مطالعه تجربی اثر جهت‌گیری بلوری در خواص آلیاژ غلاف سوخت Zr-Nb فورج گرم آزاد چند جهته

INC29-1163

علی رجائی[۱]، محسن اسدی اسدآباد[۲]

۱. گروه مهندسی مواد و پلیمر، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه حکیم سبزواری، سبزوار، ایران
۲. پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای، تهران، ایران

چکیده:

در این تحقیق به بررسی تغییرات ریزساختار در جهات مختلف پس از عملیات فورج آزاد چند جهته پرداخته شد. بدین منظور در ابتدا شمش زیرکونیم حاوی ۱ درصد نیوبیوم تحت عملیات هموژن سازی قرار گرفت و در هوا سرد شد. در ادامه شمش پس از پیش‌گرم به صورت فرآیند فورج آزاد چند جهته هم‌دما فورج شد. ریزساختار نمونه ریخته‌گری شده و فورج‌شده توسط میکروسکوپ نوری موردبررسی قرار گرفت و تغییرات فازی نیز توسط آنالیز پراش پرتوایکس موردبررسی قرار گرفت. همچنین تغییرات سختی نمونه‌ها توسط روش ویکرز در جهات مختلف تحلیل شد. نتایج بررسی‌ها نشان داد که بعد از فورج، ریزساختار شامل دامنه وسیعی از دانه‌های آلفا کروی و کشیده شده در جهت فورج است. در جهت‌های ۳۰ و ۶۰ درجه نرخ کرنش بالای ایجادشده در حین فورج سبب جوانه‌زنی دانه‌های آلفا ریز جدید ثانویه و دانه‌های آلفا کشیده شده در جهت فورج شد. نتایج سختی سنجی نشان داد که بیشترین سختی مربوط به زاویه صفر درجه در جهت فورج و به علت کسر حجمی بالای فاز آلفا و نیز مورفولوژی آن و ریزدانگی ناشی از فرآیند فورج است.

کلیدواژه‌ها: آلیاژ Zr-Nb، ریزساختار، فورج گرم آزاد چند جهته

Microstructural changes and mechanical properties of Zr-Nb alloy in different directions after multidirectional free hot forging

Ali Rajaee[1], Mohsen Asadi Asadabad[2]

1. Department of Materials and Polymer Engineering, Hakim Sabzevari University, Sabzevar, Iran.
2. Nuclear Science and Technology Research Institute, Tehran, Iran.

Abstract:

In this research, microstructure changes in different directions after multi-directional free forging were investigated. For this purpose, the alloy ingot containing 1% niobium was homogenized and cooled in air. Next, after preheating, the ingots were forged by an isothermal multi-directional free forging process. The microstructure of the as-cast and forged samples was examined by optical microscopy, and the phase changes were also examined by X-ray diffraction analysis. Also, the hardness of the samples was evaluated by the Vickers method in different directions. The results of the investigations showed that after forging, the microstructure includes a wide range of alpha spherical grains elongated along the forging direction. Along the directions of 30 and 60 degrees, the high strain rate created during forging caused the nucleation of new secondary alpha grains and elongated alpha grains in the forging direction. The hardness measurement results revealed that the highest hardness was related to the zero-degree forging direction due to the high-volume fraction of the alpha phase, its morphology, and grain refinement caused by the hot forging process.

Keywords: Zr-Nb Alloy, Microstructure, Multidirectional Free Hot Forging.

۱. مقدمه

آلیاژهای زیرکونیم به دلیل خواص مکانیکی خوب در دمای بالا و سطح مقطع جذب نوترون کم به‌عنوان یک ماده ساختاری در صنعت هسته‌ای شناخته شده است[۱]. در راکتورهای آب سنگین تحت‌فشار از نوع CANDU، مجموعه سوخت در داخل لوله‌های Zr-2.5Nb در فشار داخلی ۱۱۰ مگا پاسکال و ۳۰۰ درجه سانتی گراد به همراه شار نوترونی 10^{13} $n/cm^2/s$ قرار می‌گیرند. برای حفظ چنین محیطی در طول عمر متوسط حدود ۱۵ سال، لوله‌ها باید یکپارچگی و ثبات ابعادی خود را حتی در مواجهه با خزش و رشد تابش حفظ کنند. از بین تمام مراحل پردازش مکانیکی حرارتی (TMP)، فورج گرم یکی از مراحلی است که بیشترین تأثیر را بر ریزساختار و بافت نهایی لوله تحت‌فشار دارد. بنابراین، بهینه‌سازی پارامترهای فرآیند فورج گرم برای به دست آوردن خواص بهینه آن بسیار مهم است. حداقل تغییرات دما، کرنش و نرخ کرنش قطعه کار در طول کل فرآیند فورج، منجر به یکنواختی ابعاد، ریزساختار و خواص نهایی محصول می‌شود[۲]. برخی از خواص این آلیاژ که ازنظر فنی مهم هستند مانند تأخیر در ترک‌خوردگی هیدرید و تغییر شکل ناشی از پرتو، به‌صورت تجربی و تئوری توسط جهت‌گیری ریزساختار کنترل می‌شود. بنابراین بررسی خواص شمش تهیه‌شده در جهات مختلف حائز اهمیت است.

مطالعات آزمایشگاهی آلیاژهای زیرکونیم-نیوبیوم باعث شناسایی بهتر ریزساختار زیرکونیم با زمینه آلفا با ساختار کریستالی HCP می‌شود که رسوبات نیوبیوم بتا با ساختار کریستالی BCC در تعیین خواص نهایی کنترل‌کننده است. به دلیل قابلیت حرکت پایین نیوبیوم درزمینهٔ آلفا، این آلیاژ اغلب در حالت تعادلی نبوده و زمینه آن نسبت به نیوبیوم فوق اشباع است. ذرات کمیاب فاز لیوز (Laves) حاوی نیوبیوم نیز به دلیل حضور دیگر عناصر آلیاژی مانند آهن یا کروم در آلیاژهای صنعتی دیده می‌شوند. تحت پرتودهی پدیده شیشه‌ای شدن و انحلال این فازهای لیوز دیده‌شده است که برای همه آلیاژهای زیرکونیم و مشترک است که مخصوصاً برای آلیاژهای زیرکونیم-نیوبیوم تشکیل رسوبات بسیار ریز بتای غنی از نیوبیوم منجر به کاهش درصد نیوبیوم درزمینهٔ آلفا می‌شود. ازآنجایی‌که خواص مکانیکی آلیاژهای زیرکونیم-نیوبیوم همانند مقاومت به خوردگی آن‌ها و حساسیت مغناطیسی آن‌ها به‌شدت وابسته به ریزساختار رسوب و مقدار حل شونده درزمینهٔ آلفا است، اطلاع از خواص ترمودینامیکی این سیستم همانند مرز فازهای حاصله اهمیت تخصصی زیادی دارد [۳،۴].

با کاهش ضخامت شمش زیرکونیم با نورد، ریز ساختار گستره‌ای از دانه‌های آلفای اولیه و گلوبولی را شکل می‌دهد که غالباً در جهت نورد کشیده می شوند. آنیل و سرد کردن آهسته در کوره باعث کاهش کسر حجمی آلفا می شود ولی به‌جای جوانه زدن آلفای ثانویه جدید ریزتر، فاز HCP از دانه‌های آلفای اولیه کروی و کشیده شده که در حین نورد تولید می‌شوند. تنها سوزن‌های آلفای ثانویه بسیار ریزبین مرزهای آلفای اولیه بزرگتر در آلیاژ آنیل شده در حین کاهش سطح مقطع تشکیل‌شده‌اند. این ریزساختارهای آنیل شده بیانگر آلیاژهای زیرکونیمی هستند در دمای بالا نورد شده‌اند و سپس در هوا خنک شده‌اند و مقدار نیوبیوم آن‌ها کمتر است مانند Zr-2.5Nb، غیرازاینکه کسر حجمی آلفای ثانویه که در دمای محیط ظاهر می‌شوند پایین‌تر بوده است؛ بنابراین استنباط کلی نتایج این است که این آلیاژ مشابه با دیگر آلیاژهای زیرکونیم و تیتانیم تغییر شکل پیدا می‌کند و یک ماده مدل مناسب برای تحقیق وضعیت تغییر شکل آلفای اولیه و زمینه بتا است[۵].

در این تحقیق به بررسی تغییرات ریزساختاری آلیاژ Zr-Nb پس از فورج آزاد چندجهته در جهات مختلف پرداخته‌شده است. بدین منظور در ابتدا ریزساختار آلیاژ ریخته‌گری شده و سختی حاصله موردبررسی قرار گرفت و پس از فورج به بررسی ریزساختار و سختی در جهات ۰، ۳۰، ۶۰ و ۹۰ درجه پرداخته شد.

۲. روش کار

۲. ۱ شرح مواد و ریخته‌گری

در این پژوهش از شمش آلیاژی زیرکونیم حاوی ۱ درصد وزنی نیوبیوم استفاده شد که میزان اکسیژن در آنالیز شیمیایی آلیاژ کمتر از ۱۲۰۰ ppm بود.

۲. ۲ فرآیند فورج آزاد چندجهته

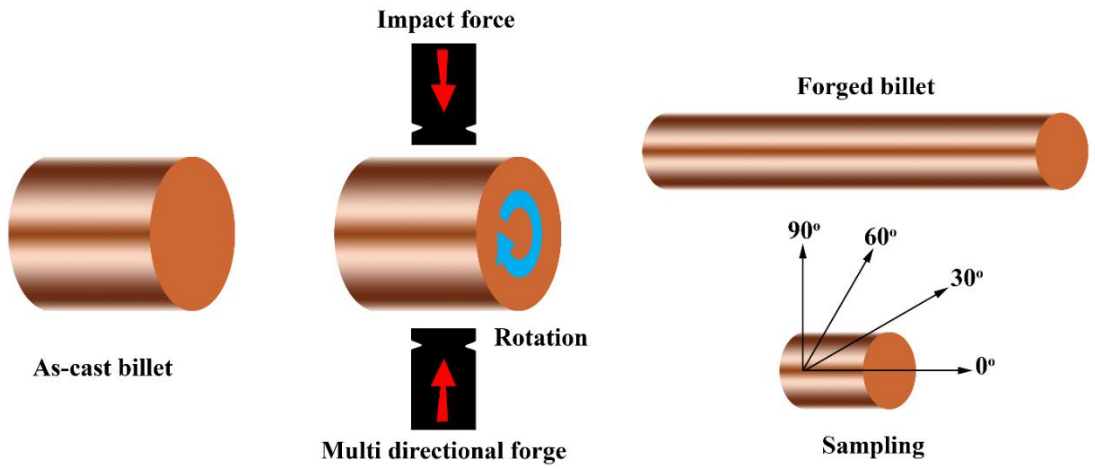
شمش ریخته‌گری شده در ابتدا در دمای ۸۳۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۰ ساعت هموژن شد و در هوا سرد گردید. سپس شمش استوانه‌ای با ارتفاع ۱۲۰ سانتیمتر و قطر ۳۵ سانتیمتر در دمای ۸۷۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت پیش گرم شد تا شکل‌پذیری مناسب برای فورج مهیا شود. فورج به صورت فرآیند فورج آزاد چندجهته هم‌دما توسط فورج نیوماتیک ضربه‌ای روی شمش انجام شد. قبل از فورج، پودر MoS_2 به‌عنوان روان کننده بر روی سطح تماس اعمال شد. فرایند فورج به صورت یک چرخه با جریان ۳ پاس مطابق با شکل ۱ انجام شد. در بین هر پاس، شمش تا دمای فورج به مدت ۳۰ دقیقه دوباره گرم شد. کاهش قطر شمش برای هر پاس حدود ۱۵ درصد بود و درمجموع ۶ پاس فورج انجام شد. کرنش واقعی برای هر پاس به صورت $\varepsilon = \ln H/h$ بیان می‌شود (که H و h به ترتیب نشان‌دهنده ارتفاع شمش قبل و بعد از فورج هستند) و کرنش تجمعی برای ۶ پاس تقریباً برابر ۱٫۰۷ بود. شمش‌ها پس از فورج در هوا خنک شدند.

۲. ۳ خواص مکانیکی

آزمون فشار توسط دستگاه سنتام در دمای محیط با نرخ کرنش ۰/۰۰۱ در حالت ریخته‌گری و فورج‌شده در ۴ جهت ۰، ۳۰، ۶۰ و ۹۰ درجه انجام شد. نمونه‌های استوانه‌ای با قطر ۹ میلی‌متر و ارتفاع ۱۳ میلی‌متر مورد استفاده قرار گرفتند. ورقه‌های گرافیت به‌عنوان روان کننده بین نمونه‌ها و فک‌های دستگاه قرار گرفتند. آزمون سختی سنجی توسط دستگاه Koopa با بار ۱۰ کیلوگرم به مدت ۱۰ ثانیه انجام شد. لازم به ذکر است هر نمونه ۵ بار تحت سختی سنجی قرار گرفتند و میانگین داده‌ها به همراه ارور بار گزارش شدند.

۲. ۴ مشخصه یابی

نمونه‌ها توسط ورق کاربید سیلیسم از شماره ۱۰۰-۱۵۰۰ سنباده شدند و توسط خمیر الماسه پولیش گردیدند و توسط محلول حاوی ۹۰٪ اتانول، ۸٪ نیتریک اسید و ۲٪ هیدروفلوئوریک اسید به مدت ۸ ثانیه به روش مالشی با اسفنج اچ شدند. ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری Olympus موردبررسی قرار گرفتند. جهت فازیابی از دستگاه پراش پرتوایکس فیلیپس مدل PW1800 با ولتاژ ۳۰ kV و طیف Cu-Kα استفاده شد.

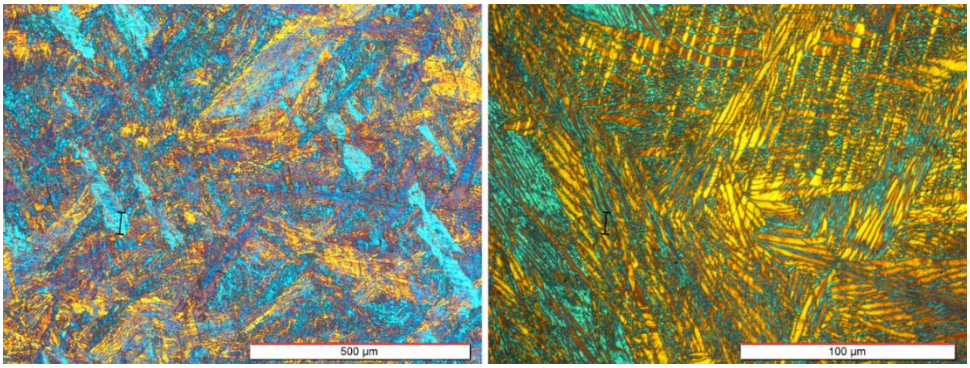


شکل۱. شماتیکی از نحوه فورج آزاد چندجهته آلیاژ زیرکونیم-نیوبیوم

۳. نتایج و بحث

۳.۱ ریزساختار

شکل ۲ ریزساختار نمونه ریخته‌گری شده Zr-Nb را در بزرگنمایی‌های مختلف را نشان می‌دهد. همان‌طور که در تصویر مشاهده می‌شود ریزساختار شامل فاز آلفا با کلونی‌های مختلف، همچنین دانه α آلوتریومورفیک دیده می‌شود که در امتداد مرزهای دانه β و در داخل دانه‌های β تشکیل‌شده‌اند. مقدار کمی از α ثانویه بسیار ریز نیز درزمینهٔ β دیده می‌شود. در تصویر با بزرگنمایی بالاتر مناطق غنی از نیوبیوم و تیغه‌های مارتنزیت است که ناشی از نرخ سرمایش بالا در حین تغییر شکل بتا است. لازم به ذکر است که نمونه ریخته‌گری شده دارای دانه‌های بزرگ هم‌محور در حد چند میلی‌متر است.



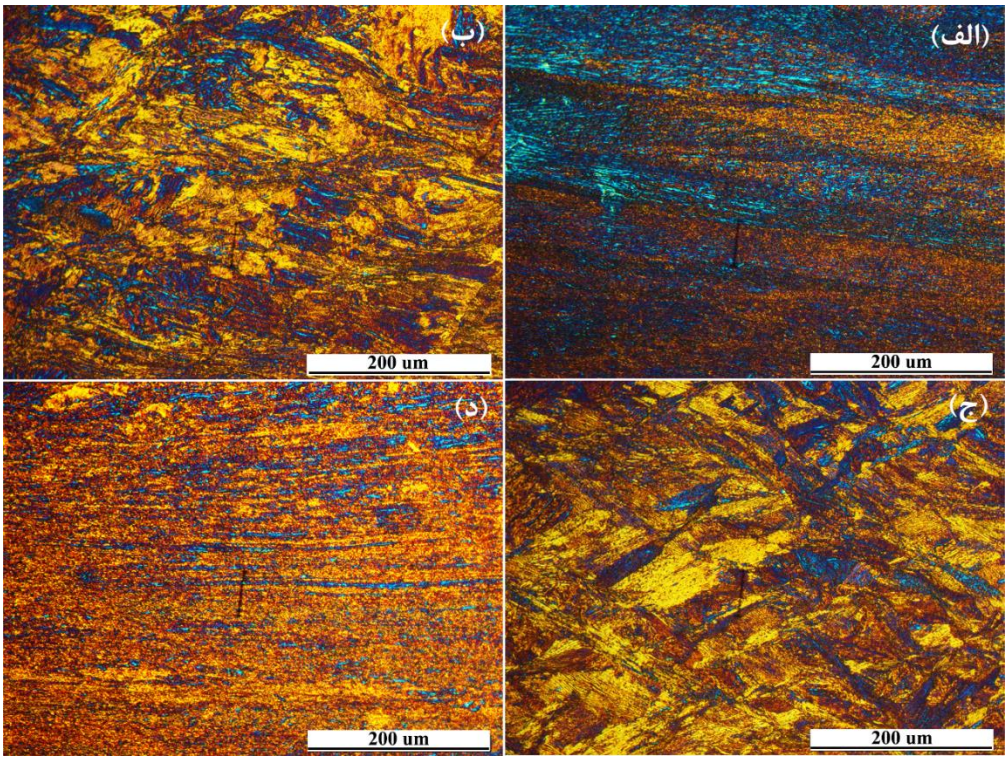
شکل۲. تصویر میکروسکوپی نوری از نمونه ریخته‌گری شده در بزرگنمایی‌های مختلف

شکل ۳ تصویر نوری از ریزساختار نمونه فورج‌شده را در ۴ جهت نشان می‌دهد. در جهت صفر درجه همان‌طور که مشاهده می‌شود بعد از فورج، ریزساختار شامل دامنه وسیعی از دانه‌های آلفا کروی و کشیده شده در جهت فورج است. این در حالی است که در جهت ۳۰ درجه کسر حجمی دانه‌های آلفا کشیده شده کاهش یافته است و اندازه کلونی‌ها افزایش داشته است. تغییر شکل وسیع و نرخ سرمایش بالا سبب شده است عامل کنترل‌کننده ریزساختار بوده است[۶]. در زاویه ۶۰ درجه کاهش کسر حجمی دانه‌های آلفا کشیده شده نسبت به ۳۰ درجه کمتر شده است و کلونی‌های بزرگتری را مشاهده می‌کنیم. این در حالی است که در زاویه ۹۰ درجه بیشترین کسر حجمی دانه‌های آلفا کشیده شده قابل مشاهده است. می‌توان گفت نرخ کرنش بالای ایجادشده در حین فورج سبب جوانه‌زنی دانه‌های آلفا ریز جدید ثانویه و دانه‌های آلفا کشیده شده در جهت فورج شده است. همچنین می‌توان لس‌های آلفا ثانویه ریز را در بین مرزدانه‌های آلفای اولیه در حین کاهش ضخامت مشاهده کرد. چنین ساختاری برای آلیاژ Zr-2.5Nb نورد شده در دمای بالا و سرد شده در هوا گزارش شده است. در یک بیان کلی می‌توان گفت که تغییر شکل آلیاژ توسط فورج به‌مانند تغییر شکل گزارش‌شده توسط نورد گرم برای آلیاژهای دوتایی Zr-Nb و Zr-Ti است که بیان‌کننده دانه‌های اولیه آلفا و زمینه بتا است.

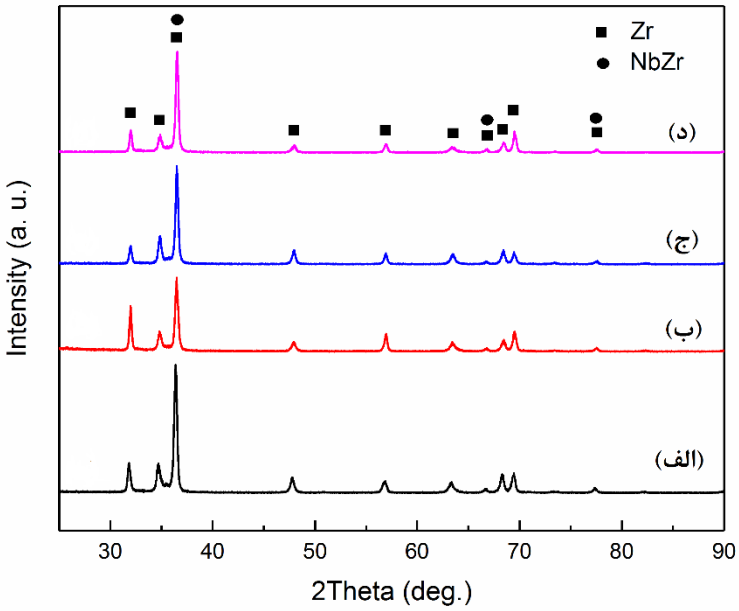
آنالیز پراش پرتوایکس در جهت‌های مختلف نمونه فورج‌شده در شکل ۴ آورده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود و طبق انتظار فازهای زیرکونیم و زیرکونیم-نیوبیوم در تمامی جهات قابل‌شناسایی است.

در شکل ۵ نتایج حاصل از سختی سنجی نمونه‌های بعد از ریخته‌گری و نیز نمونه‌های فورج در جهت‌های ۰، ۳۰، ۶۰ و ۹۰ درجه ارائه شده است. سختی به‌دست‌آمده برای نمونه ریخته‌گری ۱۵۳ ویکرز و برای نمونه‌های فورج‌شده در زوایای صفر، ۳۰، ۶۰ و ۹۰ درجه به ترتیب حدود ۲۰۷، ۱۶۰، ۱۷۱ و ۱۸۴ ویکرز بود. همان‌طور که مشخص است سختی به‌دست‌آمده در زاویه صفر درجه بیشترین مقدار را نشان می‌دهد. سختی‌های به‌دست‌آمده کاملاً مطابق با ریزساختار مشاهده‌شده در شکل‌های ۲ و ۳ است. با مقایسه ریزساختار فورج‌شده در زاویه‌های مختلف مشاهده می‌شود که با عملیات فورج اندازه دانه‌ها تغییر پیداکرده است و در جهات مختلف اندازه دانه‌های مختلفی را می‌توان مشاهده کرد. ازاین‌رو ریزساختارهای مختلف که در جهات مختلف برای یک نمونه مشاهده می‌شود بیان‌گر شرایط مختلف برای حرکت نابجایی‌ها و نیز موانع مختلفی برای نابجایی‌ها است. همچنین تغییر در کسر حجمی فاز آلفا و نیز مورفولوژی آن (کروی

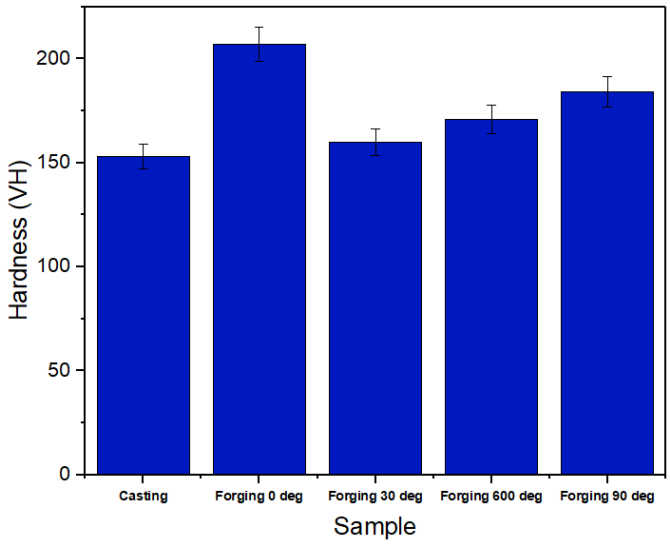
و کشیده) می‌تواند باعث تغییر در سختی آلیاژ شده است. ریز بودن ریزساختار در زاویه صفر و ریزساختار درشت‌تر در زوایای ۳۰ و ۶۰ درجه کاملاً مشهود است و بعدازآن در زاویه ۹۰ درجه دوباره اندازه دانه‌های کوچک مشاهده می‌شود.



شکل ۳. تصویر میکروسکوپی نوری از نمونه فورج‌شده در جهات مختلف: الف) ۰ درجه، ب) ۳۰ درجه، ج) ۶۰ درجه و د) ۹۰ درجه



شکل ۴. الگوی پراش پرتوایکس نمونه‌ی فورج‌شده در جهات مختلف: الف) ۰ درجه، ب) ۳۰ درجه، ج) ۶۰ درجه و د) ۹۰ درجه



شکل ۵. تغییرات سختی نمونه‌ی ریخته‌گری شده و فورج‌شده در جهات مختلف

۵. نتیجه‌گیری

در این تحقیق به بررسی تغییرات ریزساختار در جهات مختلف پس از عملیات فورج آزاد چندجهته پرداخته شد. بدین منظور در ابتدا شمش زیرکونیم حاوی ۱ درصد نیوبیوم توسط کوره تحت خلأ ریخته‌گری شد. سپس شمش ریخته‌گری شده تحت عملیات هموژن قرار گرفت و در هوا کونچ گردید. در ادامه شمش‌ها پس از پیش گرم شدن به‌صورت فرآیند فورج آزاد چندجهته هم‌دما فورج شدند. تغییرات ریزساختار و سختی به شرح زیر است:

۱- ریزساختار نمونه ریخته‌گری شده Zr-Nb شامل فاز آلفا با کلونی‌های مختلف است و همچنین دانه αآلوتریومورفیک دیده می‌شود که در امتداد مرزهای دانه β و در داخل دانه‌های β تشکیل‌شده‌اند.

۲- بررسی ریزساختار نمونه فورج نشان داد بیشترین کسر حجمی دانه‌های آلفا کشیده شده در زاویه ۹۰ درجه قابل‌مشاهده است که به دلیل نرخ کرنش بالای ایجادشده در حین فورج سبب جوانه‌زنی دانه‌های آلفا ریز جدید ثانویه و دانه‌های آلفا کشیده شده در جهت فورج‌شده است.

۳- آنالیز پراش پرتوایکس در جهت‌های مختلف نمونه فورج‌شده نشان داد فازهای زیرکونیم و زیرکونیم-نیوبیوم در تمامی جهات قابل‌شناسایی است.

۴- نتایج سختی سنجی نشان داد که بیشترین سختی مربوط به زاویه صفر درجه در جهت فورج و به علت کسر حجمی بالای فاز آلفا و نیز مورفولوژی آن و ریزدانگی ناشی از فرآیند فورج است.

۶. تشکر و قدردانی

از سازمان انرژی اتمی ایران بابت تهیه مواد اولیه و حمایت در انجام آزمون‌ها تشکر و قدردانی می‌شود.

۷. مراجع

1- K.K. Saxena, et al. Met. Mater. Int. 27 (2021) 2106–2133

2- N. Keskar, et al. Adv. Mater. Res. 585 (2012) 371–375.

3- C.S. Daniel, et al. Acta Mater. 205 (2021) 116538.

4- Y. Liu, et al. Surfaces and Interfaces 20 (2020) 100638.

5- R. Gostariani, et al. J. Mater. Eng. Perform. (2022).

6- J. Liu, et al. Acta Mater. 215 (2021) 117042.