να δυσχεραίνεται η κατακρήμνιση της  $\delta$ , όμως η ανακρυστάλλωση που προκαλείται από τη θερμική κατεργασία οδηγεί στο σχηματισμό νέων ορίων κόκκων, που αποτελούν σημεία φύτρωσης της  $\delta$  [55].

Όπως έχει αναφερθεί και σε προηγούμενο κεφάλαιο, η παρουσία της φάσης  $\delta$  σε μεγάλο κλάσμα όγκου είναι επιβλαβής για τις μηχανικές ιδιότητες των υπερκραμάτων, όμως η κατακρήμνιση σε μικρό κλάσμα όγκου στα όρια των κόκκων της φάσης  $\gamma$  συμβάλλει στον έλεγχο του μεγέθους τους κατά τις θερμικές κατεργασίες. Το μέγεθος των κόκκων του Inconel 718 έχει ιδιαίτερη σημασία, αφού εκτός από την άμεση επιρροή του στις μηχανικές ιδιότητες (εξίσωση Hall-Petch), επιδρά και στην θερμοκρασία έναρξης της κατακρήμνισης των φάσεων  $\gamma'$  και  $\gamma''$ , σύμφωνα με έρευνα των Dahotre et al. Πιο συγκεκριμένα, η αύξηση του μέσου μεγέθους κόκκου οδηγεί και σε αύξηση της θερμοκρασίας έναρξης της κατακρήμνισης των δύο φάσεων. [56]

Η παρουσία κατακρημνισμάτων στα όρια των κόκκων συνήθως βελτιώνει και την αντίσταση ενός κράματος στον ερπυσμό. Παρ'όλα αυτά, έχει αναφερθεί από τους Chen και Chaturvedi ότι η παρουσία  $\delta$  στα όρια των κόκκων μπορεί να αυξήσει την ευαισθησία του Inconel 718 στον ερπυσμό, αφού μπορεί να οδηγήσει σε αλλαγή του μηχανισμού που τον ελέγχει. [57]

Η θερμοκρασία solvus της φάσης στο Inconel 718 υπολογίστηκε από τον Radavich στους 1020°C, ο οποίος αναφέρει ότι εξαρτάται και από το βαθμό διαφορισμού του Nb [40], [58]. Με βάση τη θερμοκρασία solvus, προκύπτει ότι η διαλυτοποίηση σε θερμοκρασίες μεγαλύτερες από 1020°C θα οδηγήσουν σε μεγέθυνση των κόκκων. Οι Brooks και Bridges επιβεβαιώνουν το παραπάνω συμπέρασμα, παρατηρώντας μεγέθυνση των κόκκων μετά από διαλυτοποίηση στους 1060°C, με τη μεγέθυνση να ξεκινά στους 1020°C για πιο λεπτόκοκκα υλικά. Αντίθετα, η διαλυτοποίηση σε θερμοκρασίες κάτω των 1010°C οδήγησε σε πάχυνση της προϋπάρχουσας  $\delta$  [39],

[41]. Οι Azadian et al παρατήρησαν σημαντική μεγέθυνση κόκκου όταν η διαλυτοποίηση έγινε σε θερμοκρασίες μεταξύ 1040-1050°C λόγω της διαλυτοποίησης της φάσης δ, με το ρυθμό μεγέθυνσης να πέφτει όταν η θερμική κατεργασία γινόταν σε θερμοκρασίες ανώτερες των 1050°C. Πιθανότατα αλλάζει ο μηχανισμός ελέγχου του μεγέθους των κόκκων, με τα καρβίδια να αναστέλλουν την περαιτέρω ανάπτυξη τους. [58].

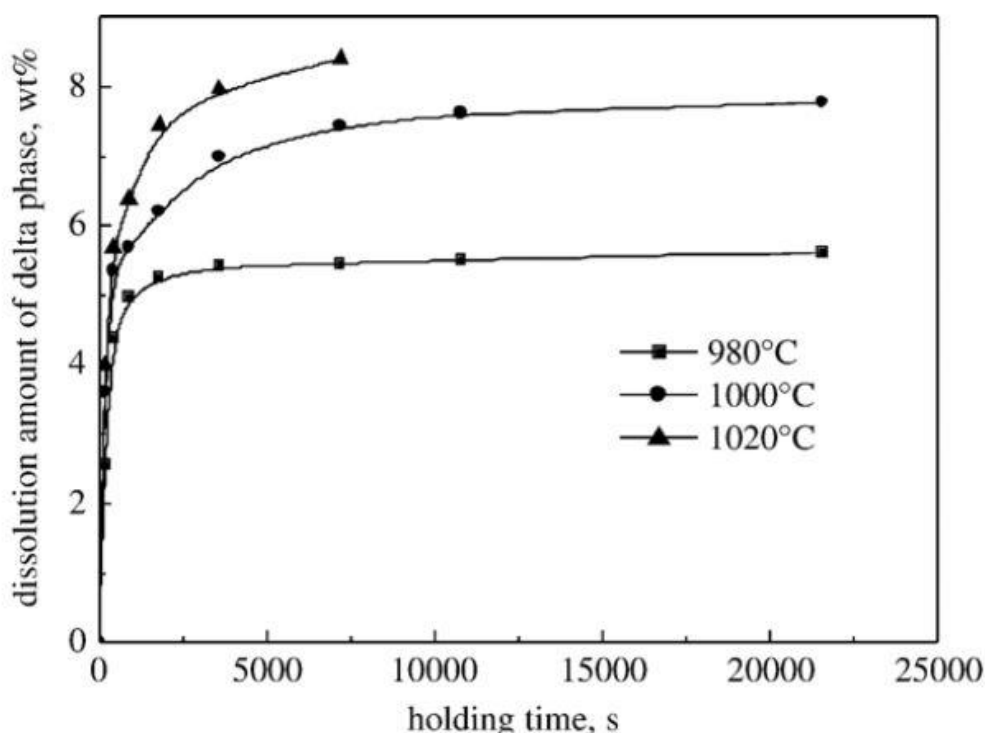
Οι Stockinger et al μέσω μαθηματικών μοντέλων έκαναν προβλέψεις για την επίδραση της θερμοκρασίας και του χρόνου διαλυτοποίησης στο κλάσμα όγκου (%) της φάσης δ, οι οποίες επιβεβαιώθηκαν και πειραματικά. Ο Πίνακας 2 δείχνει το μέσο όρο και την τυπική απόκλιση του κλάσματος όγκου της φάσης δ σε συνάρτηση με τη θερμοκρασία και το χρόνο διαλυτοποίησης. [59].

**Πίνακας 2 - Μέσος όρος και τυπική απόκλιση του κλάσματος όγκου της φάσης δ**

Θερμοκρασία (°C)	Χρόνος Διαλυτοποίησης (minutes)				
	3	10	30	60	120
1030	3,69±0,53	0,92±0,23	0,32±0,08	0,02±0,01	0,005±0,002
1035	2,90±0,39	1,33±0,12	0,21±0,04	0,02±0,003	0
1040	2,77±0,29	1,7±0,35		0,37±0,25	0
1060	2,64±0,73	0,36	0,01±0,005	0	0
1070	3,15±0,65	0,39		0	0
1100	1,51±0,07	0	0	0	0

Η διαλυτοποίηση της φάσης δ κατά την διαλυτοποίηση μελετήθηκε εκτενώς από την ερευνητική ομάδα του Cai. Προέκυψε ότι η κινητική της διαλυτοποίησης ελέγχεται από τη διάχυση του Nb και περιλαμβάνει τρία στάδια. Αρχικά, το ποσοστό της διαλυτοποιημένης δ αυξάνεται γραμμικά με την πάροδο του χρόνου, ενώ ο ρυθμός διαλυτοποίησης είναι υψηλός και διατηρείται σταθερός. Στο δεύτερο στάδιο, το ποσοστό της διαλυτοποιημένης δ εμφανίζει παραβολική σχέση με το χρόνο, με το ρυθμό διαλυτοποίησης να μειώνεται σταδιακά. Στο τρίτο στάδιο, το κλάσμα όγκου της δ ουσιαστικά δεν μειώνεται, με το μεταλλουργικό σύστημα να βρίσκεται σε δυναμική ισορροπία. Το κλάσμα όγκου της φάσης δ που θα παραμείνει στη μήτρα εξαρτάται από τη θερμοκρασία της διαλυτοποίησης, ενώ ενδιαφέρον παρουσιάζει το

γεγονός ότι η διαλυτοποίηση της φάσης δ στους 1020°C παρουσιάζει μόνο τα δύο πρώτα στάδια, όπως φαίνεται και στην Εικόνα 18.[53]



Εικόνα 18 - Κινητική διαλυτοποίησης της φάσης δ σε διαφορετικές θερμοκρασίες

### 3.4.3 Καρβίδια

Όπως έχει ήδη αναφερθεί, το μοναδικό καρβίδιο που εμφανίζεται στο Inconel 718 είναι το καρβίδιο MC, που είναι πλούσιο σε Ti και Nb. Το καρβίδιο  $M_6C$ , σε συνδυασμό με τη φάση σ, εμφανιζόταν παλιότερα, λόγω των υψηλότερων ποσοστών Si και της υψηλότερης θερμοκρασίας διαλυτοποίησης (1200°C). Οι σύγχρονες πρακτικές προβλέπουν διαλυτοποίηση σε χαμηλότερες θερμοκρασίες, κάτω των 1100°C, με αποτέλεσμα την απουσία των δύο φάσεων. [39], [40]. Η απουσία του καρβιδίου  $M_{23}C_6$  οφείλεται στα μικρά ποσοστά C του κράματος, ο οποίος δεσμεύεται από το καρβίδιο MC, που κατακρημνίζεται σε υψηλότερη θερμοκρασία και αποτελεί ιδιαίτερα σταθερή δομή, από άποψη θερμοδυναμικής.

Όπως έχει αναφερθεί παραπάνω (§3.2), το καρβίδιο MC κατακρημνίζεται κατά τη στερεοποίηση, σε θερμοκρασία 1257°C. Ο Mitchell αναφέρει ότι στα πρώτα στάδια της στερεοποίησης το καρβίδιο κατακρημνίζεται σε χονδρομερή (blocky)

μορφολογία, ενώ στα επόμενα σε σε μορφολογία script [60]. Συνήθως δεν παρατηρείται κάποια διάσπαση του καρβιδίου MC κατά την έκθεση του κράματος σε λειτουργικές συνθήκες, ούτε και κατά την διαλυτοποίηση [40], [49], αν και ο Chamanfar αναφέρει ότι αν η διαλυτοποίηση γίνει σε θερμοκρασία ανώτερη των 1032°C, ένα ποσοστό μπορεί να διαλυτοποιηθεί, προσφέροντας Nb στη μήτρα, που ευνοεί την κατακρήμνιση της  $\gamma''$  [43].

Το κλάσμα όγκου του καρβιδίου MC στο Inconel 718 είναι περίπου 1,5%, αρκετά μικρό ώστε να συμβάλλει στη σκλήρωση του κράματος. Βοηθάει όμως στον έλεγχο του μεγέθους των κόκκων κατά τη θερμομηχανική κατεργασία του κράματος, αφού κατακρημνίζεται στα όρια των κόκκων και εμποδίζει την ανάπτυξή τους [43].

## 4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

### 4.1 Περιγραφή Υλικού και Πειραματικής Διαδικασίας

Η παρούσα εργασία μελετά την επίδραση των διαδοχικών διαλυτοποιήσεων στη μικροδομή και τις μηχανικές ιδιότητες υπερκράματος Ni, τύπου Inconel 718. Όπως έχει αναφερθεί και παραπάνω (§3), το συγκεκριμένο υπερκράμα ανήκει στα υπερκράματα, όπου η σκλήρωση επιτυγχάνεται μέσω κατακρήμνισης και συγκεκριμένα μέσω κατακρήμνισης της φάσης  $\gamma'$ . Η χημική σύσταση του κράματος από το οποίο προήλθαν τα δοκίμια για την παρούσα εργασία φαίνεται στον Πίνακα 3:

Πίνακας 3 - Χημική σύσταση Inconel 718

Στοιχείο	Cr	Fe	Nb	Mo	Al	Ti	C	Ni
Περιεκτικότητα %	17-21	16-20	4.75-5.5	2.8-3.3	0.2-0.8	0.65-1.15	0.08max	Balance

Οι θερμικές κατεργασίες στις οποίες υποβλήθηκε το κράμα αναφέρονται στην προδιαγραφή AMS 5597 και είναι οι ακόλουθες:

- Διαλυτοποίηση στους  $1060^{\circ}\text{C} \pm 14$  για μία ώρα και στη συνέχεια βαφή σε νερό,
- Γήρανση στους  $760^{\circ}\text{C}$  για 10 ώρες, στη συνέχεια ψύξη στο φούρνο μέχρι τους  $650^{\circ}$  με ρυθμό  $55^{\circ}\text{C/hr}$  και στη συνέχεια γήρανση στους  $650^{\circ}\text{C}$  για 8 ώρες.

Με βάση το παραπάνω πρότυπο, οι προβλεπόμενες μηχανικές ιδιότητες του κράματος θα πρέπει να είναι ίσες ή ανώτερες από τις τιμές που φαίνονται στον Πίνακα 4.

Πίνακας 4 - Μηχανικές Ιδιότητες Inconel 718

Όριο Διαρροής 0.2% (MPa)	Μέγιστη Εφελκυστική Αντοχή (MPa)	Επιμήκυνση (%)	Σκληρότητα (HRC)
1034	1241	15	38

Το σύνολο των υλικών που χρησιμοποιήθηκαν στην παρούσα εργασία παρελήφθησαν από την Ελληνική Αεροπορική Βιομηχανία (ΕΑΒ) Α.Ε. . Τα υλικά προμηθεύτηκαν με τη μορφή ελασμάτων διαστάσεων 200x150x1,6mm (μήκος, πλάτος, πάχος) από τα οποία κόπηκαν δοκίμια εφελκυσμού, που υποβλήθηκαν σε θερμικές κατεργασίες.

#### 4.1.1 Περιγραφή Θερμικών Κατεργασιών

Το έλασμα στην αρχική του κατάσταση είχε υποστεί θερμική κατεργασία διαλυτοποίησης για 1 ώρα στους 1060°C, όπως προβλέπεται από την προδιαγραφή. Τα δοκίμια εφελκυσμού χωρίστηκαν σε 4 ομάδες, ονομάστηκαν (Α, Β, Γ και Δ) και υποβλήθηκαν στις παρακάτω θερμικές κατεργασίες:

Πίνακας 5 - Θερμικές Κατεργασίες

Ομάδα	Θερμική κατεργασία
Α	Γήρανση με βάση την προδιαγραφή
Β	Διαλυτοποίηση για ακόμα 1 ώρα, συνολικά 2 ώρες, και γήρανση με βάση την προδιαγραφή
Γ	Διαλυτοποίηση για ακόμα 1 ώρα, συνολικά 3 ώρες, και γήρανση με βάση την προδιαγραφή
Δ	Διαλυτοποίηση για ακόμα 1 ώρα, συνολικά 4 ώρες, και γήρανση με βάση την προδιαγραφή

Σημειώνεται εδώ, ότι με βάση τα παραπάνω (§3.4.2) αναμένεται πλήρης διαλυτοποίηση της φάσης δ στα δοκίμια που θα παραμείνουν στους 1060°C για μεγάλο χρονικό διάστημα.

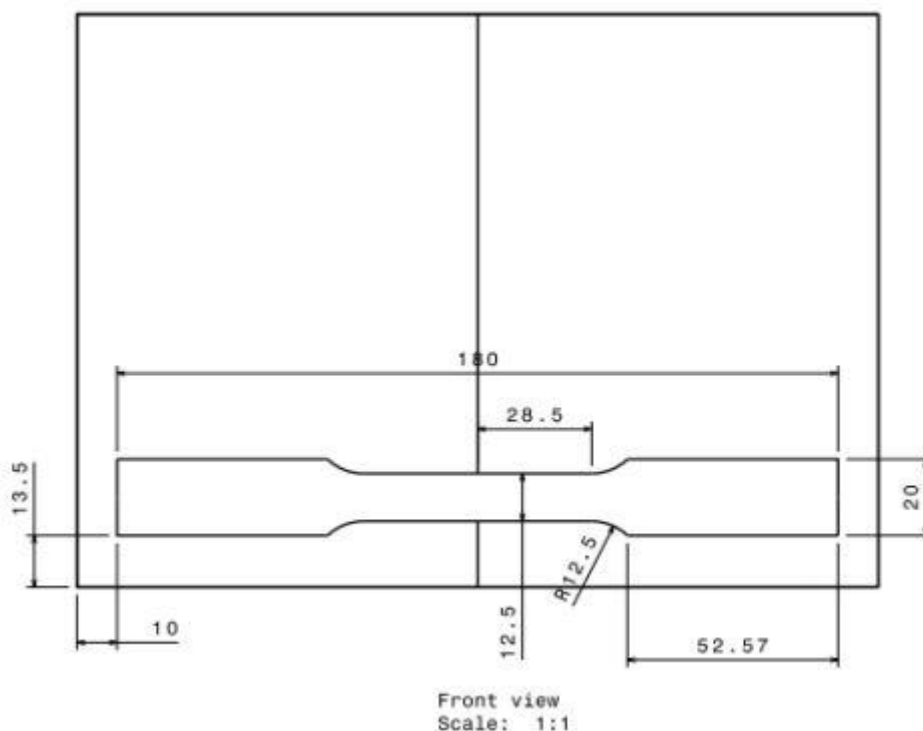
#### 4.2 Προετοιμασία Δοκιμίων

Η παρατήρηση των δοκιμίων με τεχνικές Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (SEM) και περίθλασης ακτίνων Χ (XRD) είναι δυνατή μόνο σε δοκίμια η επιφάνεια των οποίων έχει προετοιμαστεί κατάλληλα. Η προετοιμασία των δοκιμίων περιλαμβάνει κοπή, εγκιβωτισμό, λείανση, στίλβωση και προσβολή με κατάλληλο χημικό αντιδραστήριο. Παρακάτω θα γίνει μία συνοπτική παρουσίαση των σταδίων της προετοιμασίας.



#### 4.2.1 Κοπή Δοκιμίων

Από το έλασμα Inconel 718 κόπηκαν 12 δοκίμια εφελκυσμού με τη μέθοδο της υδροκοπής, με βάση το πρότυπο ASTM E8, το οποίο φαίνεται παρακάτω στην Εικόνα 19. Τα δοκίμια χωρίστηκαν σε 4 ομάδες των 3 δοκιμίων και υποβλήθηκαν στις θερμικές κατεργασίες που έχουν αναφερθεί παραπάνω (§4.1.1). Μετά τις δοκιμές εφελκυσμού, από τα άκρα των δοκιμίων κόπηκαν, με τη βοήθεια μικροτόμου, 8 δοκίμια 20x10mm, 2 από κάθε ομάδα, ενώ κόπηκαν και 2 δοκίμια από το αρχικό έλασμα, χωρίς να έχει υποστεί κάποια θερμική κατεργασία, με σκοπό την προετοιμασία τους για το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης και την Περιθλασιμετρία Ακτίνων Χ. Τα δοκίμια θα αναφέρονται ως δοκίμια ASR (as received).



Εικόνα 19 - Σχέδιο κοπής δοκιμίων Εφελκυσμού με βάση το πρότυπο ASTM E8

#### 4.2.2 Εγκιβωτισμός

Τα δοκίμια που μελετήθηκαν στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης εγκιβωτίστηκαν κάθετα σε καλούπια 3cm. Ο εγκιβωτισμός έγινε σε ψυχρή ρητίνη.

### 4.2.3 Λείανση – Στίλβωση

Η μελέτη των δοκιμίων βασίζεται στην αλληλεπίδραση της προς μελέτη, προσβεβλημένης επιφάνειας με κάποια μορφή ακτινοβολίας (φως στο οπτικό μικροσκόπιο, δέσμη ηλεκτρονίων στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο) για την απεικόνιση της μικροδομής.

Η λείανση και η στίλβωση είναι διεργασίες που πραγματοποιούνται με σκοπό τη δημιουργία μίας ομοιόμορφης, χωρίς τραχύτητα, επιφάνειας στο δοκίμιο, ώστε η προσβολή να αποκαλύψει τη μικροδομή του. Οι δύο διαδικασίες έγιναν χειρωνακτικά, σε ειδικό περιστρεφόμενο δίσκο.

Η λείανση προηγείται της στίλβωσης και έχει ως σκοπό την αφαίρεση του επιφανειακού στρώματος του δοκιμίου, που έχει παραμορφωθεί και αλλοιωθεί από την κοπή. Η αφαίρεση του επιφανειακού στρώματος γίνεται μηχανικά, μέσω εκτριβής σε ειδικά λειαντικά χαρτιά. Κατά τη διάρκεια της λείανσης τροφοδοτείται συνεχώς νερό στο χαρτί λείανσης, τόσο για τον καθαρισμό του, όσο και για λόγους ψύξης, ενώ σε περίπτωση δημιουργίας κάποιου ελαττώματος, επαναλαμβάνεται η διαδικασία. Μετά το τέλος της λείανσης, το δοκίμιο καθαρίζεται με νερό και βαμβάκι και στη συνέχεια με οινόπνευμα και στεγνώνει με τη βοήθεια ρεύματος θερμού αέρα.

Κατά τη λείανση των δοκιμίων, αρχικά χρησιμοποιήθηκε λειαντικό χαρτί καρβιδίου του Πυριτίου (SiC), κοκκομετρίας 400grit, ενώ, προοδευτικά έγινε χρήση χαρτιών κοκκομετρίας 800, 1200 και 2000grit. Μετά τη λείανση με το χαρτί των 2000grit, τα δοκίμια στίλβώθηκαν.

Σκοπός της στίλβωσης είναι η απαλοιφή των γραμμών που δημιουργήθηκαν στην επιφάνεια του δοκιμίου κατά τη λείανση, ώστε η επιφάνεια να είναι ομοιόμορφη. Σε αντίθεση με τη λείανση, τα σωματίδια που προκαλούν τη στίλβωση είναι συνήθως διαμάντια και δεν βρίσκονται πάνω στο χαρτί, αλλά σε μορφή αιωρήματος, σε ειδική πάστα στίλβωσης. Επίσης, δεν τροφοδοτείται νερό στο δίσκο, αλλά ειδικό στίλβωτικό υγρό, ενώ ο χρόνος στίλβωσης εξαρτάται από τη σκληρότητα των δοκιμίων, με τα σκληρότερα δοκίμια να απαιτούν μεγαλύτερο χρόνο. Ο καθαρισμός του δοκιμίου μετά το τέλος της διαδικασίας γίνεται όπως και στη λείανση.

Η στίλβωση των δοκιμίων έγινε σε δύο στάδια. Στο πρώτο στάδιο έγινε χρήση στίλβωτικής πάστας που περιείχε διαμάντια διαμέτρου 6μm σε αιώρημα ενώ στο δεύτερο στάδιο η πάστα περιείχε διαμάντια διαμέτρου 1μm. Πριν τη μετάβαση από το

πρώτο στάδιο στο δεύτερο, αλλά και μετά το τέλος της στίλβωσης έγινε καθαρισμός των δοκιμίων.

#### 4.2.4 Ηλεκτρολυτική Προσβολή

Η χημική προσβολή των δοκιμίων, πριν την παρατήρησή τους στο οπτικό και το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο είναι απαραίτητη, αφού αποκαλύπτει τη μικροδομή τους.

Ουσιαστικά η χημική προσβολή αποτελεί μία μορφή επιλεκτικής διάβρωσης της επιφάνειας του δοκιμίου, με κάποιες περιοχές της να εμφανίζουν μεγαλύτερο ρυθμό διάβρωσης, λόγω των ηλεκτροχημικών χαρακτηριστικών τους. Για παράδειγμα, τα όρια των κόκκων, λόγω της παραμόρφωσης του κρυσταλλικού πλέγματος, είναι ενεργειακά αναβαθμισμένα, επομένως διαβρώνονται πιο γρήγορα. Αποτέλεσμα της διαφοράς στο ρυθμό προσβολής είναι η αποκάλυψη της μικροδομής, μέσα από την αντίθεση που προκαλείται στην επιφάνεια του δοκιμίου.

Η χημική προσβολή γίνεται με εμβάπτιση της επιφάνειας του δοκιμίου σε ένα διάλυμα, η σύσταση του οποίου είναι η κατάλληλη για την εμφάνιση της ζητούμενης μικροδομής. Η επιλογή του διαλύματος γίνεται με τη βοήθεια προτύπων ή handbooks και είναι, συχνά, μία εμπειρική διαδικασία.

Σε περίπτωση που η χημική προσβολή εμφανίσει αδυναμία αποκάλυψης της μικροδομής, λόγω κάποιου προστατευτικού στρώματος στην επιφάνεια του δοκιμίου, εφαρμόζεται ηλεκτροχημική προσβολή. Το δοκίμιο βυθίζεται σε κατάλληλο αντιδραστήριο, ενώ με τη βοήθεια κυκλώματος, εφαρμόζεται ηλεκτρικό δυναμικό, με την επιφάνεια του δοκιμίου, να λειτουργεί ως άνοδος και το αντιδραστήριο να δρα ως ηλεκτρολύτης. Παράλληλα στο αντιδραστήριο έχει εμβαπτιστεί και ένα ηλεκτρόδιο, που λειτουργεί ως κάθοδος. Με αυτό τον τρόπο διασπάται το προστατευτικό στρώμα και προβάλλεται η επιφάνεια του δοκιμίου. Εκτός από το χρόνο παραμονής και την περιεκτικότητα του διαλύματος, καθοριστικός παράγοντας για την επιτυχία της προσβολής είναι και η τάση του ρεύματος που χρησιμοποιείται.

Για την προσβολή των δοκιμίων έγινε ηλεκτρολυτική προσβολή, χρησιμοποιώντας τη διάταξη που αναφέρεται παραπάνω και το αντιδραστήριο Lucas, που αποτελείται από 50mL lactic acid, 150mL HCl και 3g οξαλικό οξύ, χωρίς να έχει γίνει κάποια αραίωση. Η εφαρμοζόμενη τάση ήταν 2V.

### **4.3 Τεχνικές Εξέτασης της Μικροδομής**

Όπως έχει ήδη αναφερθεί, τα δοκίμια μελετήθηκαν στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (Scanning Electron Microscope – SEM) και με Περιθλασιμετρία Ακτίνων Χ (X-Ray Diffraction – XRD).

#### **4.3.1 Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (Scanning Electron Microscope – SEM)**

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης λόγω της μεγαλύτερης διακριτικής του ικανότητας, αλλά και της δυνατότητας του να πετύχει μεγεθύνσεις, που φτάνουν μέχρι και 150.000x επιτρέπει την παρατήρηση δοκιμίων που δεν είναι δυνατό να μελετηθούν στο οπτικό μικροσκόπιο.

Η δυνατότητα παρατήρησης των δοκιμίων βασίζεται στις αλληλεπιδράσεις τους με τη δέσμη ηλεκτρονίων του μικροσκοπίου. Τα προϊόντα αυτών των αλληλεπιδράσεων, που χρησιμοποιούνται για την απεικόνιση των μικροδομών από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης είναι τα δευτερογενή και τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια, τα οποία ανιχνεύονται από ειδικούς, θετικά φορτισμένους δέκτες.

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια παράγονται από τις ανελαστικές κρούσεις των ηλεκτρονίων της δέσμης με τα ηλεκτρόνια του δείγματος. Συνήθως έχουν ενέργεια μικρότερη από 50eV, είναι, δηλαδή, ηλεκτρόνια χαμηλής ενέργειας, ενώ εκπέμπονται από τη διέγερση ηλεκτρονίων που βρίσκονται μέχρι και 10nm από την επιφάνεια. Ο αριθμός τους δεν εξαρτάται τόσο από τον ατομικό αριθμό των στοιχείων του δείγματος, όσο από την κλίση του δείγματος σε σχέση με τη δέσμη. Η μικροδομή που προκύπτει έχει υψηλή ανάλυση, με την αντίθεση της μικροδομής να δείχνει τις διαφορές στη μορφολογία της επιφάνειας.

Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια προκύπτουν από τις ελαστικές κρούσεις των ηλεκτρονίων της δέσμης με τα ηλεκτρόνια του δείγματος. Είναι ηλεκτρόνια υψηλότερης ενέργειας από τα δευτερογενή, ενώ η ενέργεια τους εξαρτάται από την ενέργεια της δέσμης, τον αριθμό των ηλεκτρονίων της εξωτερικής στιβάδας των ατόμων του δείγματος, του ατομικού αριθμού των στοιχείων και της κλίσης του δείγματος. Σε στοιχεία με μεγάλο ατομικό αριθμό, μεγαλύτερος αριθμός ηλεκτρονίων

σκεδάζεται, επομένως η αλλαγή στην ενέργεια είναι μικρή, ενώ με τη μείωση του ατομικού αριθμού συμβαίνει το αντίθετο, επομένως η απώλεια ενέργειας είναι μεγαλύτερη. Για τον παραπάνω λόγο, στη μικροδομή τα στοιχεία με το μεγαλύτερο ατομικό βάρος εμφανίζονται ως φωτεινές περιοχές, ενώ τα πιο ελαφριά ως σκούρες περιοχές. Η διακριτική ικανότητα είναι μικρότερη από αυτή των δευτερογενών ηλεκτρονίων, αν και μπορεί να βελτιωθεί με τη μείωση της επιτάχυνσης της δέσμης.

Επίσης, το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο μπορεί να πραγματοποιήσει στοιχειακή ανάλυση των δειγμάτων σε μικρο-κλίμακα. Όταν η δέσμη ηλεκτρονίων αλληλεπιδρά με το δείγμα, κάποια ηλεκτρόνια των ατόμων του δείγματος απομακρύνονται από τις αρχικές θέσεις τους. Τα κενά που δημιουργούνται καλύπτονται από ηλεκτρόνια υψηλότερων στιβάδων και το φαινόμενο συνοδεύεται από εκπομπή ακτίνων X, που είναι χαρακτηριστικές για κάθε στοιχείο.

Ένας ειδικός δέκτης ανιχνεύει τις εκλυόμενες ακτίνες X και στη συνέχεια, μέσω σύγκρισης με γνωστές τιμές ενέργειας, ο αναλυτής μπορεί να προσδιορίσει την ύπαρξη στοιχείων στο δείγμα. Η διαδικασία ονομάζεται Energy Dispersive Spectroscopy (EDS).

Για τις ανάγκες της παρούσας εργασίας έγινε μελέτη της μικροδομής και στοιχειακή ανάλυση σε 5 δοκίμια, ένα για κάθε μία από τις 4 ομάδες θερμικών κατεργασιών και ένα από το αρχικό υλικό, σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο τύπου 6380LV της JEOL. Η στοιχειακή ανάλυση έγινε με τη βοήθεια του αναλυτή INCA x-sight.

#### **4.3.2 Περίθλαση Ακτίνων X (X-Ray Diffraction – XRD)**

Η περίθλαση ακτίνων X χρησιμοποιήθηκε για την ταυτοποίηση των φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών των δοκιμίων και τον προσδιορισμό των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών επιπέδων ανάπτυξης.

Όταν ακτίνες X με ορισμένο μήκος κύματος  $\lambda$  εισέρχονται σε ένα στερεό σώμα αλληλεπιδρούν με τα ηλεκτρόνια του υλικού, τα οποία ουσιαστικά λειτουργούν σαν ηλεκτρικοί ταλαντωτές, με αποτέλεσμα την επανεκπομπή των ακτίνων στο χώρο, με το ίδιο μήκος κύματος  $\lambda$ . Το φαινόμενο ονομάζεται διάχυση των ακτίνων X και σε συνδυασμό με το φαινόμενο συμβολής που μπορεί να προκύψει από την αλληλεπίδραση της διαχεόμενης ακτινοβολίας με τα περιοδικά διατεταγμένα άτομα του υλικού, αποτελούν το φαινόμενο της περίθλασης των ακτίνων X.

Η σχέση της γωνίας πρόσπτωσης  $\theta$ , του μήκους κύματος  $\lambda$ , των ακτίνων X και της απόστασης  $d$  μεταξύ των διαδοχικών κρυσταλλικών επιπέδων δίνεται από το νόμο του Bragg:

$$2d\eta\theta = n\lambda$$

Η διάταξη του XRD αποτελείται από μία καθοδική λυχνία, που αποτελεί την πηγή των ακτίνων X, ένα φίλτρο που επιτρέπει τη διέλευση ενός συγκεκριμένου μήκους κύματος, καθιστώντας την ακτινοβολία μονοχρωματική, το γωνιόμετρο και τον ανιχνευτή της ακτινοβολίας. Το δοκίμιο βρίσκεται στο κέντρο του γωνιόμετρου, σε μορφή σκόνης ή λείας μεταλλικής επιφάνειας και πάνω του προσπίπτει η δέσμη των ακτίνων X, με γωνία πρόσπτωσης  $\theta$ . Το δοκίμιο, αλλά και ο ανιχνευτής της δέσμης κινούνται περιμετρικά, με σταθερή ταχύτητα. Πιο συγκεκριμένα, ο ανιχνευτής κινείται με διπλάσια ταχύτητα από το δοκίμιο, επομένως η καταγραφή της ακτινοβολίας γίνεται συναρτήσει της γωνίας  $2\theta$ . Μετά από κάθε μέτρηση, υπολογίζονται οι πλεγματικές αποστάσεις  $d$  για τα διάφορα κρυσταλλικά επίπεδα, με βάση το νόμο του Bragg και, με τη βοήθεια κατάλληλου λογισμικού, γίνεται η ταυτοποίηση των φάσεων του δοκιμίου.

Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας έγινε περίθλαση ακτίνων X σε 5 δοκίμια, ένα για κάθε μία από τις 4 ομάδες θερμικών κατεργασιών και ένα από το αρχικό υλικό, σε συσκευή τύπου D8 Focus της Bruker, με λυχνία Cu και μήκος κύματος  $\lambda = 1,5406\text{\AA}$ . Εφαρμόστηκε διαφορά δυναμικού  $\Delta V = 40\text{ kV}$ , με βήμα σάρωσης  $0,03^\circ/\text{sec}$  και εύρος γωνίας σάρωσης μεταξύ  $30^\circ$  και  $110^\circ$ .

## 4.4 Τεχνικές Μέτρησης Μηχανικών Ιδιοτήτων

### 4.4.1 Δοκιμή Εφελκυσμού

Ο εφελκυσμός είναι μία μονοαξονική κατάσταση ενός παραμορφώσιμου στερεού σώματος. Κατά τον εφελκυσμό, δύο αντίθετης φοράς δυνάμεις ασκούνται στο σώμα και τείνουν να το επιμηκύνουν. Η συνισταμένη των δυνάμεων ( $\Sigma F$ ) είναι μηδέν, ενώ η τάση και η παραμόρφωση βρίσκονται από τις σχέσεις  $\sigma = F/A_0$  και  $\varepsilon = \Delta l/l_0$  αντίστοιχα.

Η δοκιμή εφελκυσμού γίνεται από ειδικό μηχάνημα μέτρησης σε δοκίμια συγκεκριμένη μορφολογίας και διαστάσεων, που καθορίζονται βάσει προτύπων. Η δοκιμή εφελκυσμού είναι μία από τις πλέον διαδεδομένες δοκιμές και παρέχει

βασικές πληροφορίες για τις μηχανικές ιδιότητες ενός υλικού. Με βάση τις τιμές του φορτίου και την επιμήκυνση του δοκιμίου, κατασκευάζεται το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης, από το οποίο μπορούν να υπολογισθούν, το μέτρο ελαστικότητας, το όριο διαρροής και η μέγιστη εφελκυστική αντοχή. Επίσης, μπορεί να γίνει και χαρακτηρισμός της ολκιμότητας του υλικού, ενώ τα δοκίμια εφελκυσμού, μετά το τέλος της δοκιμής, μπορούν να μελετηθούν με σκοπό το χαρακτηρισμό της θραύσης.

Πραγματοποιήθηκαν 3 μετρήσεις για κάθε ομάδα δοκιμίων, με τη βοήθεια μηχανής Instron – Model 4482. Η ταχύτητα εφελκυσμού ήταν 1mm/min, ενώ τα δοκίμια είχαν διαμορφωθεί με βάση το πρότυπο ASTM E8, όπως έχει αναφερθεί και παραπάνω (§4.2.1).

#### **4.4.2 Σκληρομέτρηση**

Η δοκιμή σκληρομέτρησης περιλαμβάνει την εισχώρηση ενός διεισδυτή, γνωστής γεωμετρίας και μηχανικών ιδιοτήτων, στο υλικό και τη μέτρηση της αντίστασης του υλικού στην πλαστική παραμόρφωση. Η γεωμετρία του διεισδυτή εξαρτάται από τη μέθοδο σκληρομέτρησης και μπορεί να είναι σφαιρική (μέθοδος Brinell), πυραμίδα (μέθοδοι Vickers και Knoop) ή κωνική (μέθοδος Rockwell). Στις τρεις πρώτες μεθόδους, η τιμή της σκληρότητας υπολογίζεται από το φορτίο που δέχθηκε η περιοχή στην οποία έγινε η διείσδυση και μετριέται σε  $\text{kgf/mm}^2$ , ενώ στη μέθοδο Rockwell η τιμή της σκληρότητας εξαρτάται από το βάθος διείσδυσης.

Η δοκιμή σκληρομέτρησης χρησιμοποιείται ευρέως για το χαρακτηρισμό των μηχανικών ιδιοτήτων των μεταλλικών υλικών, αφού είναι μία σχετικά γρήγορη δοκιμή, που δεν απαιτεί ειδική προετοιμασία των δειγμάτων και έχει μικρό κόστος.

Ειδικά στη μέθοδο Rockwell ο διεισδυτής πρόκειται για κώνο, από διαμάντι,  $120^\circ$  και ακτίνας 200 $\mu\text{m}$ . Για τη σκληρομέτρηση πιο μαλακών υλικών, όπως είναι οι χυτοσίδηροι, γίνεται και χρήση σφαιρικών διεισδυτών από γάλυβα ή καρβίδιο του βολφραμίου, διαμέτρου 1/16, 1/8, 1/4 και 1/2 in.

Η μέθοδος Rockwell περιλαμβάνει 30 διαφορετικές κλίμακες, ανάλογα με το είδος του διεισδυτή και το μέγεθος του φορτίου. Οι πιο διαδεδομένες κλίμακες είναι οι Rockwell A (HRA), B (HRB) και C (HRC), όπου γίνεται χρήση διεισδυτή από διαμάντι, σφαιρικού διεισδυτή 1/16in και διεισδυτή από διαμάντι, με φορτίο 60, 100 και 150kgf αντίστοιχα. Πριν τη μέτρηση της σκληρότητας γίνεται μια αρχική διείσδυση με φορτίο 10kgf για να σταθεροποιηθεί το δείγμα. Αυτή η αρχική φόρτιση

μειώνει την επιφανειακή προετοιμασία που απαιτείται για το δείγμα πριν τη σκληρομέτρηση.

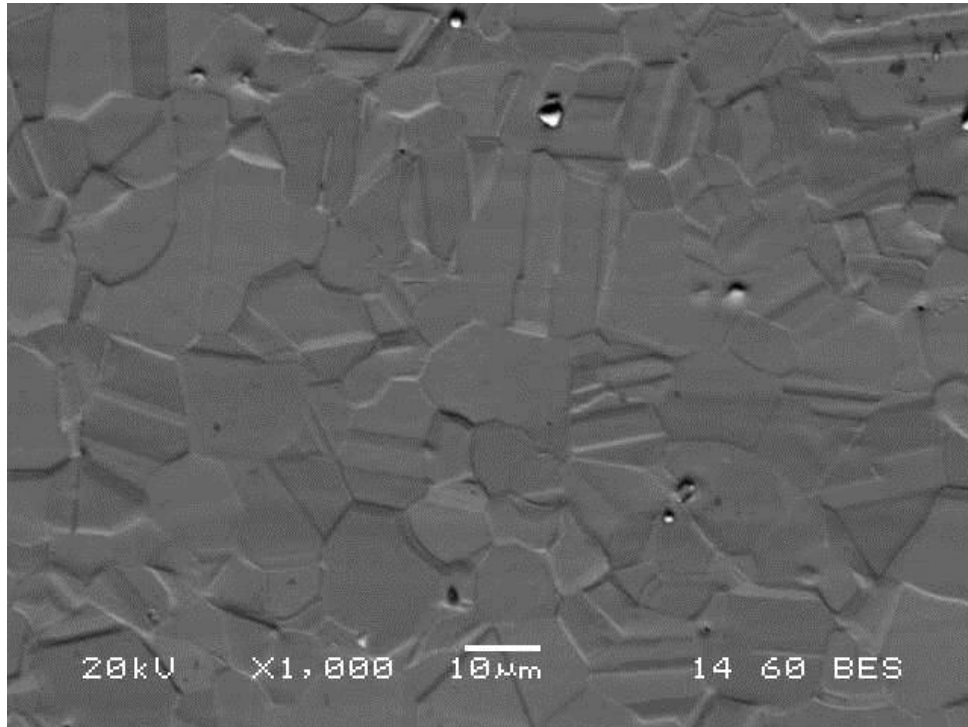
Οι σκληρομετρήσεις των δοκιμίων πραγματοποιήθηκαν στις εγκαταστάσεις της ΕΑΒ, με σκληρόμετρο Instron. Η κλίμακα που χρησιμοποιήθηκε ήταν η Rockwell C.



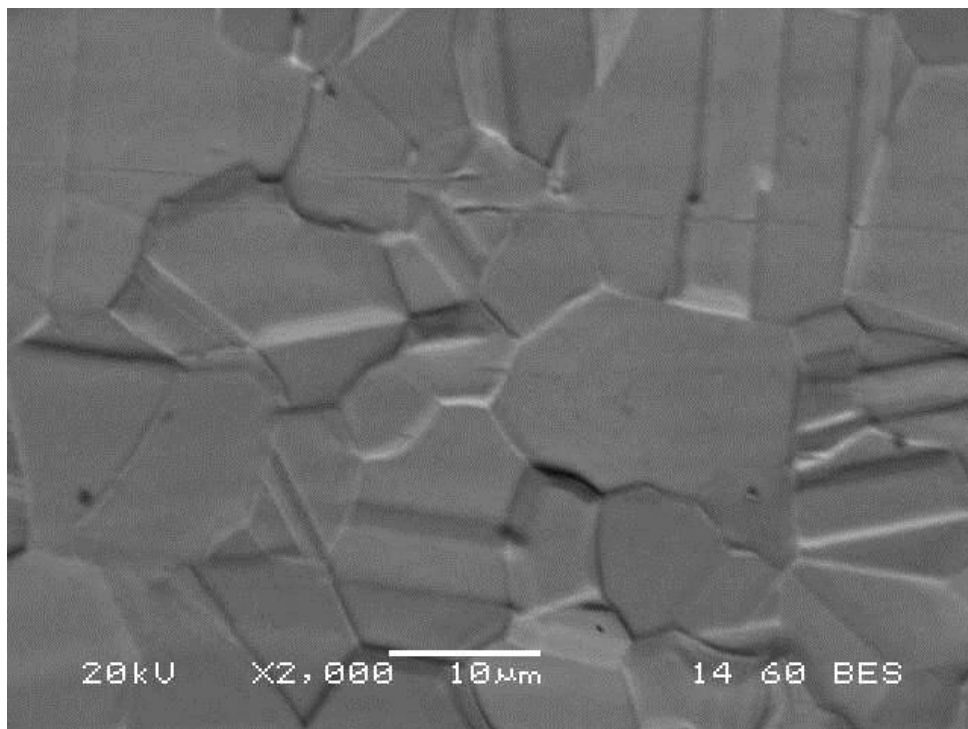
## 5 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

### 5.1 Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωση

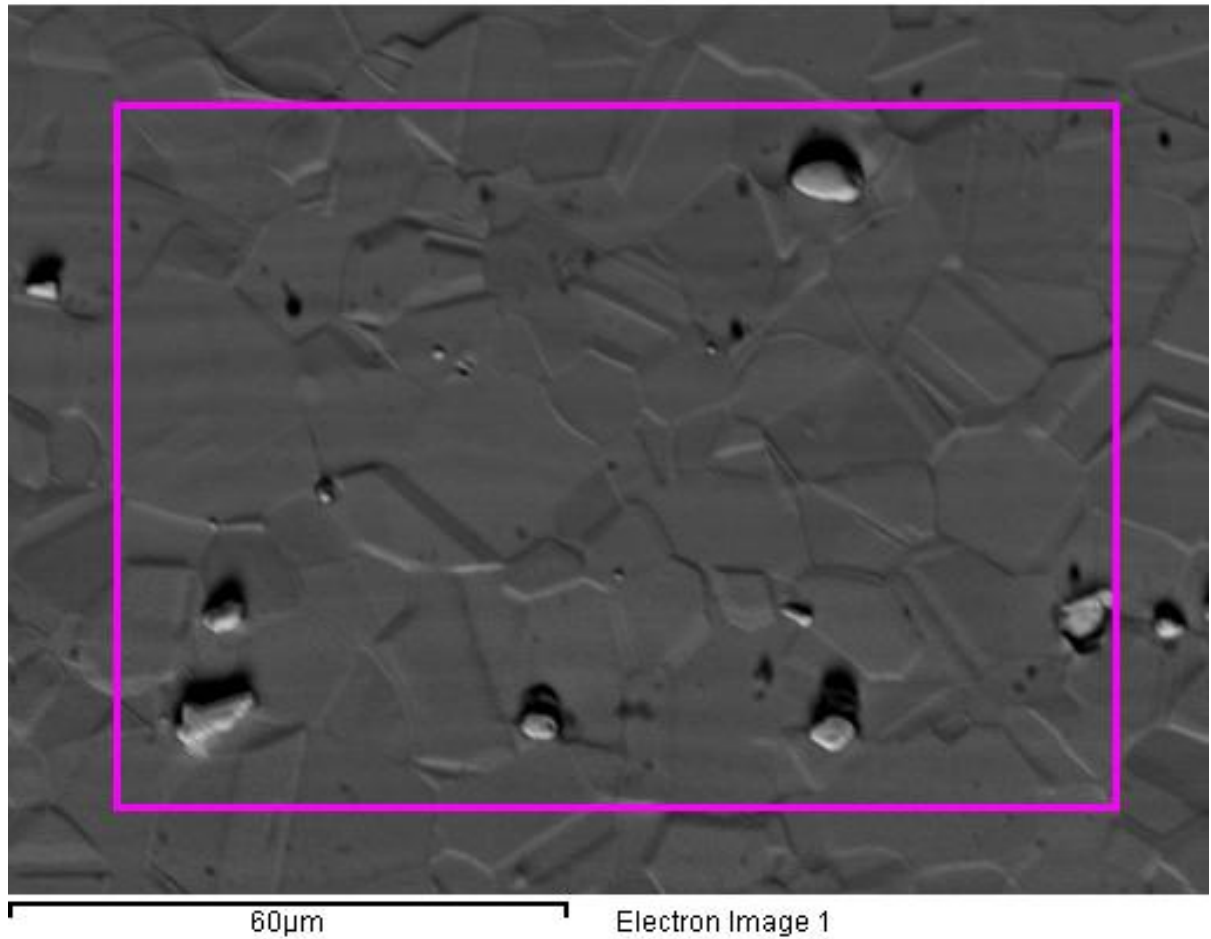
#### 5.1.1 Δοκίμιο ASR



Εικόνα 20 - Μικροδομή δοκιμίου ASR

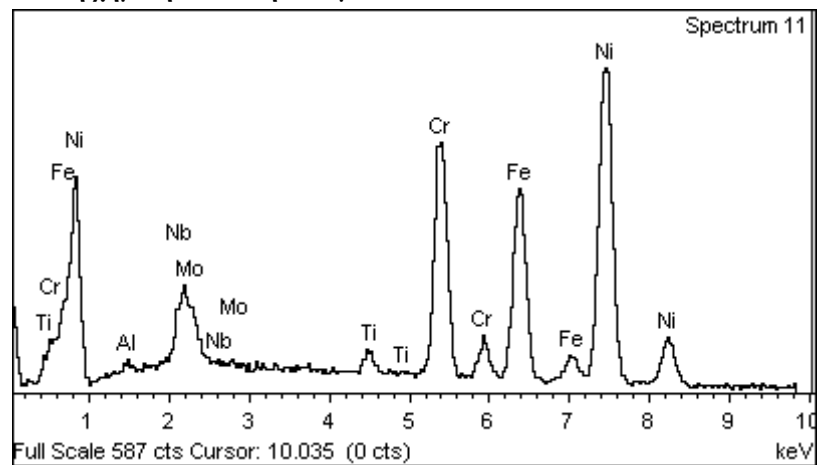


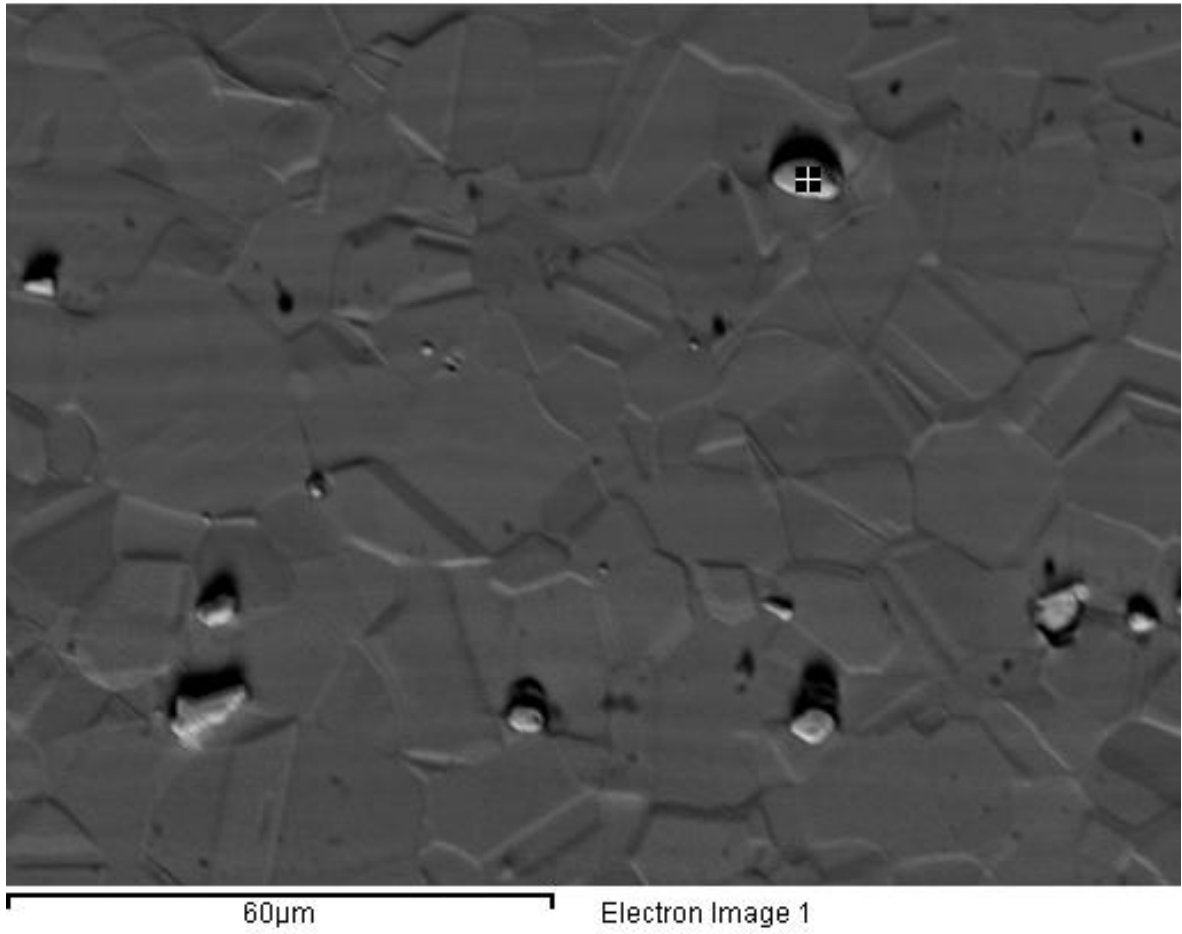
Εικόνα 21 - Μικροδομή δοκιμίου ASR –Όρια κόκκων



**Πίνακας 6 - Γενική χημική ανάλυση Δοκιμίου ASR**

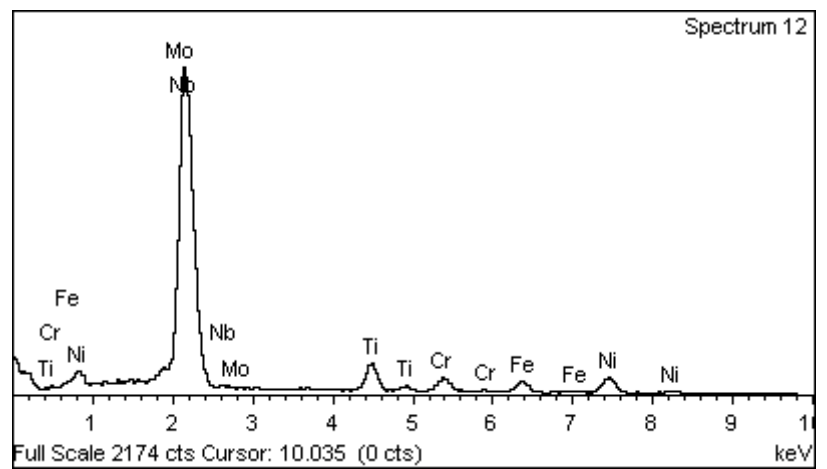
Element	Weight%	Atomic%
Al K	0.47	1.00
Ti K	1.09	1.32
Cr K	18.57	20.77
Fe K	19.76	20.57
Ni K	51.55	51.04
Nb L	5.56	3.48
Mo L	3.00	1.82
Totals	100.00	





Πίνακας 7 - Σημειακή ανάλυση καρβιδίου

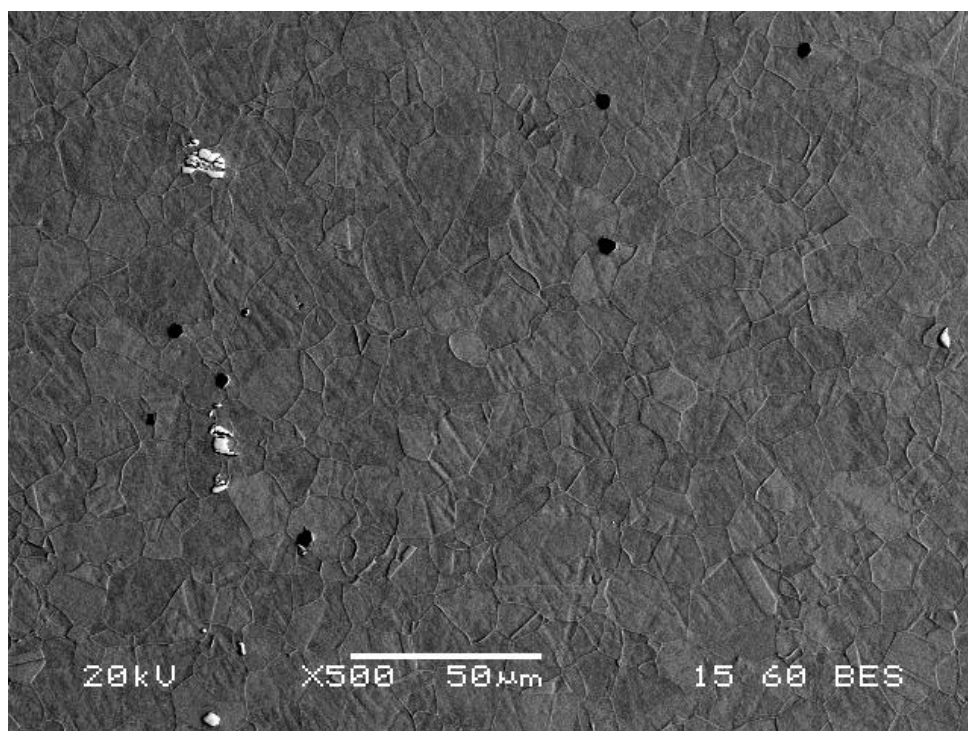
Element	Weight%	Atomic%
Ti K	6.29	10.53
Cr K	3.65	5.63
Fe K	3.62	5.19
Ni K	8.23	11.23
Nb L	77.14	66.53
Mo L	1.06	0.89
Totals	100.00	



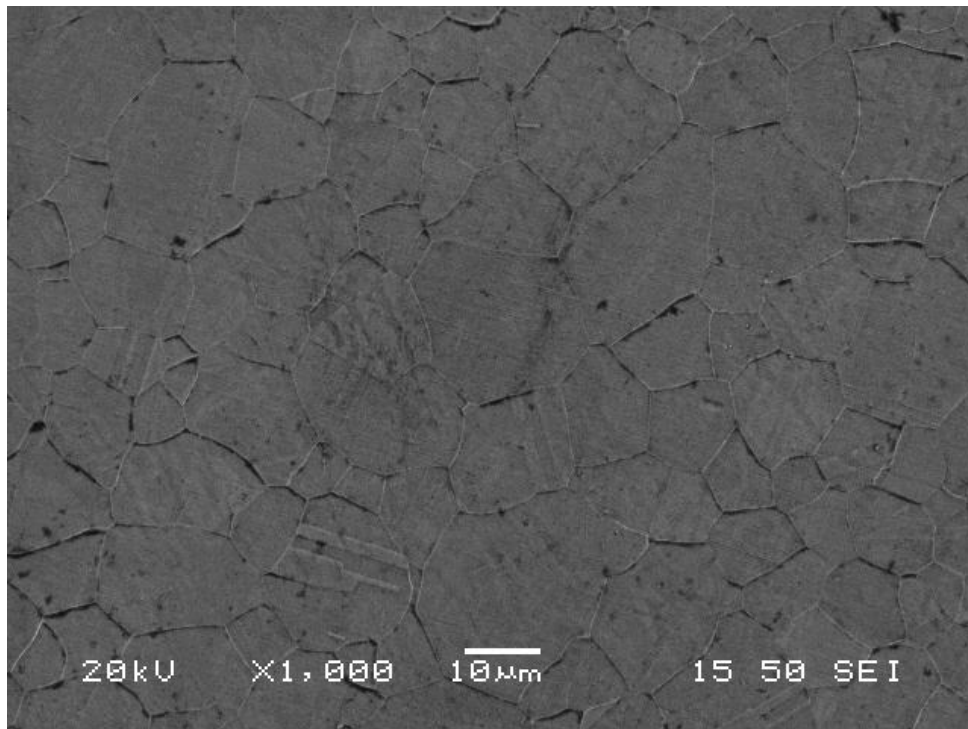
Το δοκίμιο ASR δεν έχει υποβληθεί σε κάποια θερμική κατεργασία γήρανσης, επομένως η μικροδομή του δεν αναμένεται να παρουσιάζει κάποια ενδομεταλλική φάση. Εκτός από τους κόκκους της ωστενιτικής μήτρας, εντοπίζονται και κατακρημνίσματα διαφόρων μεγεθών, με ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου στην εικόνα των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων, τα οποία είναι ετερογενώς διεσπαρμένα σε αυτή, αλλά και στα όρια των κόκκων. Με βάση τη θερμική προϋστορία του υλικού, αλλά και όσα έχουν αναφερθεί παραπάνω (§3.4), το καρβίδιο αναμένεται να είναι καρβίδιο τύπου MC. Οι κόκκοι της μήτρας  $\gamma$  είναι πολυγωνικοί, με μέσο μέγεθος τα 20 $\mu\text{m}$ . Επίσης, παρατηρούνται οι χαρακτηριστικές διδυμίες της FCC δομής.

Η χημική ανάλυση της μήτρας αντιστοιχεί στην τυπική χημική σύσταση του υλικού, ενώ η χημική ανάλυση του καρβιδίου επιβεβαιώνει τον παραπάνω συλλογισμό, με το κατακρημνισμα να είναι πλούσιο σε Nb, που είναι στοιχείο με μεγάλο ατομικό αριθμό.

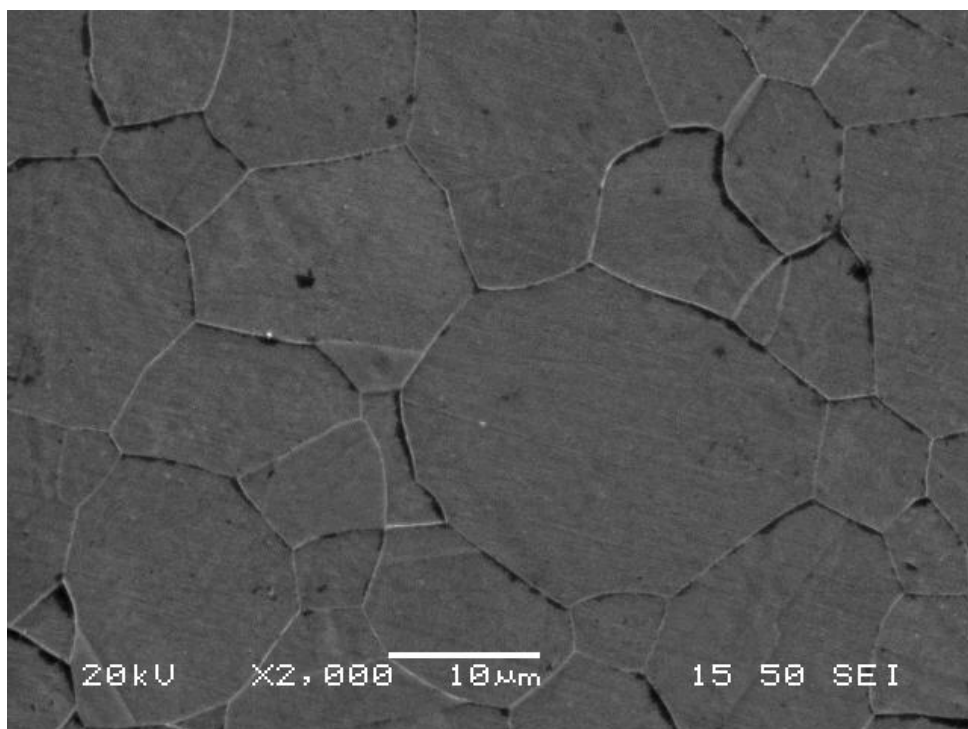
### 5.1.2 Δοκίμιο A



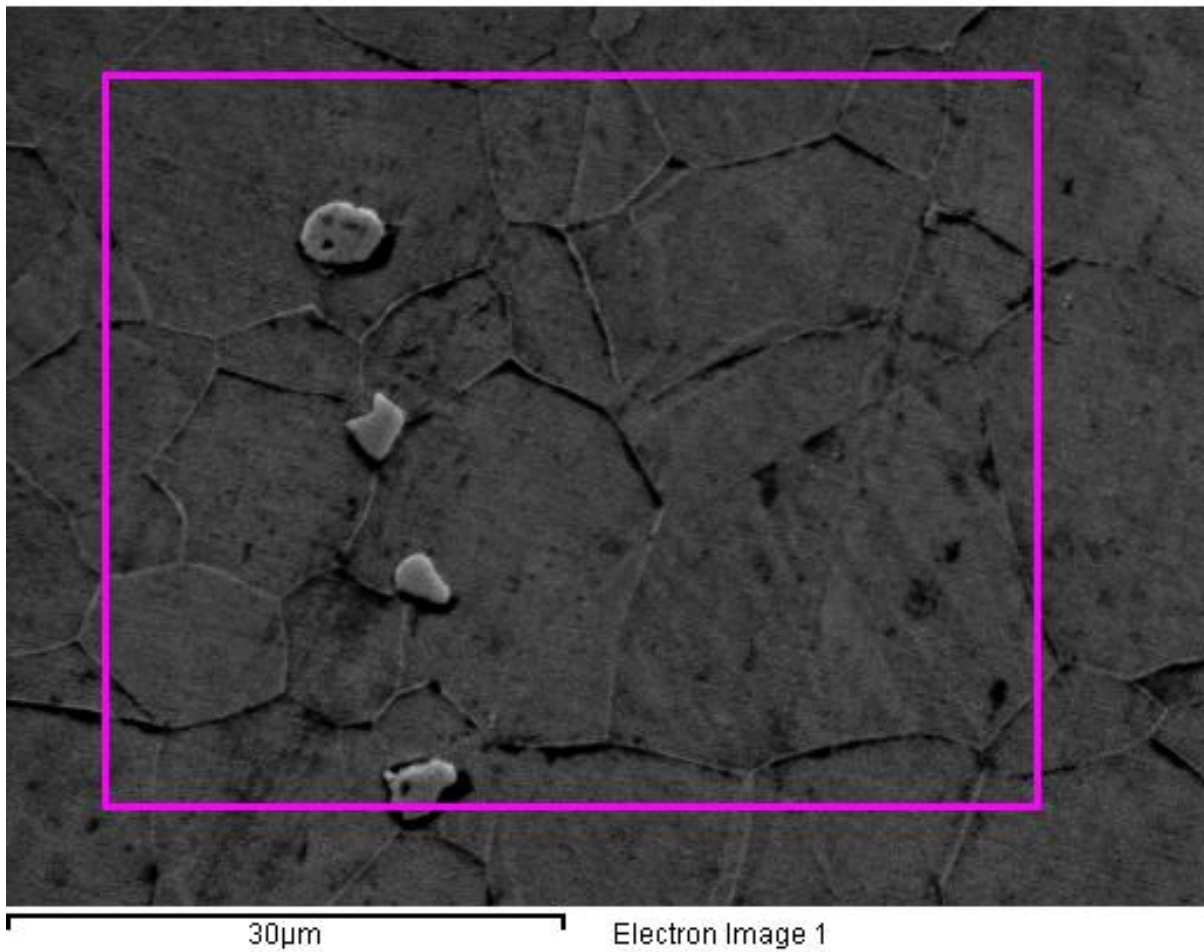
Εικόνα 22 - Μικροδομή δοκιμίου A (Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια)



**Εικόνα 23 - Μικροδομή δοκιμίου Α (Δευτερογενή ηλεκτρόνια)**

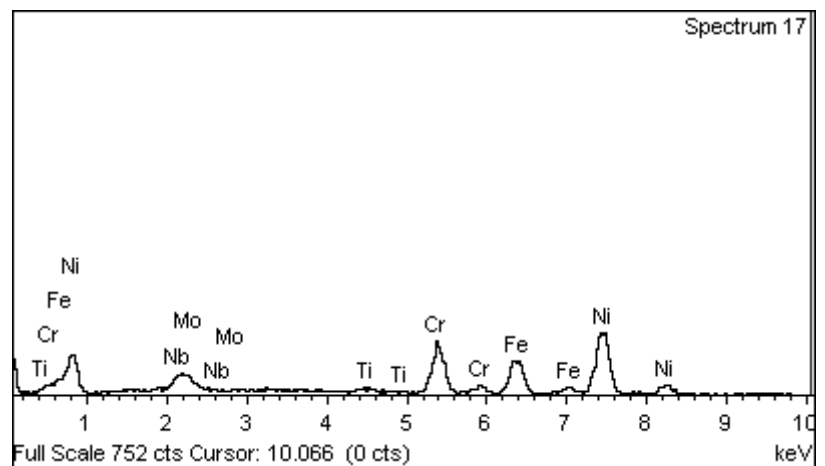


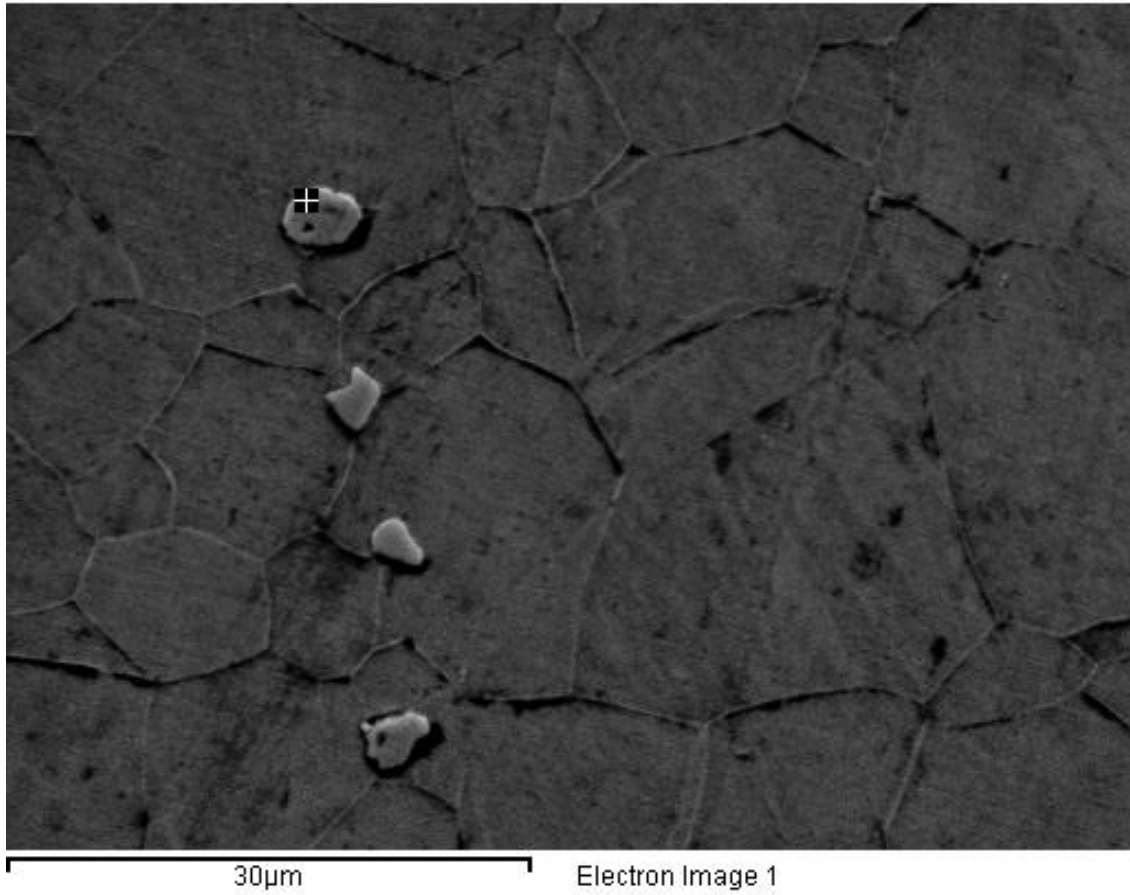
**Εικόνα 24 - Όρια κόκκων**



Πίνακας 8 - Γενική χημική ανάλυση Δοκιμίου A

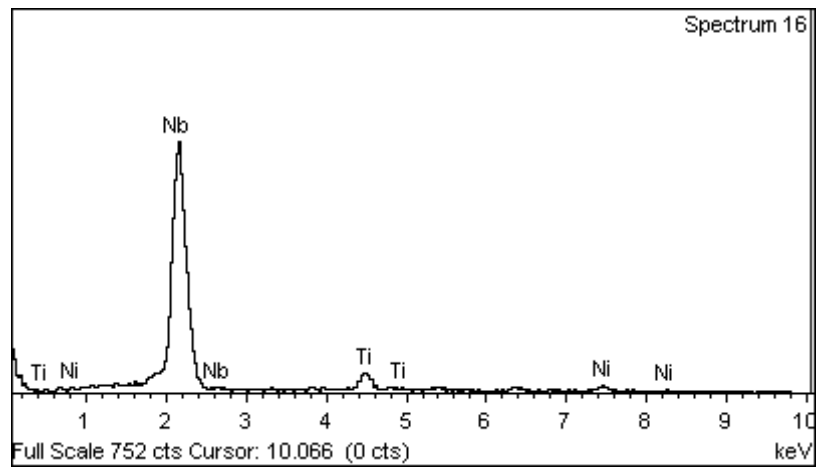
Element	Weight%	Atomic%
Ti K	0.78	0.96
Cr K	18.48	20.89
Fe K	18.99	20.00
Ni K	51.95	52.02
Nb L	6.34	4.01
Mo L	3.46	2.12
Totals	100.00	





Πίνακας 9 - Σημειακή Ανάλυση Καρβιδίου

Element	Weight%	Atomic%
Ti K	6.10	10.98
Ni K	3.57	5.24
Nb L	90.33	83.78
Totals	100.00	



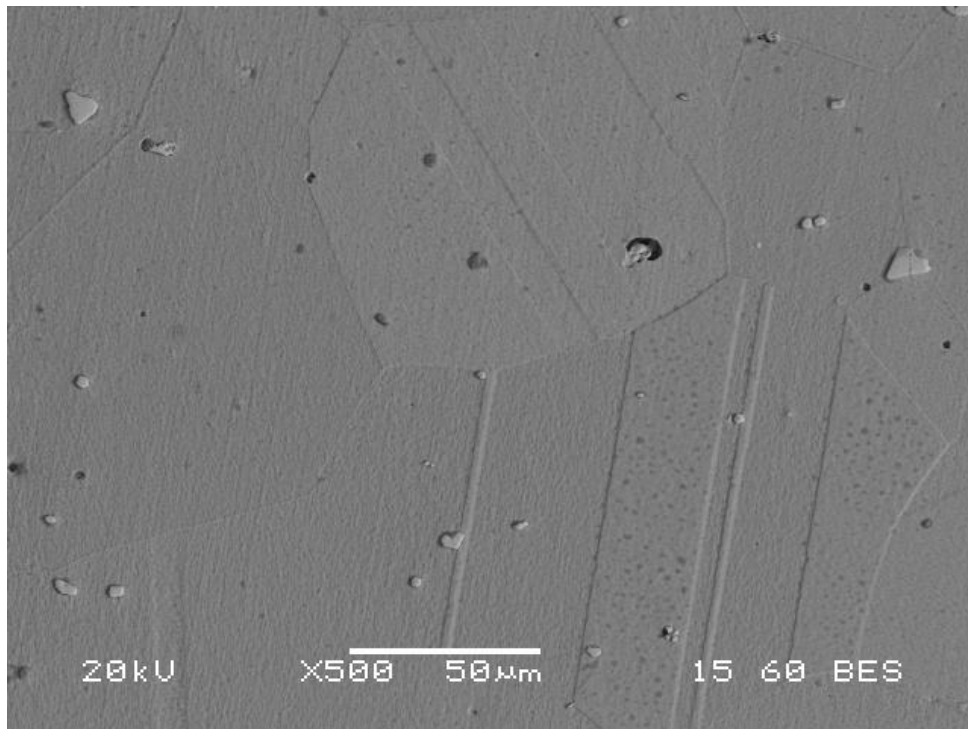
Το δοκίμιο A έχει υποβληθεί σε θερμική κατεργασία γήρανσης, επομένως αναμένεται η παρουσία κατακρημνισμάτων  $\gamma'$  και  $\gamma''$ , ειδικά στα όρια των κόκκων. Όπως φαίνεται στην Εικόνα 24, δεν παρατηρείται κάποια ενδομεταλλική φάση στα όρια των κόκκων, με τη μικροδομή να εμφανίζει αρκετές ομοιότητες με αυτή του δοκιμίου ASR. Η απουσία κατακρημνισμάτων αποδίδεται στο μικρό μέγεθος τους, με αποτέλεσμα την αδυναμία παρατήρησής τους με το SEM. Με βάση τα αποτελέσματα των τεχνικών μέτρησης των μηχανικών ιδιοτήτων, που αναφέρονται παρακάτω (§5.3 και §5.4), οι θερμικές κατεργασίες ήταν επιτυχείς, τόσο για το δοκίμιο A, όσο και για τα υπόλοιπα δοκίμια.

Στις εικόνες των δευτερογενών ηλεκτρονίων παρατηρείται έντονο τοπογραφικό ανάγλυφο, ενώ το μέσο μέγεθος κόκκου δεν αλλάζει, αφού η θερμική κατεργασία έγινε σε θερμοκρασίες στις οποίες δεν προβλέπεται ανακρυστάλλωση.

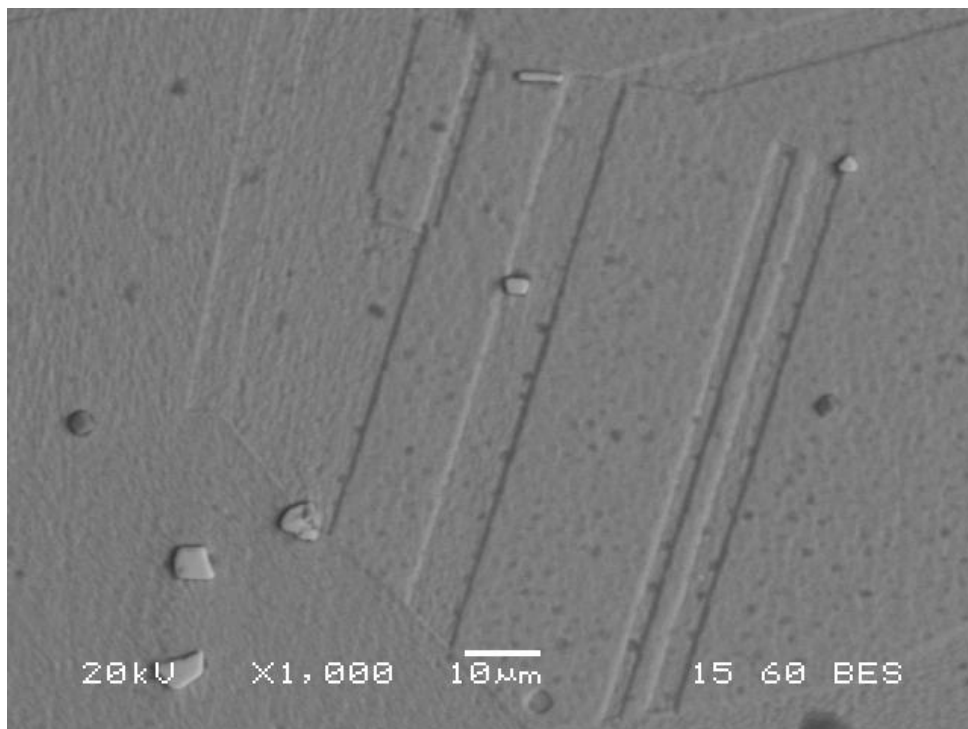
Όπως και στο δοκίμιο ASR, η χημική ανάλυση της μήτρας ταυτίζεται με τη χημική σύσταση του κράματος, ενώ οι περιοχές με την ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου, που εμφανίζονται και πάλι ενδοκρυσταλλικά και περικρυσταλλικά, χαρακτηρίζονται και πάλι ως πλούσια σε Nb καρβίδια MC. Σημειώνεται ότι περιοχές με σκουρόχρωμη αντίθεση πεδίου δεν αποτελούν κάποιο κατακρήμνισμα, αλλά πρόκειται για σημεία από τα οποία αποκόλλησε κάποιο καρβίδιο κατά την προετοιμασία του δοκιμίου.



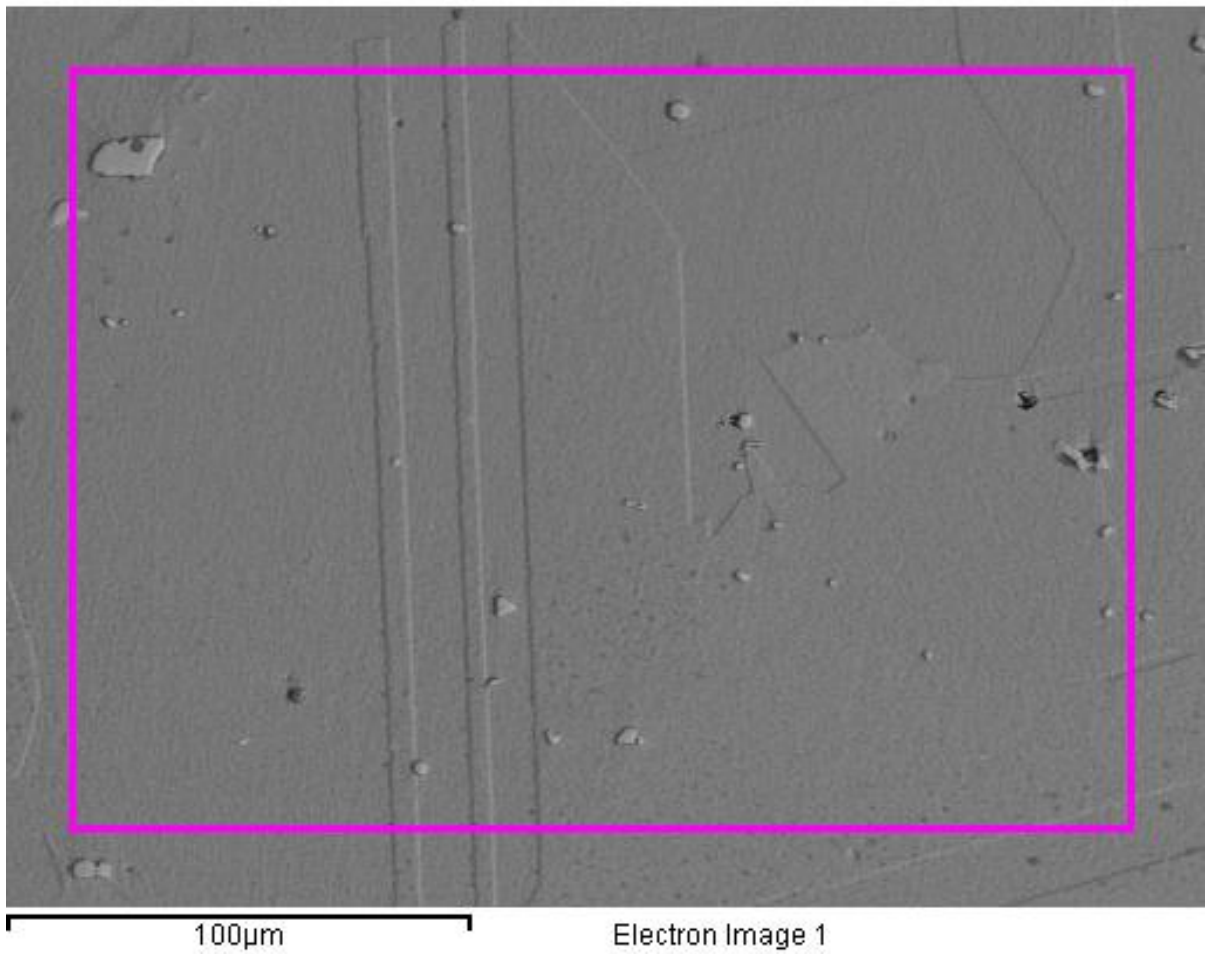
### 5.1.3 Δοκίμιο Β



Εικόνα 25 - Μικροδομή δοκιμίου Β (Οπισθοσκαδαζόμενα ηλεκτρόνια)

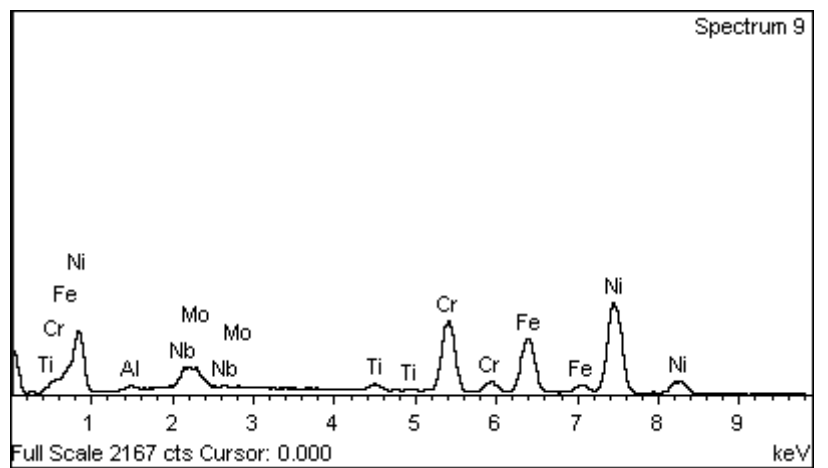


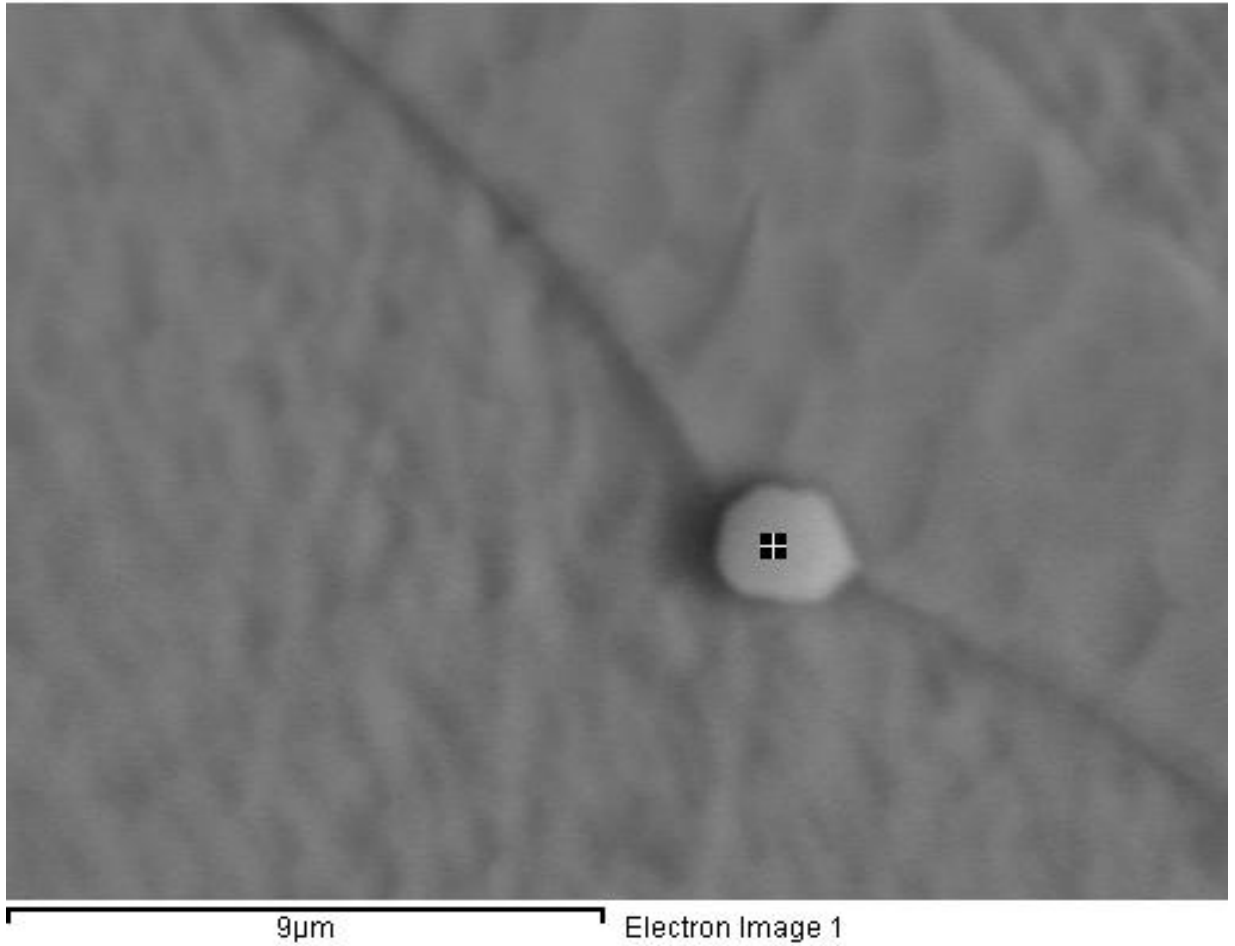
Εικόνα 26 - Κόκκος φάσης γ



Πίνακας 10 - Γενική χημική ανάλυση Δοκιμίου Β

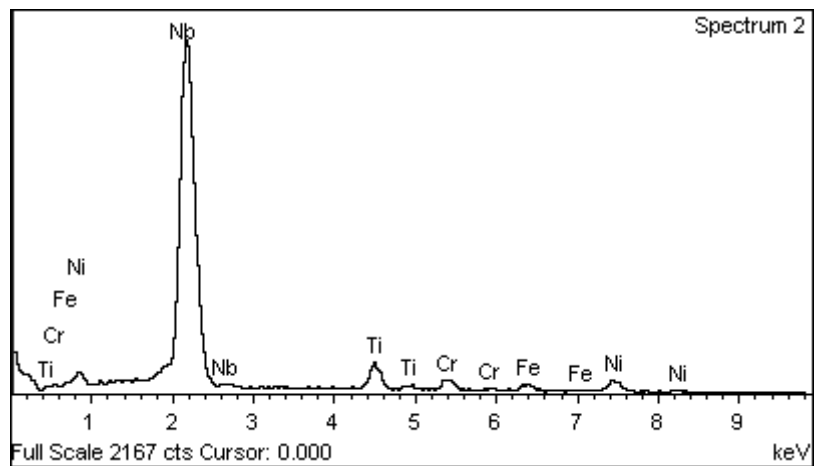
Element	Weight%	Atomic%
Al K	0.84	1.79
Ti K	1.07	1.29
Cr K	18.65	20.76
Fe K	19.66	20.37
Ni K	51.29	50.55
Nb L	5.51	3.43
Mo L	2.99	1.80
Totals	100.00	





Πίνακας 11 - Σημειακή ανάλυση καρβιδίου

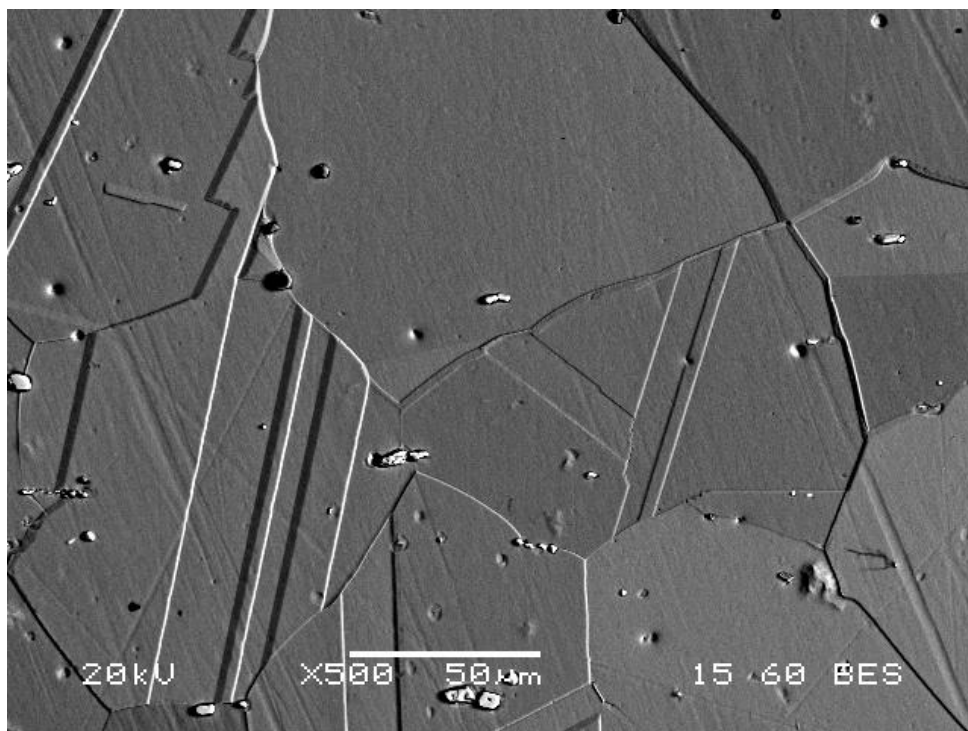
Element	Weight%	Atomic%
Ti K	5.98	10.25
Cr K	3.35	5.29
Fe K	2.67	3.92
Ni K	5.49	7.67
Nb L	82.51	72.87
Totals	100.00	



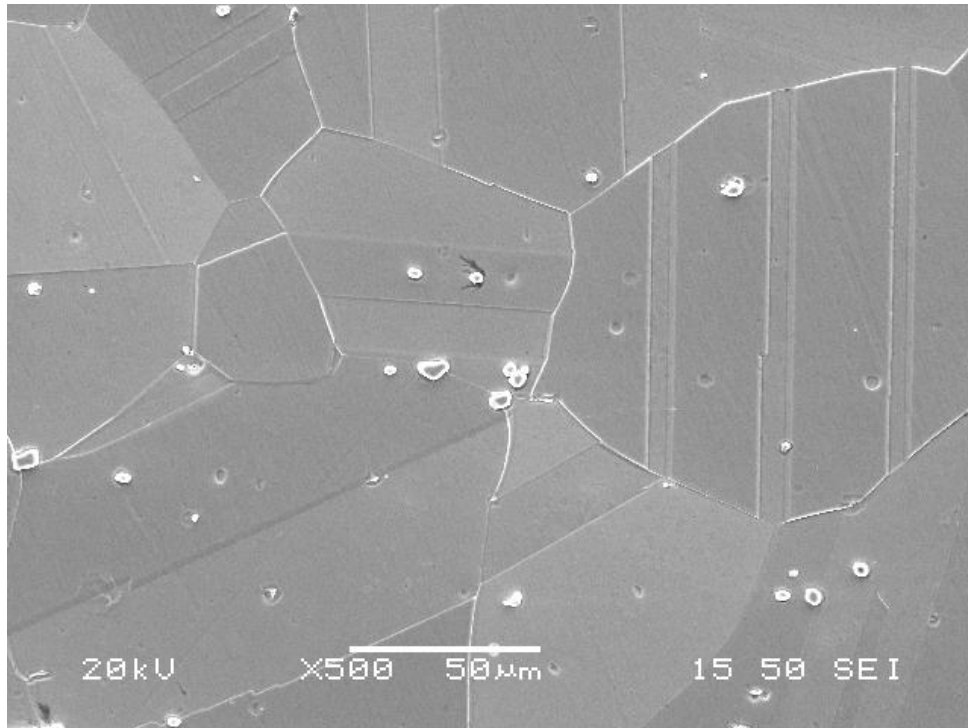
Όπως και στο προηγούμενο δοκίμιο, οι φάσεις σκλήρωσης έχουν κατακρημνιστεί, όμως δεν είναι δυνατό να παρατηρηθούν. Παρατηρείται αύξηση του μεγέθους των κόκκων, με τους κόκκους να κυμαίνονται μεταξύ 50 και 70μm, καθώς και αύξηση των διδυμιών. Η αύξηση του μεγέθους των κόκκων ήταν αναμενόμενη, λόγω της έκθεσης του υλικού στη θερμοκρασία των 1060°C για μεγαλύτερο χρονικό διάστημα. Παράλληλα, πιθανολογείται ότι ο μεγαλύτερος χρόνος διαλυτοποίησης οδήγησε σε πλήρη διαλυτοποίηση της φάσης δ, η οποία περιορίζει την ανάπτυξη των κόκκων, αν και η παραπάνω θεωρία δεν μπορεί να αποδειχθεί με τα μέσα που ήταν διαθέσιμα για την παρούσα εργασία.

Τα καρβίδια εμφανίζονται και σε αυτό το δοκίμιο στις ίδιες περιοχές με τα προηγούμενα, αφού αποτελούν θερμοδυναμικά σταθερές φάσεις και η θερμοκρασία διαλυτοποίησης τους είναι υψηλότερη από τη θερμοκρασία της διαλυτοποίησης. Η χημική τους ανάλυση εμφάνισε και πάλι υψηλή συγκέντρωση Nb, επιβεβαιώνοντας, εκ νέου, ότι πρόκειται για καρβίδια τύπου MC, ενώ η χημική ανάλυση της μήτρας ταυτίστηκε, για ακόμα μία φορά, με την προβλεπόμενη χημική σύσταση του κράματος.

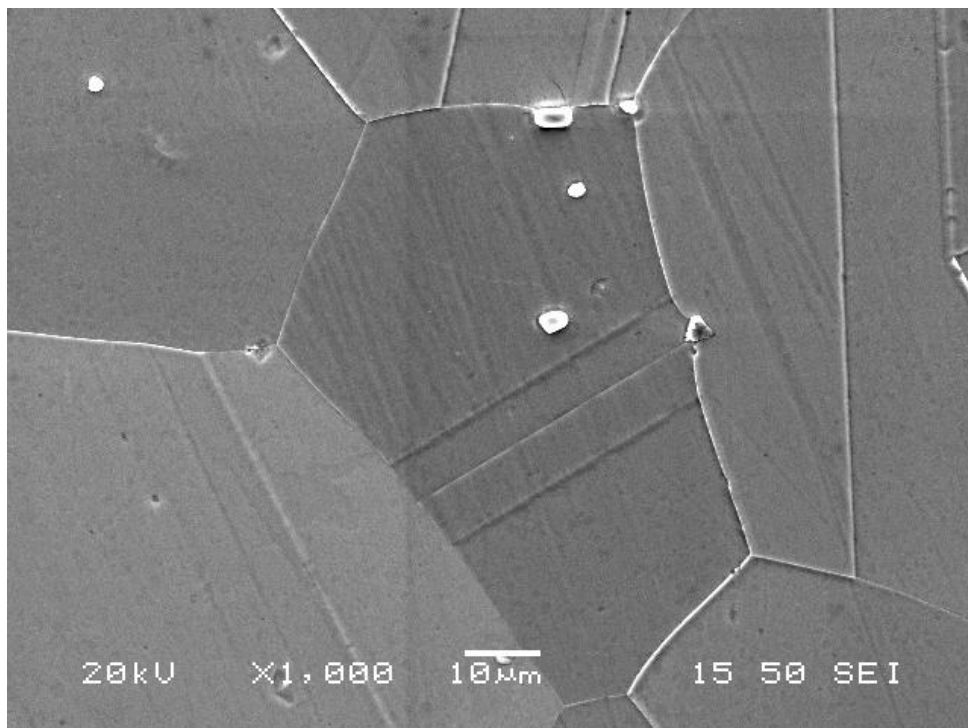
#### 5.1.4 Δοκίμιο Γ



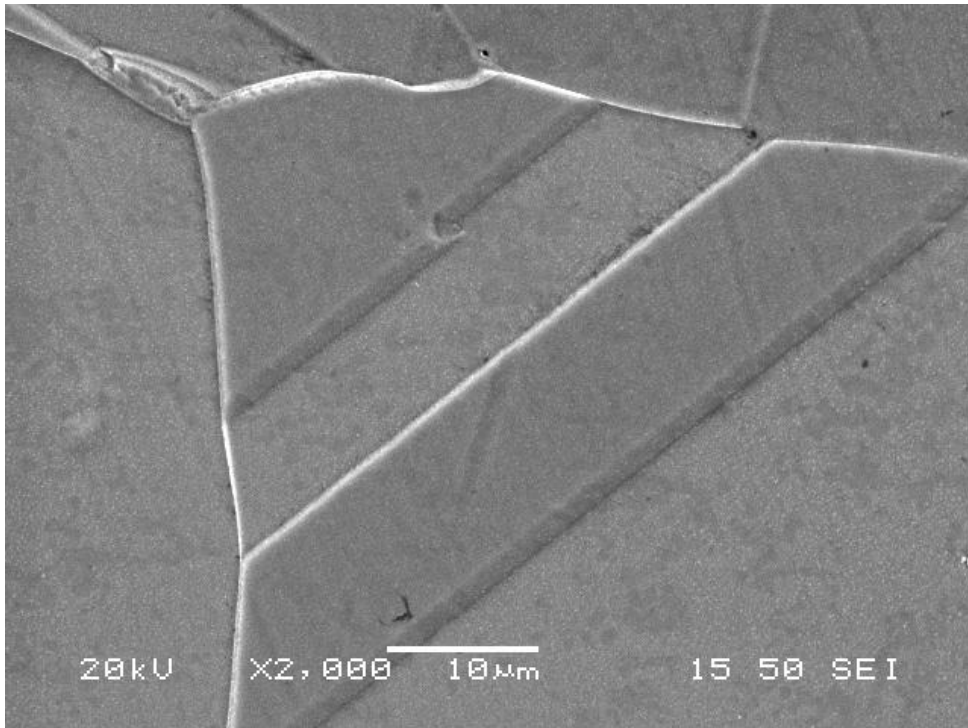
Εικόνα 27 -Μικροδομή δοκιμίου Γ (Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια)



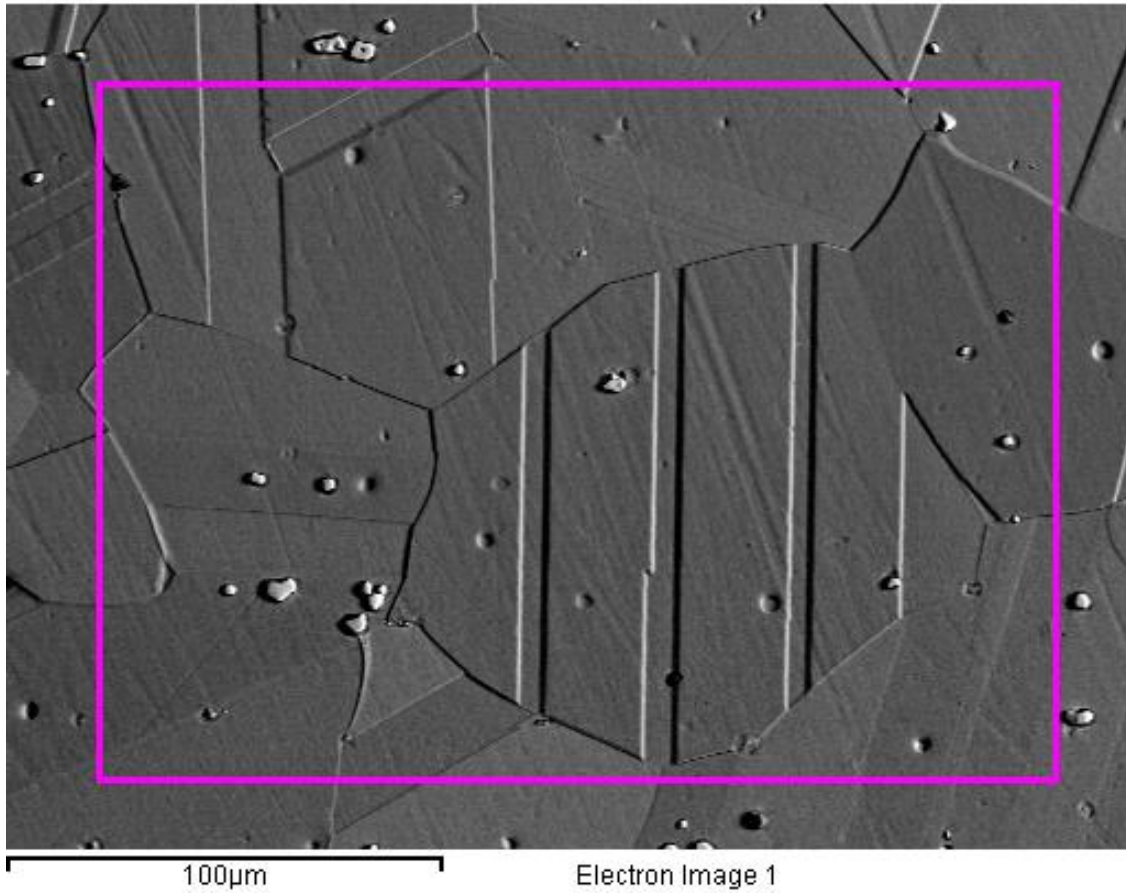
**Εικόνα 28 - Μικροδομή δοκιμίου Α (Δευτερογενή ηλεκτρόνια)**



**Εικόνα 29 - Κόκκοι γ και καρβίδια**

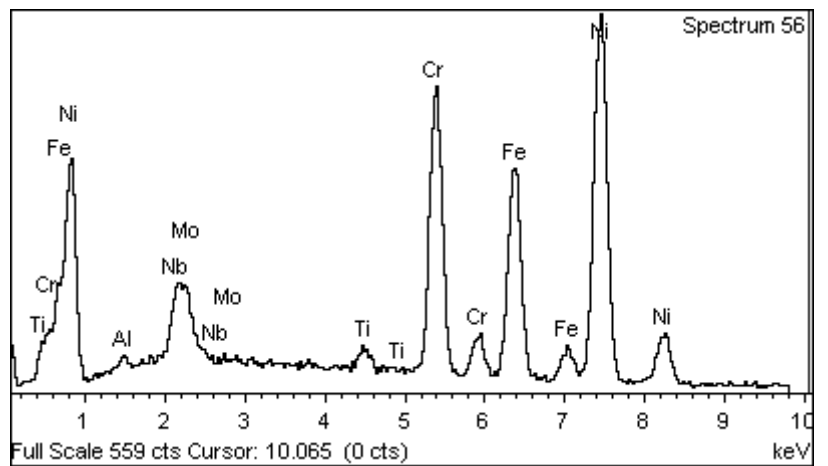


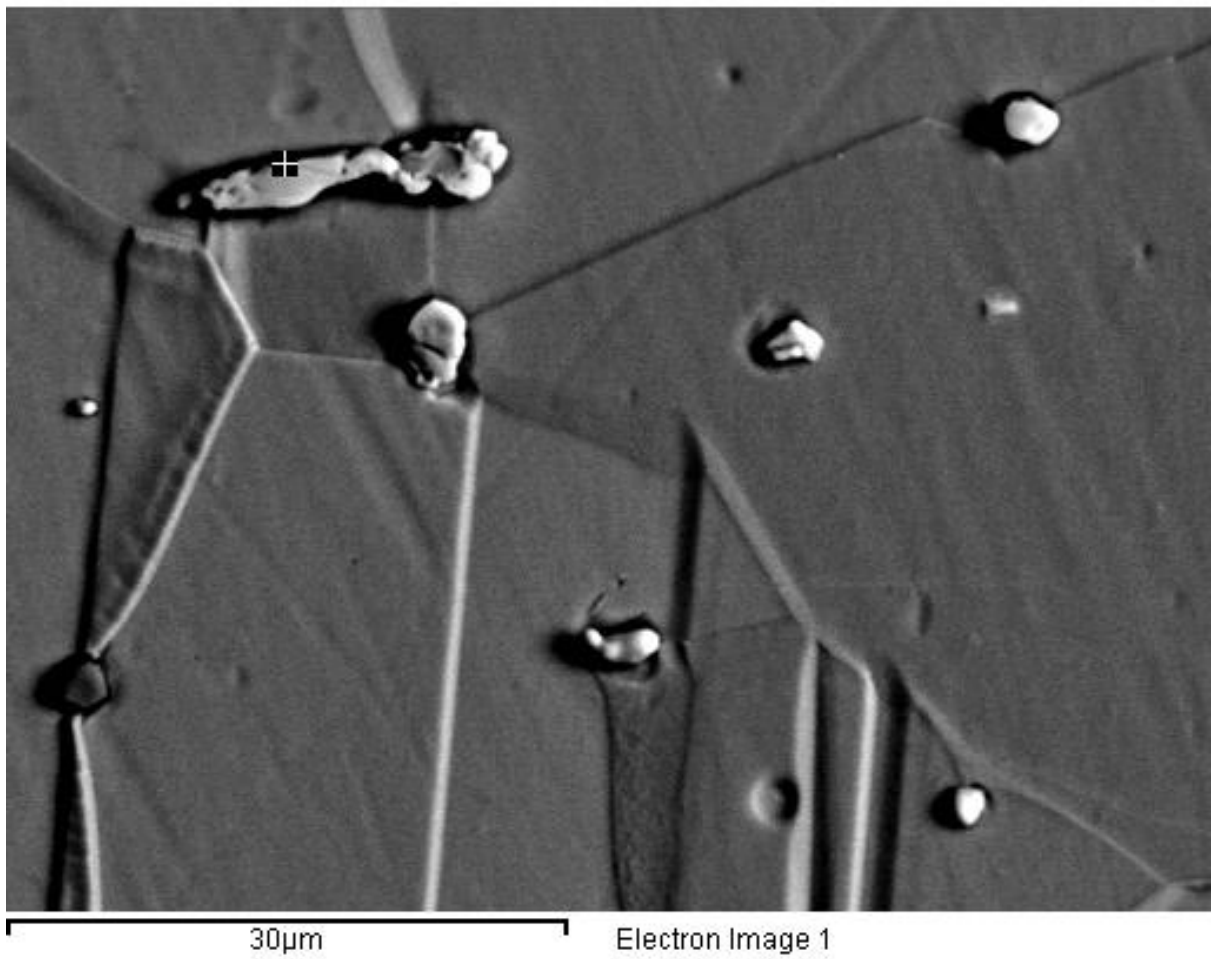
**Εικόνα 30 - Όρια κόκκων**



Πίνακας 12 - Γενική χημική ανάλυση Δοκιμίου Γ

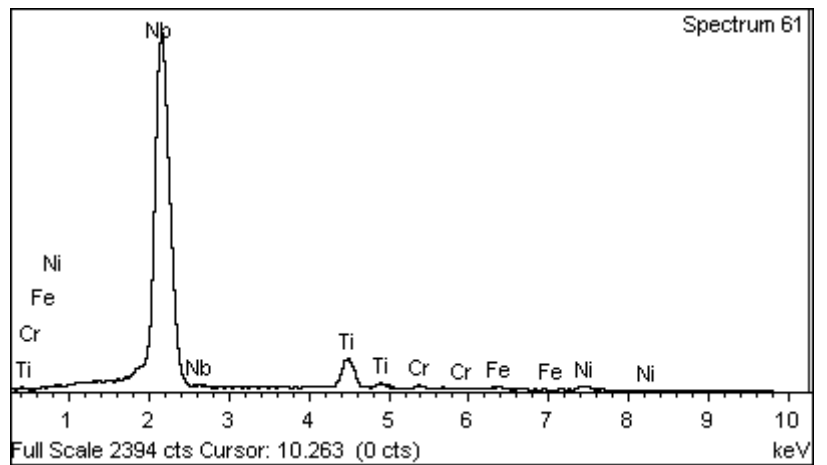
Element	Weight%	Atomic%
Al K	0.59	1.27
Ti K	1.05	1.27
Cr K	19.08	21.27
Fe K	19.56	20.31
Ni K	51.41	50.76
Nb L	5.24	3.27
Mo L	3.08	1.86
Totals	100.00	





Πίνακας 13 - Σημειακή χημική ανάλυση καρβιδίου

Element	Weight%	Atomic%
Ti K	7.99	14.09
Cr K	0.94	1.53
Fe K	0.77	1.17
Ni K	2.13	3.06
Nb L	88.17	80.16
Totals	100.00	

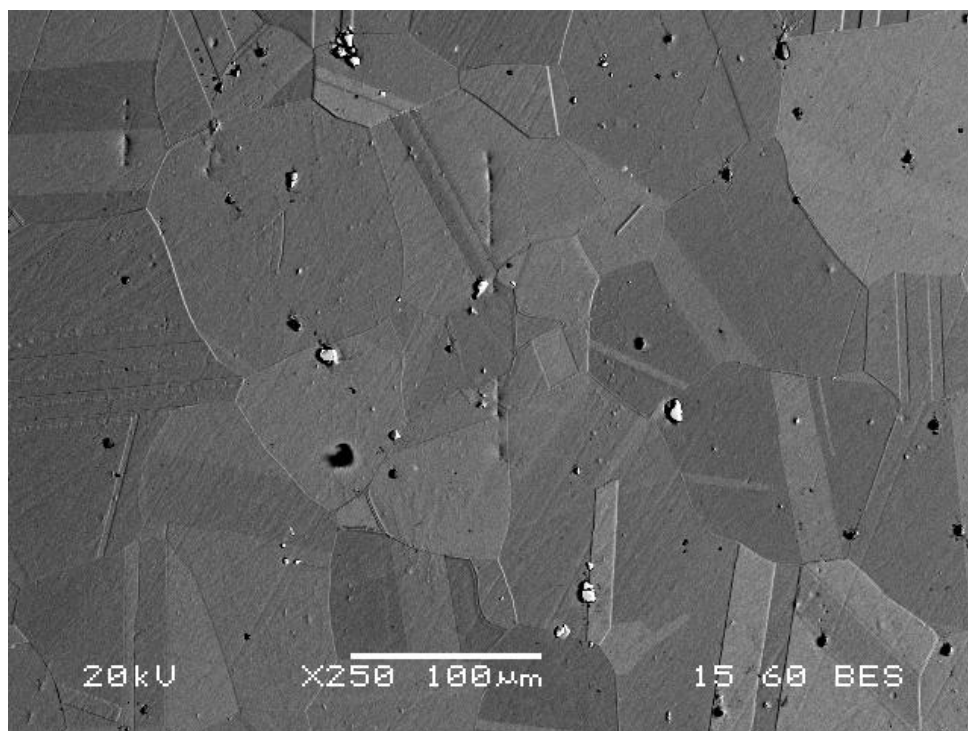




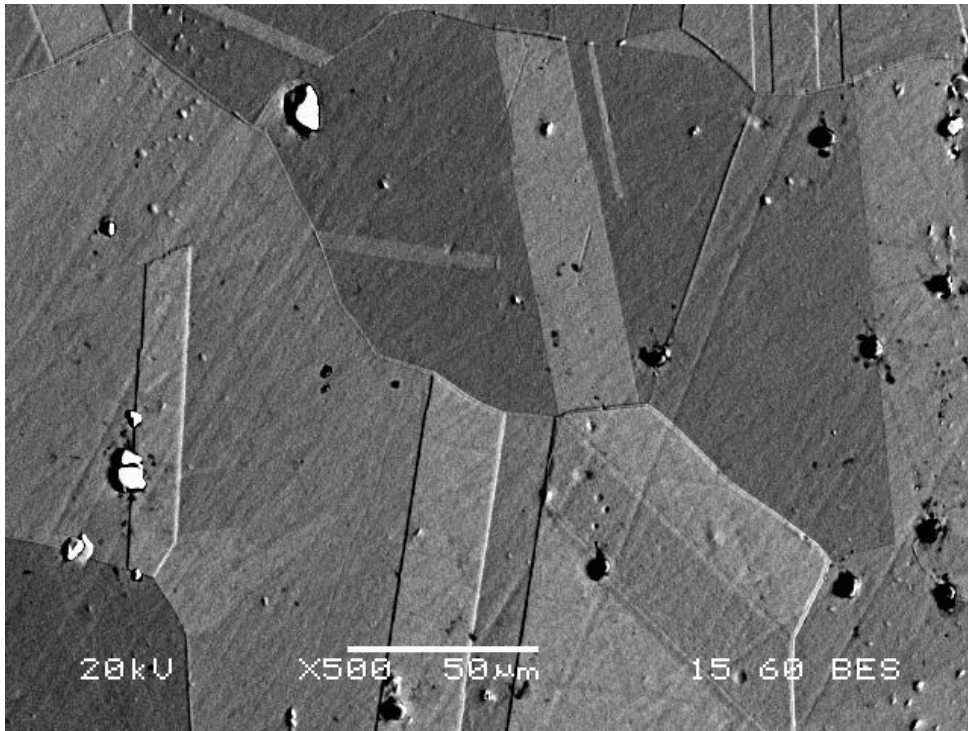
Από τη μικροδομή του Δοκιμίου Γ και κυρίως την Εικόνα 30, είναι προφανές ότι δεν παρατηρείται κάποια κατακρήμνιση στα όρια των κόκκων, με εξαίρεση τα καρβίδια, τα οποία εμφανίζονται σε όλα τα δοκίμια. Το μέγεθος των κόκκων έχει αυξηθεί και πάλι και πλέον κυμαίνεται μεταξύ 80 και 100μm, ενώ όπως ήταν αναμενόμενο λόγω της FCC δομής της μήτρας, παρατηρείται μεγάλος αριθμός διδυμών.

Οι χημικές αναλύσεις της μήτρας συμπίπτουν με την ονομαστική χημική σύσταση του Inconel 718, ενώ οι χημικές αναλύσεις των καρβιδίων ταυτοποιούν την υψηλή περιεκτικότητα τους σε Nb, όπως αναμένεται από την ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου.

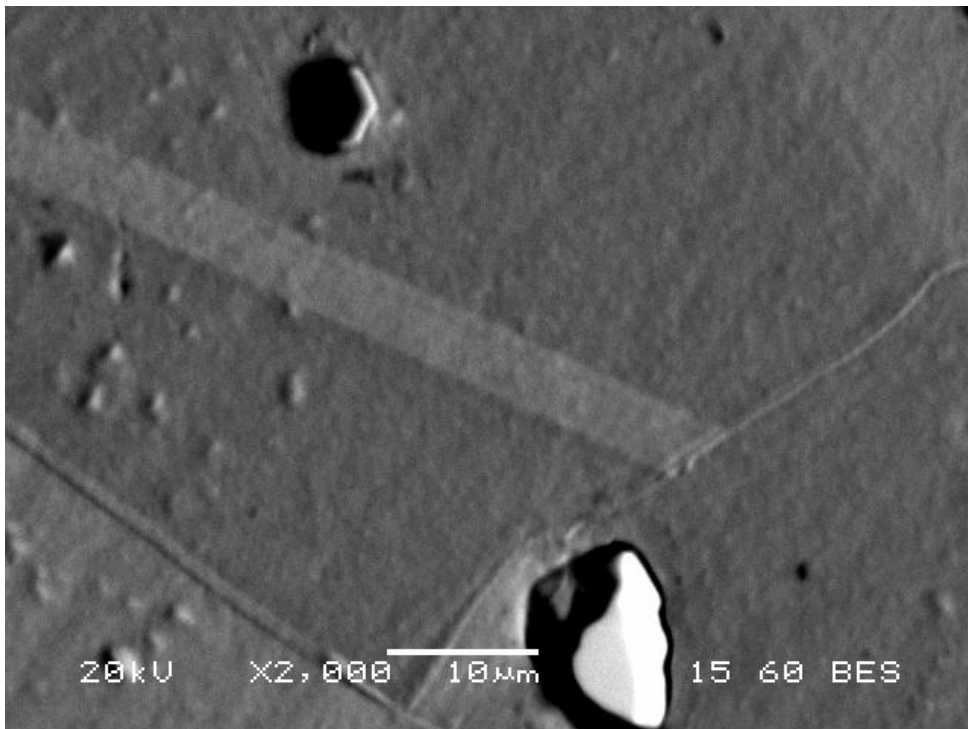
#### 5.1.5 Δοκίμιο Δ



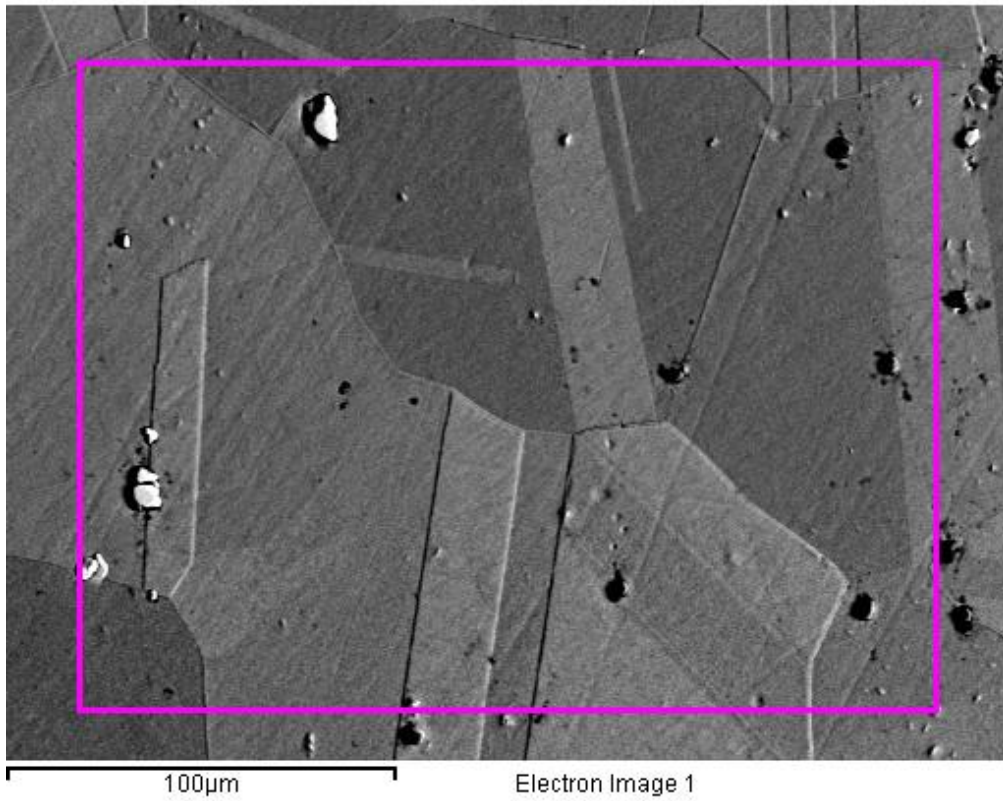
Εικόνα 31 - Μικροδομή δοκιμίου Δ (Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια)



**Εικόνα 32 - Κόκκοι γ και καρβίδια**

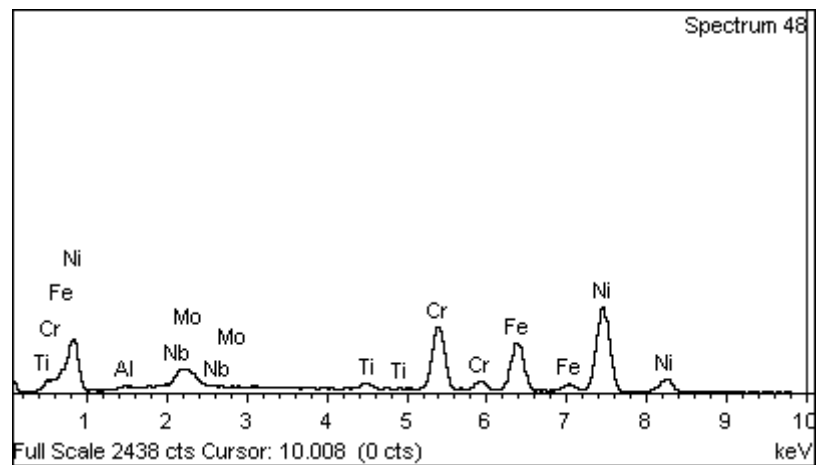


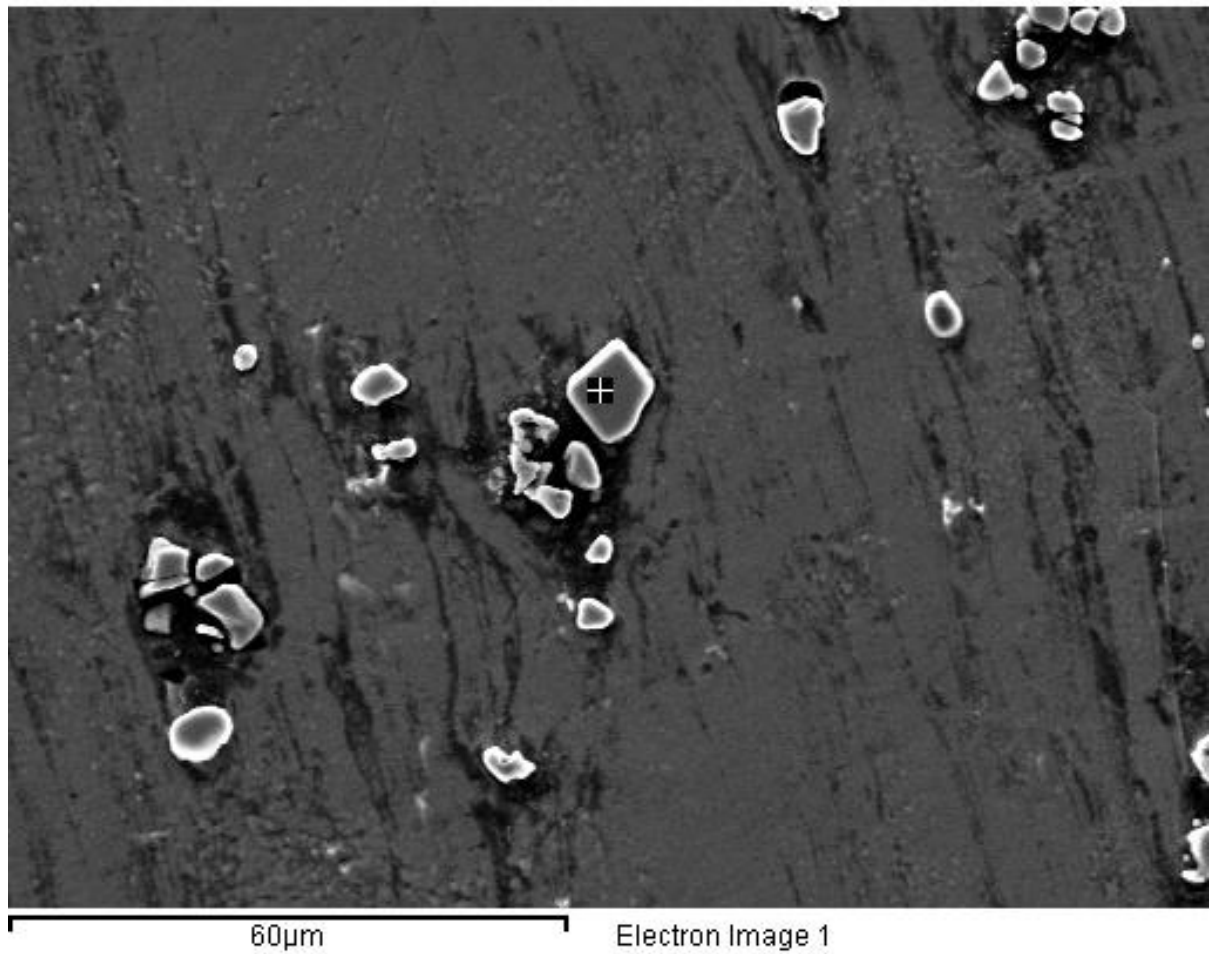
Εικόνα 33 – Καρβίδιο κοντά σε όρια κόκκων



Πίνακας 14 - Γενική χημική ανάλυση Δοκιμίου Δ

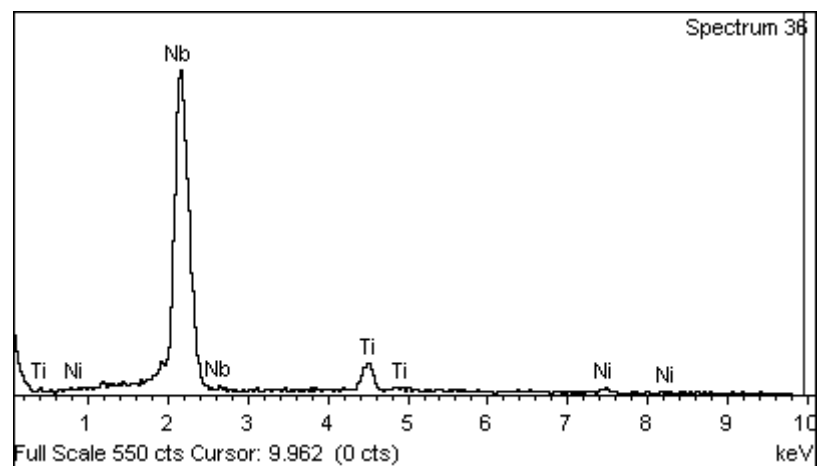
Element	Weight%	Atomic%
Al K	0.69	1.49
Ti K	1.15	1.39
Cr K	18.74	20.89
Fe K	19.35	20.09
Ni K	51.55	50.89
Nb L	5.21	3.25
Mo L	3.30	2.00
Totals	100.00	

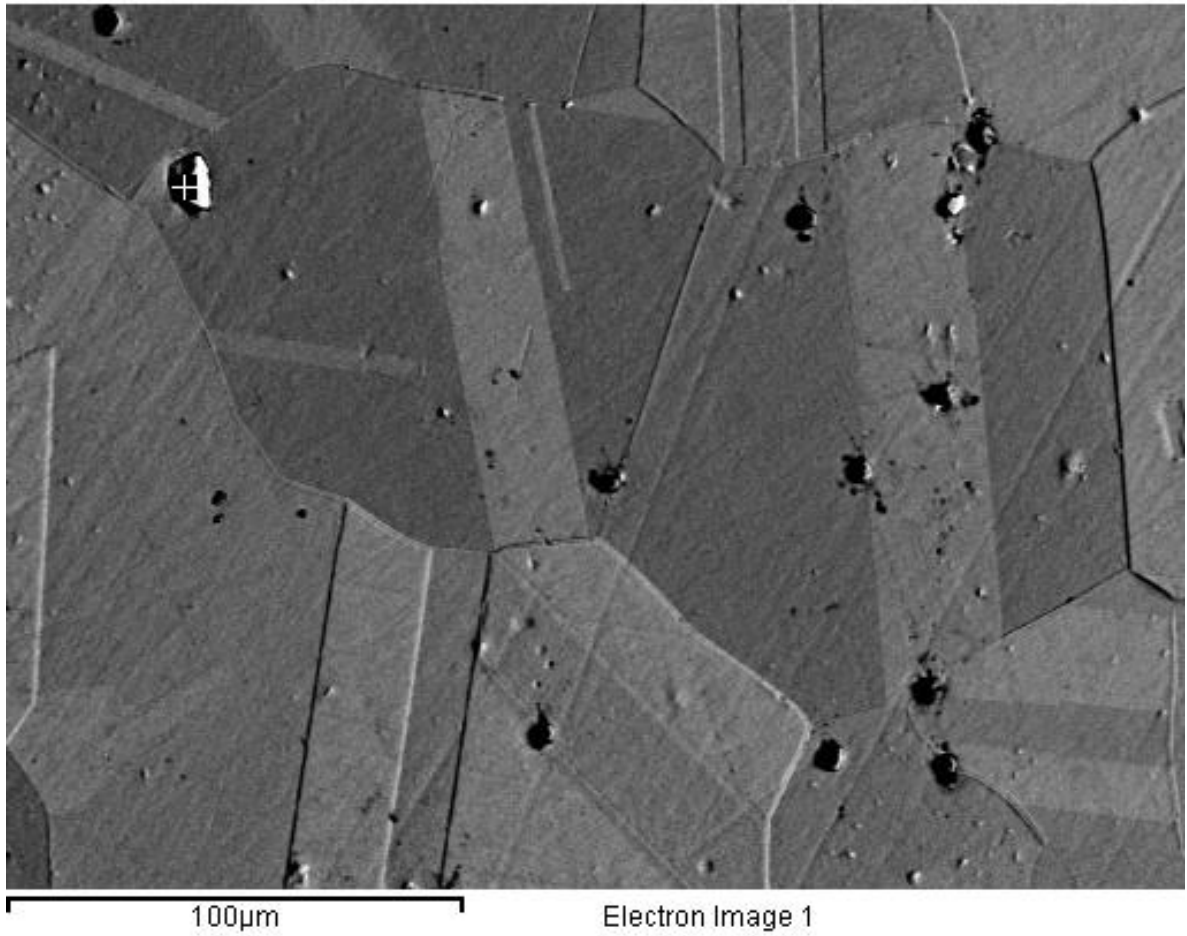




Πίνακας 15 -Σημειακή χημική ανάλυση καρβιδίου

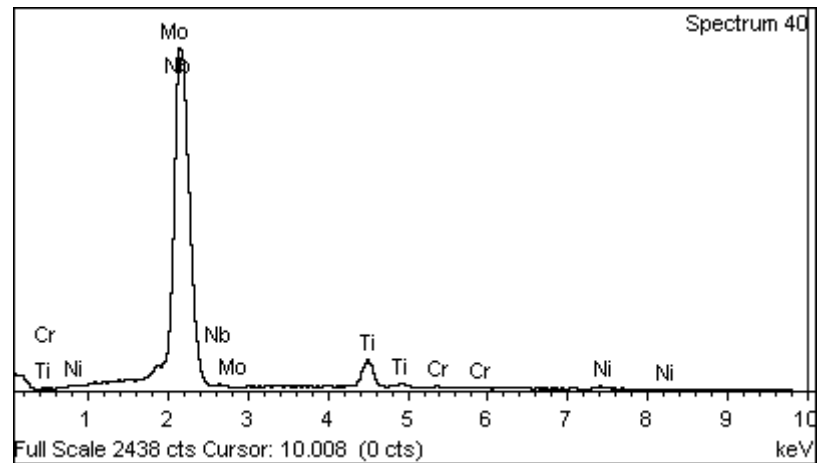
Element	Weight%	Atomic%
Ti K	7.73	13.80
Ni K	2.34	3.41
Nb L	89.93	82.79
Totals	100.00	





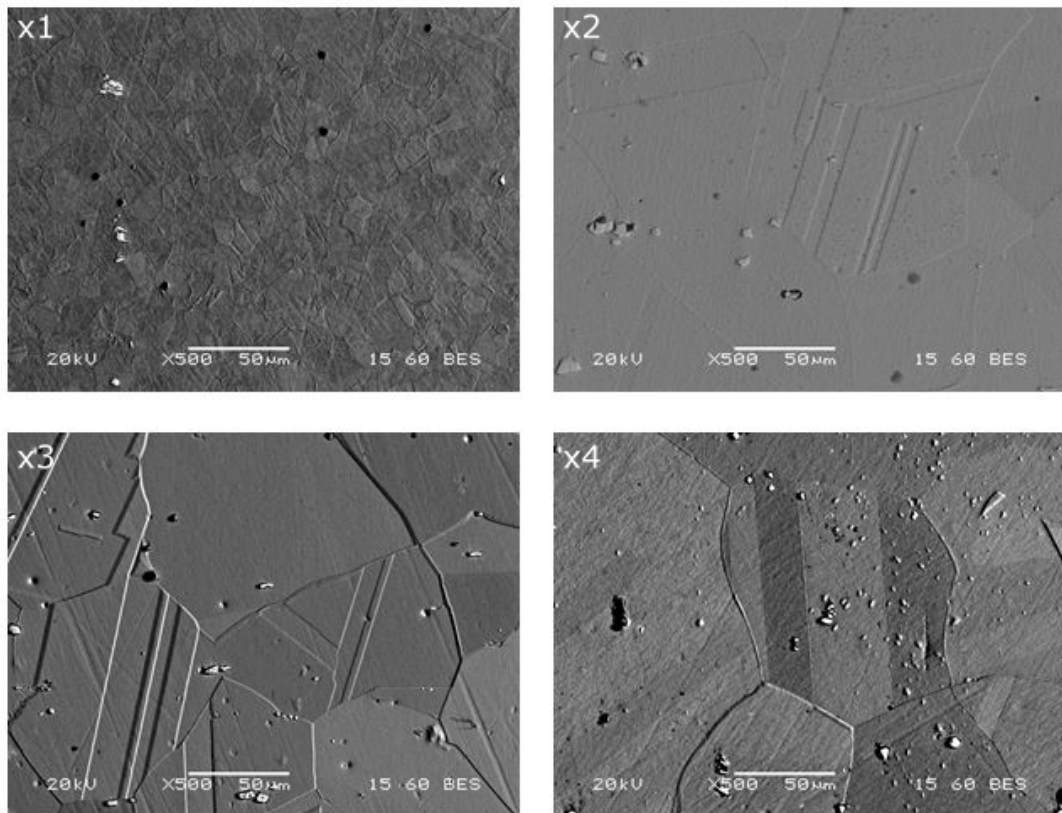
Πίνακας 16 - Σημειακή χημική ανάλυση καρβιδίου

Element	Weight%	Atomic%
Ti K	7.29	13.08
Cr K	0.48	0.80
Ni K	1.56	2.28
Nb L	89.58	82.86
Mo L	1.09	0.98
Totals	100.00	



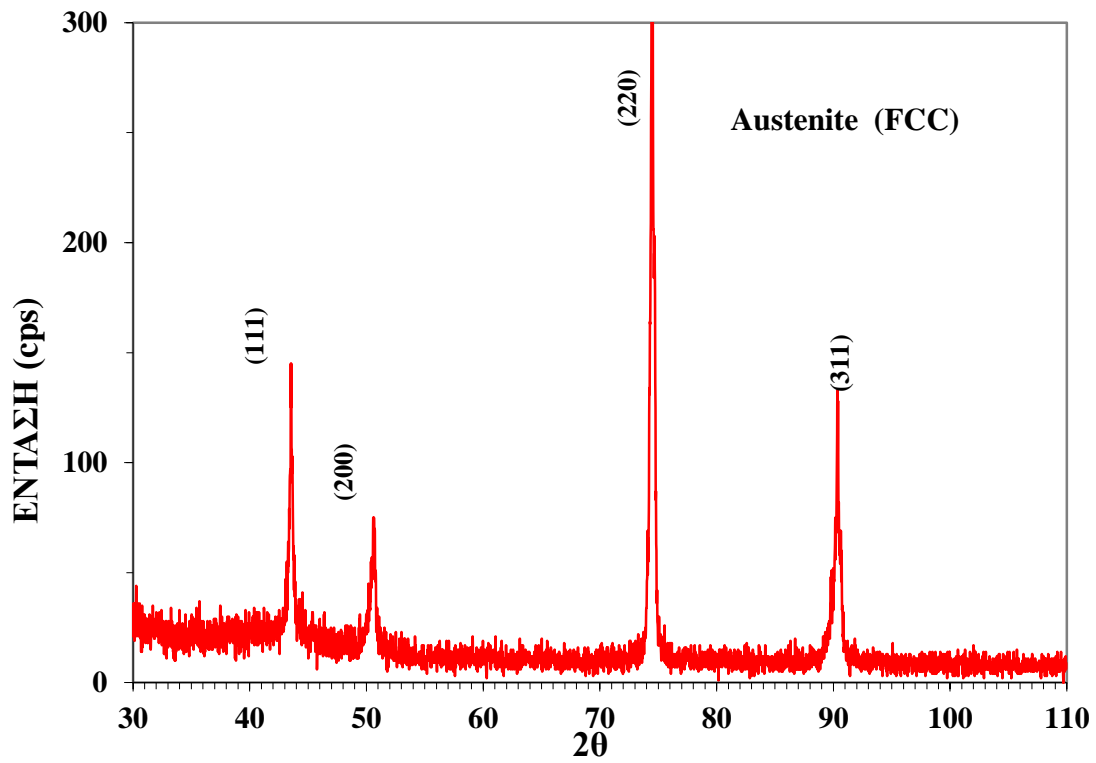
Η μοναδική διαφορά που μπορεί να παρατηρηθεί στη μικροδομή του δοκιμίου Δ είναι η περαιτέρω αύξηση του μεγέθους των κόκκων, με το μέσο μέγεθος τους να ξεπερνά τα 100μm και κάποιους κόκκους να φτάνουν τα 150μm. Εκτός από τους κόκκους της μήτρας γ και τα καρβίδια δεν εντοπίζεται κάποια άλλη φάση, ενώ οι χημικές αναλύσεις τόσο της μήτρας, όσο και των καρβιδίων δίνουν όμοια αποτελέσματα με τις αντίστοιχες χημικές αναλύσεις στα δοκίμια Α, Β και Γ.

Η Εικόνα 34 παρουσιάζει συνολικά τις μικροδομές των δοκιμίων Α, Β, Γ και Δ. Εύκολα μπορεί να παρατηρηθεί η μεγέθυνση των κόκκων, που προκαλείται από την αύξηση του χρόνου διαλυτοποίησης.

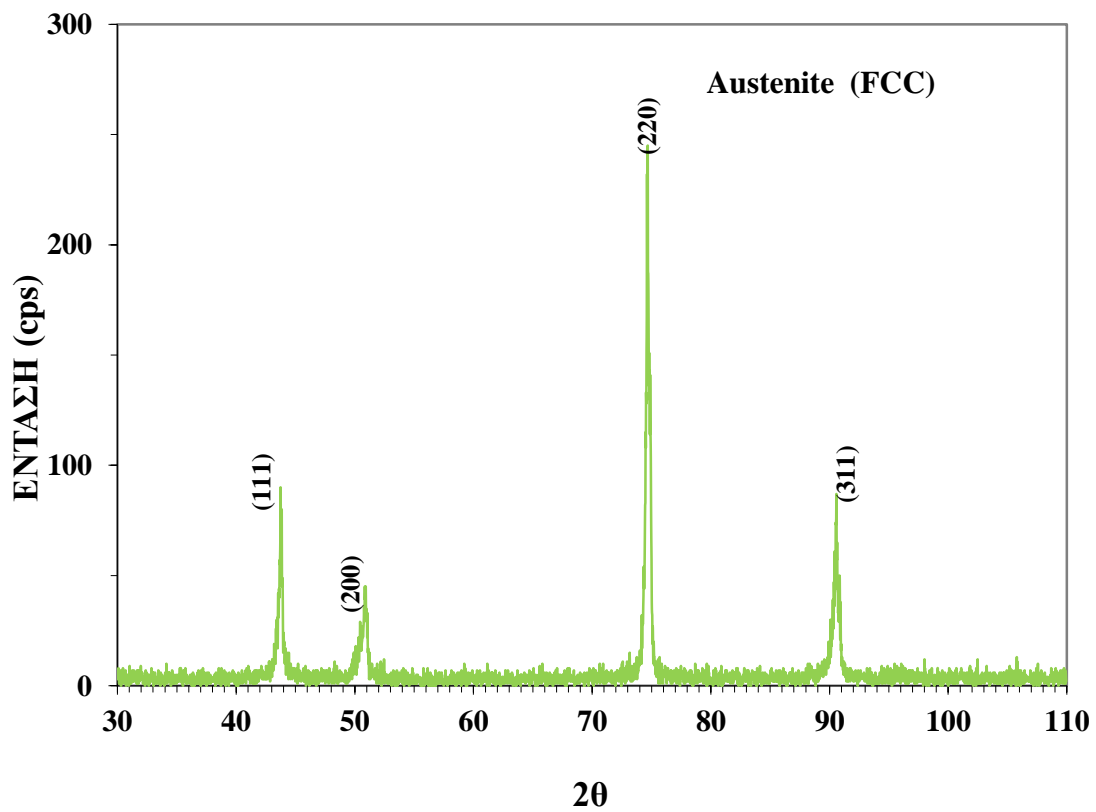


Εικόνα 34 - Εξέλιξη της μικροδομής των δοκιμίων

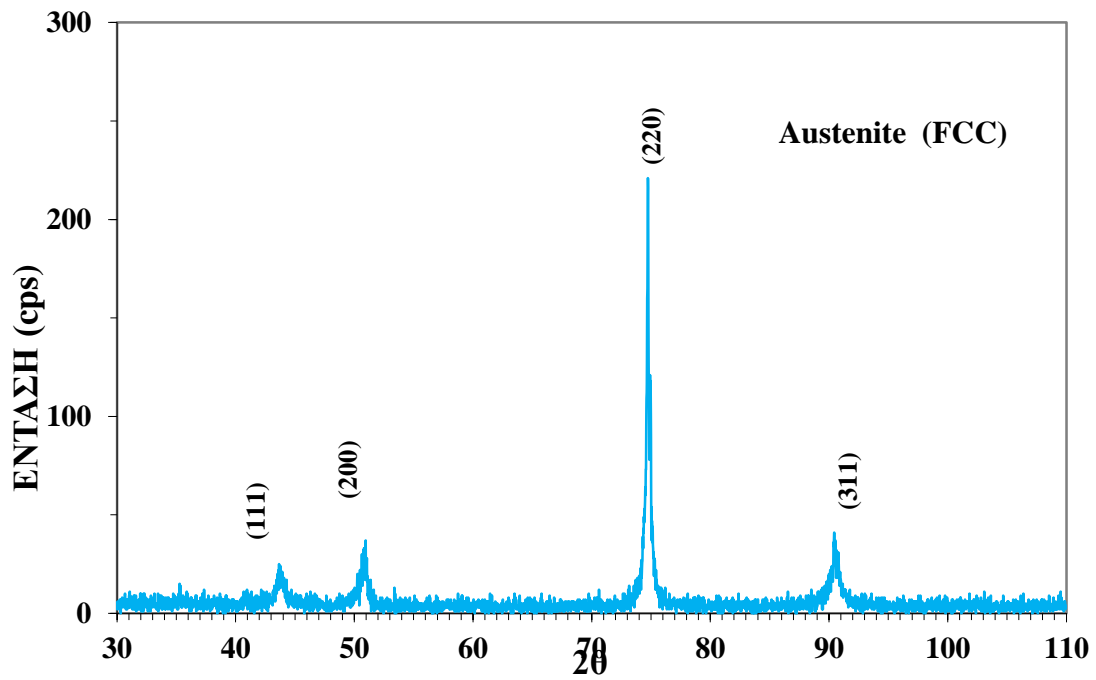
## 5.2 Περιθλασιμετρία Ακτίνων Χ



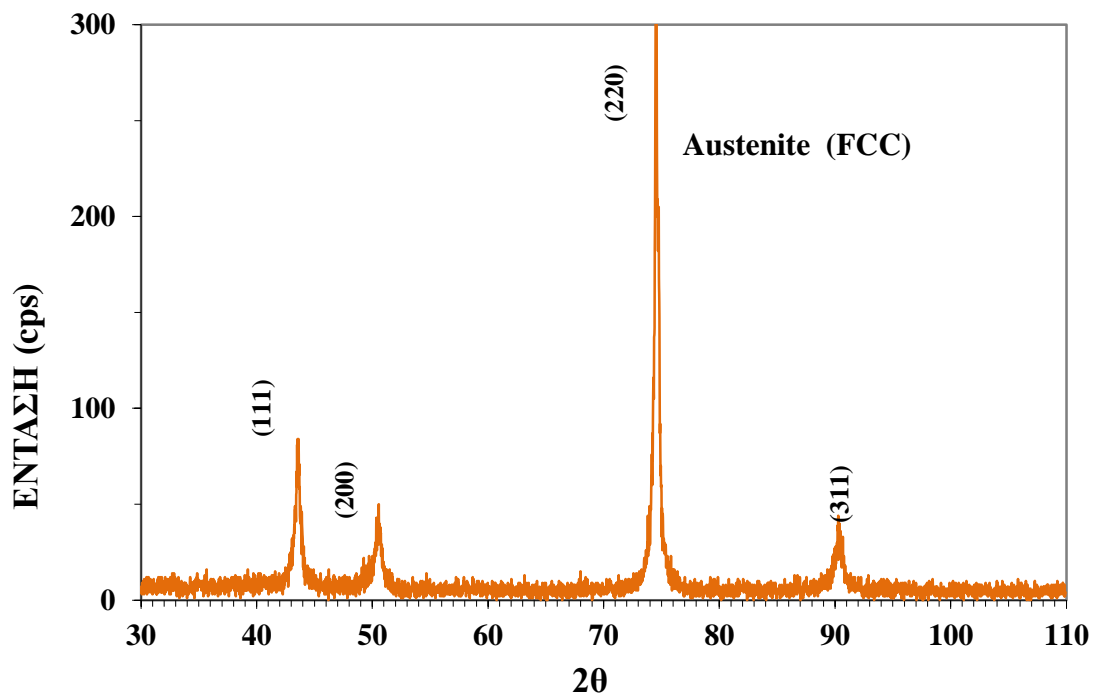
Εικόνα 35 – Διάγραμμα XRD Δοκιμίου σε κατάσταση ASR (As Received)



Εικόνα 36 – Διάγραμμα XRD Δοκιμίου Α

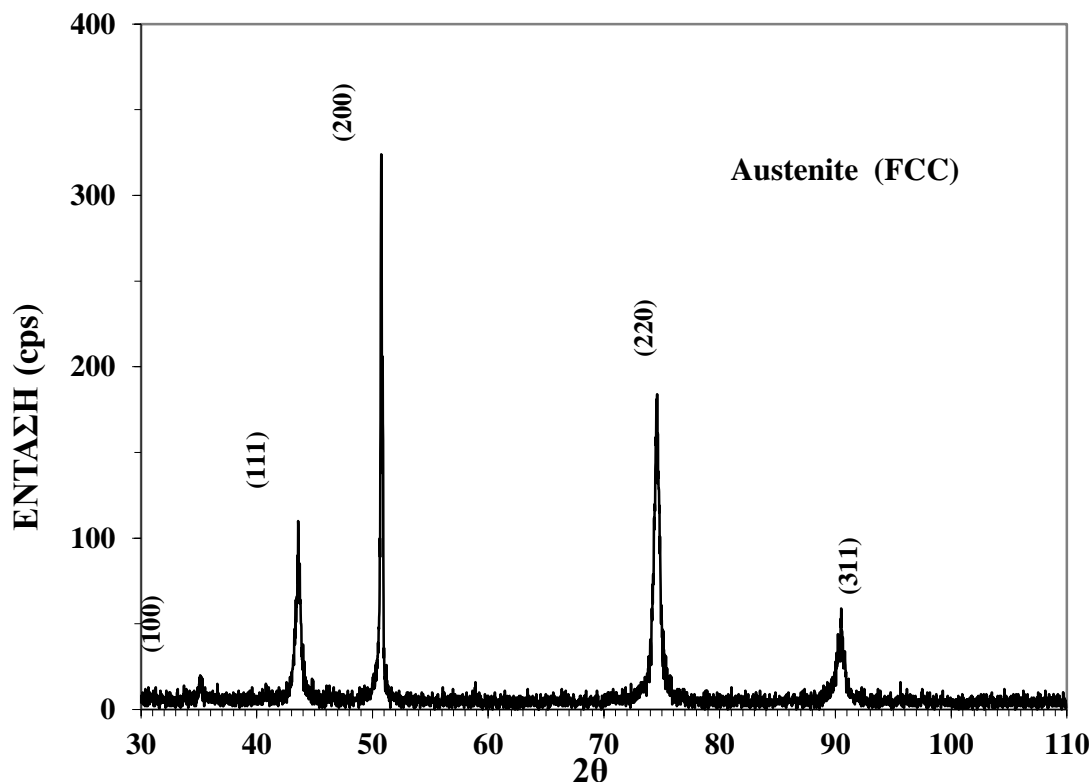


Εικόνα 37 - Διάγραμμα XRD Δοκιμίου Β



Εικόνα 38 – Διάγραμμα XRD Δοκιμίου Γ





Εικόνα 39 - Διάγραμμα XRD Δοκιμίου Δ

Από την περιθλασιμετρία Ακτίνων Χ επιβεβαιώθηκε η πλήρως ωστενιτική δομή του Inconel 718, όπως είχε επαληθευθεί και από τη μικροδομή. Εκτός από την ωστενιτική δομή, αναμένεται και παρουσία των φάσεων  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  και  $\delta$ , καθώς και του καρβιδίου MC, όπως αναφέρεται και παραπάνω (§3.4). Οι φάσεις αυτές δεν ταυτοποιήθηκαν από το XRD, είτε λόγω του μικρού κλάσματος όγκου και της ετερογενούς διασποράς, στην περίπτωση του καρβιδίου MC, είτε λόγω της λεπτοκρυσταλλικότητάς τους, στην περίπτωση των ενδομεταλλικών φάσεων.

Η διαφοροποίηση του ύψους των κορυφών οφείλεται, πιθανότατα, στους διαφορετικούς χρόνους παραμονής των δοκιμίων στους 1060°C. Η μεταβολή της διάρκειας της διαλυτοποίησης είναι πιθανό να οδήγησε σε μεταβολή του προτιμητέου κρυσταλλογραφικού προσανατολισμού των κόκκων του κάθε δοκιμίου.

### 5.3 Σκληρομέτρηση Rockwell C

Πίνακας 17 - Αποτελέσματα Σκληρομετρήσεων

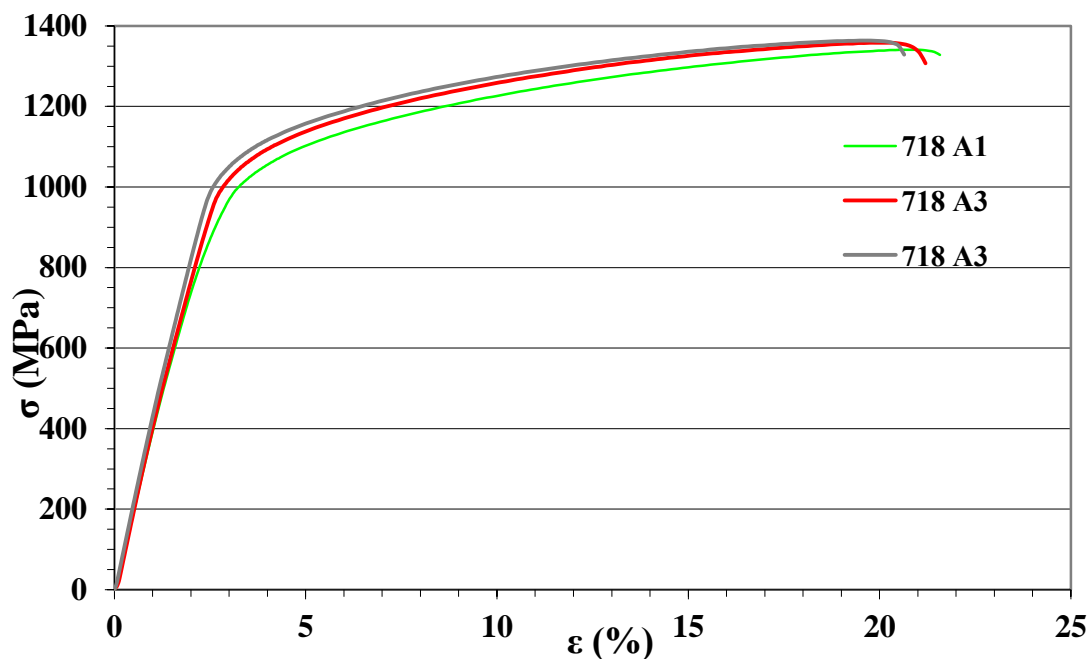
Δοκίμιο	Μέσος Όρος Σκληρομετρήσεων (HRC)	Τυπική Απόκλιση
ASR	14,36	0,055
A	38,72	0,92
B	38,24	0,62
Γ	35,98	0,56
Δ	35,4	1,04

Αρχικά πρέπει να αναφερθεί ότι, όπως φαίνεται και από τον Πίνακας 17, εκτός από τα δοκίμια A, B, Γ και Δ, σκληρομετρήθηκε και δοκίμιο από το αρχικό υλικό, στην κατάσταση στην οποία παρελήφθη (As Received condition), δηλαδή χωρίς να έχει υποβληθεί σε κάποια θερμική κατεργασία γήρανσης. Σκοπός της σκληρομέτρησης ήταν η παρατήρηση της επίδρασης της γήρανσης στη σκληρότητα του κράματος, αλλά και η πιστοποίηση ότι η θερμική κατεργασία ήταν επιτυχής και οδήγησε στην κατακρήμνιση των φάσεων σκλήρωσης.

Είναι εμφανές ότι όλα τα δοκίμια εμφανίζουν τιμές σκληρότητας σημαντικά μεγαλύτερες από αυτή του ομογενοποιημένου υλικού. Παρ'όλα αυτά, μόνο τα δοκίμια A και B έχουν αποδεκτή σκληρότητα ( $\geq 38$  HRC) με βάση την προδιαγραφή AMS 5597.

Παρατηρείται ότι στα ζεύγη δοκιμίων A και B και Γ και Δ δεν υπάρχει κάποια σημαντική διαφορά στις τιμές της σκληρότητας. Αντίθετα, η σκληρότητα πέφτει κατά 2 HRC με την αύξηση του χρόνου διαλυτοποίησης από τις δύο στις τρεις ώρες.

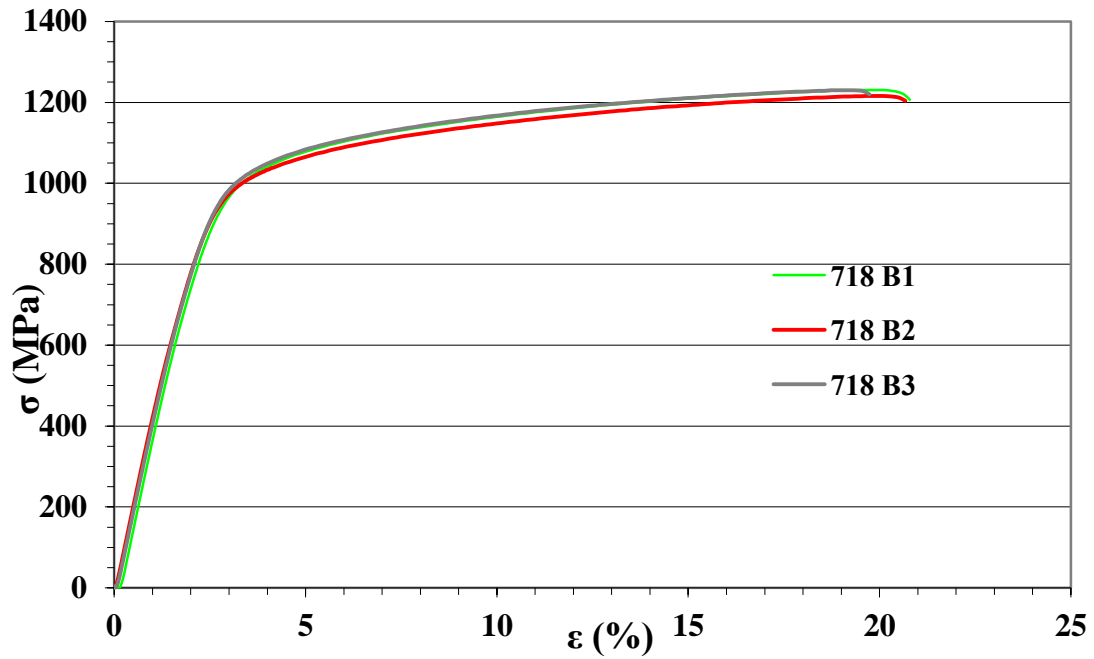
## 5.4 Δοκιμές Εφελκυσμού



Εικόνα 40 - Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμίων 718 A

Πίνακας 18 - Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων δοκιμίων 718 A

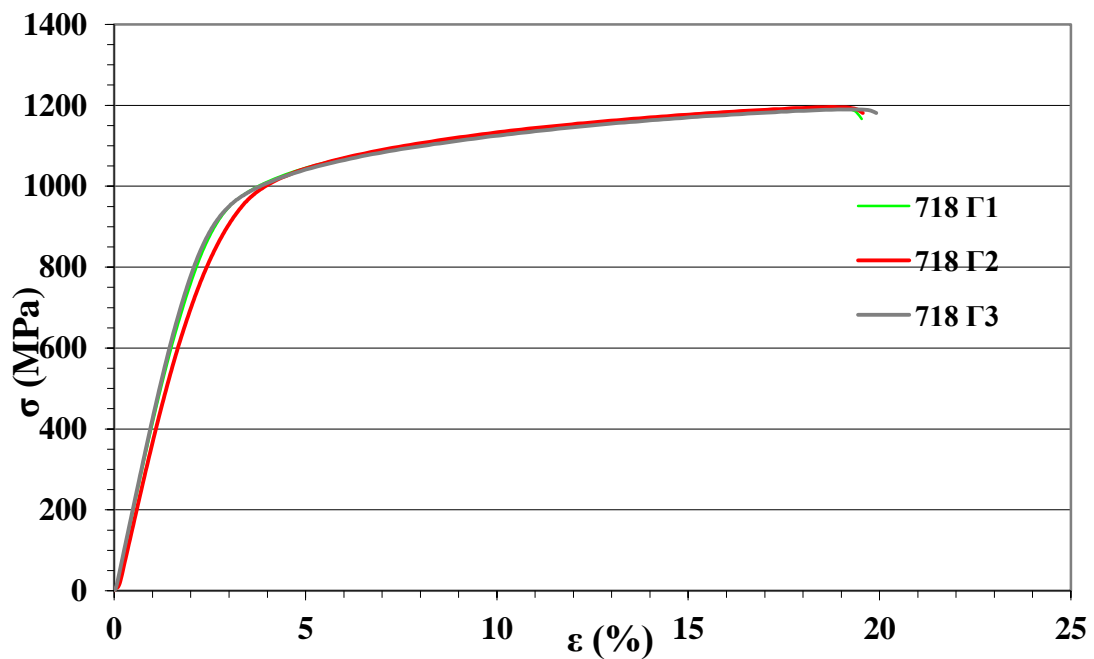
Συμβατικό Όριο Διαρροής (MPa)	Όριο Θραύσης (MPa)	Ολκιμότητα (%)
891,67 ± 53,46	1354,22 ± 11,9	21,14 ± 0,47



Εικόνα 41 - Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμίων 718 Β

Πίνακας 19 - Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων δοκιμίων 718 Β

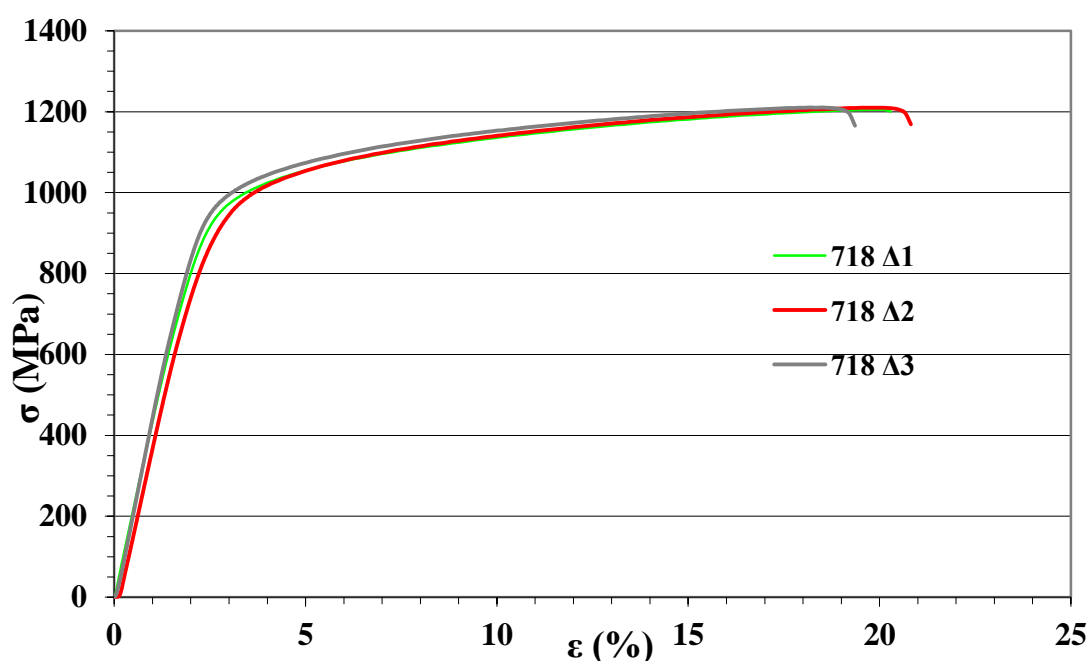
Συμβατικό Όριο Διαρροής (MPa)	Όριο Θραύσης (MPa)	Ολκιμότητα (%)
$807,5 \pm 10,61$	$1230,34 \pm 0,47$	$20,27 \pm 0,74$



Εικόνα 42 - Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμίων 718 Γ

Πίνακας 20 - Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων δοκιμών 718 Γ

Συμβατικό Όριο Διαρροής (MPa)	Όριο Θραύσης (MPa)	Ολκιμότητα (%)
815 ± 7,07	1191,41 ± 2,38	19,725±0,28



Εικόνα 43 - Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμών 718 Δ

Πίνακας 21 - Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων δοκιμών 718 Δ

Συμβατικό Όριο Διαρροής (MPa)	Όριο Θραύσης (MPa)	Ολκιμότητα (%)
815 ± 21,21	1207,85 ± 3,8	19,83 ± 0,66

Σημειώνεται ότι η αστοχία παρατηρήθηκε στο ίδιο σημείο για το σύνολο των δοκιμών.

Από τα διαγράμματα μηχανικής απόκρισης των δοκιμών παρατηρούμε ότι ανεξάρτητα από τη θερμική κατεργασία, η ολκιμότητα των δοκιμών κυμαίνεται στο 20%.

Επίσης παρατηρείται ότι το όριο διαρροής και το όριο θραύσης παρουσιάζουν παρόμοια συμπεριφορά με τη σκληρότητα, δηλαδή μειώνονται με την αύξηση του χρόνου διαλυτοποίησης. Παρά τη μείωση της τιμής του, το όριο θραύσης παραμένει κοντά στην τιμή που ορίζει η προδιαγραφή (1241 MPa), αν και μόνο το όριο θραύσης του δοκιμίου A την ξεπερνά. Αντίθετα, το όριο διαρροής όλων των δοκιμίων είναι αισθητά χαμηλότερο από το προβλεπόμενο (1034 MPa).

Η επίδραση του χρόνου διαλυτοποίησης στη μηχανική απόκριση του Inconel 718 δεν είναι γραμμική. Ο διπλασιασμός του από μία ώρα σε δύο προκαλεί έντονη πτώση τόσο του ορίου διαρροής, όσο και του ορίου θραύσης, ενώ μικρή πτώση σημειώνεται και με την αύξηση του χρόνου της θερμικής κατεργασίας από τις δύο σε τρεις ώρες. Η επιπλέον αύξηση του χρόνου παραμονής του υλικού στους 1060°C δεν φαίνεται να προκαλεί κάποια περαιτέρω μεταβολή στη μηχανική του απόκριση.

## 6 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Στην παρούσα διπλωματική εργασία γίνεται μελέτη της επίδρασης του χρόνου διαλυτοποίησης στις μηχανικές ιδιότητες του υπερκράματος Ni Inconel 718. Πιο συγκεκριμένα, στόχος της εργασίας ήταν να μελετηθεί η επίδραση του χρόνου διαλυτοποίησης στη μικροδομή και κατ'επέκταση στις μηχανικές ιδιότητες του υλικού.

Όσον αφορά τη μικροδομή, από τη μελέτη των δοκιμών στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο παρατηρήθηκε ότι η αύξηση της διάρκειας της διαλυτοποίησης οδηγούσε σε αύξηση του μέσου μεγέθους των κόκκων. Τα καρβίδια, που μέσω των χημικών αναλύσεων ταυτοποιήθηκαν ως καρβίδια τύπου MC, πλούσια σε Nb, δεν επηρεάστηκαν από τις αλλαγές στο χρόνο της θερμικής κατεργασίας. Όπως ήταν και αναμενόμενο με βάση τη διεθνή βιβλιογραφία.

Η επίδραση των τροποποιήσεων της διαλυτοποίησης στην κατακρήμνιση, το μέγεθος και τη μορφολογία των φάσεων σκλήρωσης  $\gamma'$  και  $\gamma''$ , αλλά και της φάσης  $\delta$  δεν ήταν δυνατό να παρατηρηθεί, αφού λόγω του μεγέθους τους, οι φάσεις ήταν αδύνατο να παρατηρηθούν με τις τεχνικές που ήταν διαθέσιμες για την παρούσα εργασία. Η αύξηση του μεγέθους των κόκκων πιθανότατα συνδέεται με τη διαλυτοποίηση της φάσης  $\delta$  κατά την θερμική κατεργασία στους 1060°C.

Βιβλιογραφικά αναφέρεται ότι η διαλυτοποίηση της φάσης  $\delta$  οδηγεί σε αύξηση του Nb που βρίσκεται σε διάλυση στη μήτρα, με αποτέλεσμα την προώθηση της κατακρήμνισης της φάσης  $\gamma''$ . Βέβαια, άλλες ερευνητικές ομάδες συνιστούν ότι η μεγέθυνση των κόκκων οδηγεί σε αύξηση της θερμοκρασίας κατακρήμνισης των φάσεων  $\gamma'$  και  $\gamma''$ , που θα μπορούσε να έχει ως αποτέλεσμα τη μείωση του κλάσματος όγκου των δύο φάσεων μετά την ολοκλήρωση της θερμικής κατεργασίας γήρανσης.

Η αύξηση του χρόνου διαλυτοποίησης οδήγησε σε μείωση της σκληρότητας και των ορίων διαρροής και θραύσης, με την ολκιμότητα να παραμένει στο ίδιο επίπεδο για όλα τα δοκίμια. Λόγω της αδυναμίας παρατήρησης των φάσεων σκλήρωσης δεν είναι δυνατό να ταυτοποιηθεί ο μηχανισμός που οδηγεί σε υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων. Η αύξηση του μέσου μεγέθους των κόκκων αναμένεται να

οδηγήσει σε μείωση της αντοχής του υλικού, αλλά χωρίς την παρατήρηση των φάσεων σκλήρωσης είναι αδύνατο να εξαχθεί κάποιο αξιόπιστο συμπέρασμα.



## ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- [1] M. Durand-Charre, *The Microstructure of Superalloys*. Boca Raton: CRC Publishers, 1997.
- [2] G. . Meetham, *The Development of Gas Turbine Materials*. London: Applied Science Publishers, 1981.
- [3] C. Sims, N. Stolof, and W. Hagel, *Superalloys II*. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 1987.
- [4] R. Reed, *The Superalloys - Fundamentals and Applications*. Cambridge: Cambridge University Press, 2006.
- [5] M. J. Donachie and S. J. Donachie, *Superalloys - A Technical Guide*, 2nd ed. ASM International, 2002.
- [6] J. C. Lippold, S. D. Kiser, and J. N. DuPont, *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys*. John Wiley & Sons, 2009.
- [7] M. S. a Karunaratne, P. Carter, and R. C. Reed, “On the diffusion of aluminium and titanium in the Ni-rich Ni-Al-Ti system between 900 and 1200°C,” *Acta Mater.*, vol. 49, no. 5, pp. 861–875, 2001.
- [8] Ε. Κυριακοπούλου, “Σχέσεις Μικροδομής και Μηχανικών Ιδιοτήτων σε Υπερκράματα Νικελίου,” Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, 2009.
- [9] A. Plati, “Modelling of  $\gamma'$  Precipitation in Superalloys,” University of Cambridge, 2003.
- [10] T. Grosdidier, a Hazotte, and a Simon, “Precipitation and dissolution processes in  $\gamma/\gamma'$  single crystal nickel-based superalloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 256, no. 1–2, pp. 183–196, 1998.
- [11] A. R. P. Singh, “Mechanisms of ordered gamma prime precipitate in nickel base superalloys,” University of North Texas, 2011.
- [12] F. Pyczak, B. Devrient, F. C. Neuner, and H. Mughrabi, “The influence of different alloying elements on the development of the  $\gamma/\gamma'$  microstructure of nickel-base superalloys during high-temperature annealing and deformation,” *Acta Mater.*, vol. 53, no. 14, pp. 3879–3891, 2005.
- [13] P. Caron, P. J. Henderson, T. Khan, and M. McLean, “On the effects of Heat Treatments on the Creep Behaviour of a single crystal Superalloy,” *Scr. Metall.*, vol. 20, no. I, pp. 875–880, 1986.

- [14] D. Hull and D. J. Bacon, *Introduction to Dislocations*, 5th ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2011.
- [15] Γ. . Παπαδημητρίου, *Γενική Μεταλλογνωσία Ι*. Athens: Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, 1989.
- [16] G. Muralidharan, R. G. Thompson, and S. . Walck, “Analysis of Precipitation in cast Alloy 718,” *Ultramicroscopy*, vol. 29, pp. 277–283, 1989.
- [17] E. Andrieu, N. Wang, R. Molins, and a Pineau, “Influence of Compositional Modifications on Thermal Stability of Alloy 718,” *Superalloys 718, 625, 706 Var. Deriv.*, pp. 695–710, 1994.
- [18] M. Gao and R. P. Wei, “Grain Boundary  $\gamma'$  Precipitation and Niobium segregation in Inconel 718,” *Scr. Metall. Mater.*, vol. 33, no. 5, p. 849, 1995.
- [19] J. He, X. Y. Tang, S. Fukuyama, and K. Yokogawa, “Boundary in  $\gamma'$  precipitates in inconel 718 nickel-base superalloy,” *Acta Metall. Mater.*, vol. 43, no. 12, pp. 4403–4409, 1995.
- [20] C. Slama and M. Abdellaoui, “Structural characterization of the aged Inconel 718,” *J. Alloys Compd.*, vol. 306, no. 1–2, pp. 277–284, 2000.
- [21] T. Alam, M. Chaturvedi, S. P. Ringer, and J. M. Cairney, “Precipitation and clustering in the early stages of ageing in Inconel 718,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 29–30, pp. 7770–7774, 2010.
- [22] Z. Li, L. Zhang, N. Sun, Y. Sun, and A. Shan, “Effects of prior deformation and annealing process on microstructure and annealing twin density in a nickel based alloy,” *Mater. Charact.*, vol. 95, pp. 299–306, 2014.
- [23] C.-M. Kuo, Y.-T. Yang, H.-Y. Bor, C.-N. Wei, and C.-C. Tai, “Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 510–511, pp. 289–294, 2009.
- [24] Π. Κόντης, “Μελέτη του Διαφορισμού του Nb σε Υπεκράματα Νικελίου τύπου Inconel 718,” Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, 2011.
- [25] K.-M. Chang, H.-J. Lai, and J.-Y. Hwang, “Existence of Laves Phase in Nb-Hardened Superalloys,” *Superalloys 718, 625, 706 Var. Deriv.*, pp. 683–694, 1994.
- [26] H. J. Wagner and a M. Hall, “Physical Metallurgy of Alloy 718,” 1965.
- [27] D. F. Paulonis and J. J. Schirra, “Alloy 718 at Pratt & Whitney—Historical Perspective and Future Challenges,” *Superalloys*, vol. 718, no. 625,706, pp. 13–23, 2001.

- [28] R. E. Schafrik, D. D. Ward, and J. R. Groh, "Application of alloy 718 in GE aircraft engines: past, present and next five years," *Superalloys 718, 625, 706 Var. Deriv.*, pp. 1–11, 2001.
- [29] J. F. Uginet and J. J. Jackson, "Alloy 718 forging development for large land-based gas turbines.," *Superalloys 718, 625, 706 Deriv.*, no. 1, pp. 57–67, 2006.
- [30] J. N. DuPont, C. V Robino, and a R. Marder, "Solidification and Weldability of NB-Bearing Superalloys," *Weld. Res. Suppl.*, pp. 417–431, 1998.
- [31] M. J. Cieslak, G. a. Knorovsky, T. J. Headley, and a. D. Romig, Jr, "The Solidification Metallurgy of Alloy 718 and Other Nb-Containing Superalloys," *Superalloys 718 Metall. Appl.*, pp. 59–68, 1989.
- [32] J. Dong, M. Zhang, X. Xie, and R. G. Thompson, "Interfacial segregation and cosegregation behaviour in a nickel-base alloy 718," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 328, no. 1, pp. 8–13, 2002.
- [33] L. Wang, J. Dong, Y. Tian, and L. Zhang, "Microsegregation and Rayleigh number variation during the solidification of superalloy Inconel 718," *J. Univ. Sci. Technol. Beijing Miner. Metall. Mater. (Eng Ed)*, vol. 15, no. 5, pp. 594–599, 2008.
- [34] X. P. Wei, W. J. Zheng, Z. G. Song, T. Lei, Q. L. Yong, and Q. C. Xie, "Elemental Partitioning Characteristics of Equilibrium Phases in Inconel 718 Alloy at 600-1100 °C," *J. Iron Steel Res. Int.*, vol. 20, no. 6, pp. 88–94, 2013.
- [35] A. Niang, B. Viguier, and J. Lacaze, "Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718," *Mater. Charact.*, vol. 61, no. 5, pp. 525–534, 2010.
- [36] M. . Miller, S. . Babu, and M. . Burke, "Intragranular precipitation in alloy 718," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 270, no. 1, pp. 14–18, 1999.
- [37] M. K. Miller, S. S. Babu, and M. G. Burke, "Comparison of the phase compositions in Alloy 718 measured by atom probe tomography and predicted by thermodynamic calculations," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 327, no. 1, pp. 84–88, 2002.
- [38] M. K. Miller, "Contributions of atom probe tomography to the understanding of nickel-based superalloys," *Micron*, vol. 32, no. 8, pp. 757–764, 2001.
- [39] A. Oradei-Basile and J.F.Radavich, "A current TTT diagram for wrought alloy 718," *Superalloys 718,625 Var. Deriv.*, pp. 325–335, 1991.
- [40] J. F. Radavich, "THE PHYSICAL METALLURGY OF CAST AND WROUGHT ALLOY 718 Cast Alloy 718," *Superalloy 718-Metallurgy Appl.*, pp. 229–240, 1989.

- [41] J. W. Brooks and P. J. Bridges, “Metallurgical Stability of Inconel 718,” *The Metall. Soc. Superalloys 1988*, pp. 33–42, 1988.
- [42] Y. C. Fayman, “Microstructural characterization and elemental partitioning in a direct-aged superalloy (DA 718),” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 92, pp. 159–171, 1987.
- [43] a. Chamanfar, L. Sarrat, M. Jahazi, M. Asadi, a. Weck, and a. K. Koul, “Microstructural characteristics of forged and heat treated Inconel-718 disks,” *Mater. Des.*, vol. 52, pp. 791–800, 2013.
- [44] B. Dubiel, A. Kruk, E. Stepniowska, G. Cempura, D. Geiger, P. Formanek, J. Hernandez, P. Midgley, and A. Czyska-Filemonowicz, “TEM, HRTEM, electron holography and electron tomography studies of  $\gamma'$  and  $\gamma''$  nanoparticles in Inconel 718 superalloy,” *J. Microsc.*, vol. 236, no. 2, pp. 149–157, 2009.
- [45] L. Geng, Y. Na, and N.-K. Park, “Continuous cooling transformation behaviour of Alloy 718,” *Mater. Lett.*, vol. 30, no. April, pp. 401–405, 1997.
- [46] W.-D. Cao and R. Kennedy, “Role of Chemistry in 718-Type Alloys - Allvac® 718Plus™ Alloy Development,” *Superalloys*, vol. 3, pp. 91–99, 2004.
- [47] D. H. Ping, Y. F. Gu, C. Y. Cui, and H. Harada, “Grain boundary segregation in a Ni-Fe-based (Alloy 718) superalloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 456, no. 1–2, pp. 99–102, 2007.
- [48] M. Fisk, J. Andersson, R. du Rietz, S. Haas, and S. Hall, “Precipitate evolution in the early stages of ageing in Inconel 718 investigated using small-angle x-ray scattering,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 612, pp. 202–207, 2014.
- [49] D.-H. Jeong, M.-J. Choi, M. Goto, H.-C. Lee, and S. Kim, “Effect of service exposure on fatigue crack propagation of Inconel 718 turbine disc material at elevated temperatures,” *Mater. Charact.*, vol. 95, pp. 232–244, 2014.
- [50] a. Devaux, L. Nazé, R. Molins, a. Pineau, a. Organista, J. Y. Guédou, J. F. Uginet, and P. Héritier, “Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 486, no. 1–2, pp. 117–122, 2008.
- [51] S. T. Wlodek and R. D. Field, “The Effects of Long Time Exposure on Alloy 718,” *Superalloys 718, 625, 706 Deriv. E.A. Loria ed., TMS*, pp. 659–670, 1994.
- [52] M. Sundararaman and P. Mukhopadhyay, “Overlapping of  $\gamma''$  Precipitate Variants in Inconel 718,” *Mater. Charact.*, vol. 31, pp. 191–196, 1993.
- [53] D. Cai, W. Zhang, P. Nie, W. Liu, and M. Yao, “Dissolution kinetics of  $\delta$  phase and its influence on the notch sensitivity of Inconel 718,” *Mater. Charact.*, vol. 58, no. 3, pp. 220–225, 2007.

- [54] J. Lacaze, M. Dehmas, A. Niang, and B. Viguier, "TEM study of high-temperature precipitation of delta phase in inconel 718 alloy," *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2011, 2011.
- [55] Y. Mei, Y. Liu, C. Liu, C. Li, L. Yu, Q. Guo, and H. Li, "Effects of cold rolling on the precipitation kinetics and the morphology evolution of intermediate phases in Inconel 718 alloy," *J. Alloys Compd.*, vol. 649, pp. 949–960, 2015.
- [56] N. B. Dahotre, M. H. Mccay, T. D. Mccay, C. R. Hubbard, W. D. Porter, and O. B. Cavin, "Effect of Grain Structure on Phase Transformation Events in the Inconel 718," *Scr. Metall. Mater.*, vol. 28, pp. 1359–1364, 1993.
- [57] W. Chen and M. C. Chaturvedi, "The effect of grain boundary precipitates on the creep behavior of Inconel 718," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 183, no. 1–2, pp. 81–89, 1994.
- [58] S. Azadian, L. Y. Wei, and R. Warren, "Delta phase precipitation in inconel 718," *Mater. Charact.*, vol. 53, no. 1, pp. 7–16, 2004.
- [59] M. Stockinger and E. Kozeschnik, "Modelling of Delta-phase dissolution during preheating of Inconel 718 turbine disks," *Superalloys 718 625 706 Var. Deriv.*, 2001.
- [60] A. Mitchell, "The Precipitation of Primary Carbides in IN718 and its Relation to Solidification Conditions," *Miner. Met. Mater. Soc.*, p. 637, 2005.