

UNIVERSITATEA “POLITEHNICA” din BUCUREȘTI
FACULTATEA de ȘTIINȚA ȘI INGINERIA MATERIALELOR
Școala Doctorală de Ingineria Materialelor



TEZĂ DE DOCTORAT

Cercetări privind îmbunătățirea stabilității structurale și a rezistenței la oxidare a superaliajelor INCONEL prin adaos de reniu

Research on improving structural stability and oxidation resistance of INCONEL superalloys by rhenium addition

REZUMAT

Conducător științific:

Prof. Dr. Ing. Cristian PREDESCU

Doctorand:

Ing. Andrei GRECU

București

2023

Cuprins

INTRODUCERE	5
Cap. 1. ASPECTE GENERALE PRIVIND NOȚIUNEA DE SUPERALIAJ	6
1.1. Generalități	6
1.2 Clasificarea superaliajelor	6
1.2.2 Superaliaje cu bază nichel	6
1.4.2.2 Procese de topire	7
1.4.3 Superaliaje obținute prin metalurgia pulberilor	7
Cap. 2. STADIUL ACTUAL AL CUNOAȘTERII ÎN DOMENIUL STRUCTURII ȘI PROPRIETĂȚILOR MECANICE LA TEMPERATURI ÎNALTE ALE ALIAJELOR INCONEL	8
2.1. Structura aliajelor de tip Inconel.....	8
2.2. Studiu comparativ privind influența procesului de fabricație al superaliajelor Inconel asupra stucturii și proprietăților mecanice	9
2.4. Efectul tratamentului termic asupra microstructurii Inconel 718.....	11
2.8. Concluzii	11
Cap. 3. METODE ȘI METODOLOGIE, TEHNICI DE ANALIZĂ PENTRU REALIZAREA OBIECTIVELOR	12
3.1. Scopul și obiectivele cercetărilor	12
3.2. Metodologia cercetărilor	12
3.3. Cercetările experimentale	13
3.4. Materiale utilizate în cadrul cercetărilor	13
3.5. Elaborarea superaliajelor cu baza nichel pentru cercetările experimentale	14
3.6. Tratamentul termic al superaliajelor elaborate	14
3.7. Tehnici de analiză utilizate pentru realizarea cercetărilor	14
3.7.1. Analiza compoziției chimice	14
3.7.2. Analiza metalografică prin microscopie optică	14
3.7.3. Analiza microstructurală și microcompozițională.....	14
3.7.4. Determinarea durtății	14
3.7.5. Determinarea rezistenței la coroziune	14
Cap. 4. ELABORAREA SUPERALIAJELOR INCONEL ÎN CUPTORUL CU INDUCȚIE ÎN VID ȘI ATMOSFERĂ DE ARGON ȘI CARACTERIZAREA LOR; OMOGENIZAREA PRIN RECOACERE	15
4.1. Selecția compoziției chimice pentru superaliajele Inconel	15
4.2. Alegerea compozițiilor aliajelor și a materiilor prime utilizate la elaborarea superaliajelor Inconel	15
4.3. Determinarea durtății aliajelor după elaborare-turnare	16

4.4.1 Analiza structurală prin microscopie optică	17
4.4.2 Analiza structurală și compozițională prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM) asociată cu spectroscopie după energii în radiații X caracteristice (EDS)	19
4.5. Omogenizarea aliajelor elaborate; Recoacerea de omogenizare	21
4.5.1 Scopul recoacerii de omogenizare. Regimul termic propus	21
4.5.2. Încercări de duritate pe aliajele omogenizate	22
4.5.3 Analiza structurală prin metalografie a probelor după aplicarea recoacerii de omogenizare	22
4.5.3.1 Analiza structurală prin microscopie optică	22
4.5.3.2 Analiza structurală și compozițională prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM) asociată cu spectroscopie de dispersie după energii în radiații X caracteristice (EDS)	24
4.6. Concluzii	28
Cap 5. MODIFICAREA STRUCTURII ȘI PROPRIETĂȚILOR ALIAJELOR EXPERIMENTALE PRIN TRATAMENTE TERMICE	28
5.1. Tratamente termice aplicate. Regimuri de lucru propuse	28
5.1.1. Călirea pentru punere în soluție; Parametrii regimului de lucru	28
5.1.2. Îmbătrânirea artificială; Parametrii regimului de lucru	28
5.1.3. Regimurile termice propuse	29
5.3. Analiza prin metalografie a probelor experimentale după aplicarea călirii pentru punere în soluție	29
5.3.1. Analiza structurală prin microscopie optică	29
5.3.2. Analiza structurală și compozițională prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM) asociată cu spectroscopie cu dispersie după energii în radiații X caracteristice (EDS)	30
5.5. Analiza prin metalografie a probelor experimentale după aplicarea îmbătrânirii etajate.....	32
5.5.1 Analiza structurală prin microscopie optică	32
5.5.2 Analiza structurală și compozițională prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM) asociată cu spectroscopie cu dispersie după energii în radiații X caracteristice (EDS)	33
5.6. Comportarea la coroziune a superaliajelor Inconel	35
5.6.1. Materiale și metode.....	35
5.6.2. Rezultate.....	35
5.6.4. Polarizarea anodică.....	36
5.6.5. Metoda Pantelor Tafel pentru determinarea vitezei de coroziune.....	36
5.7. CONCLUZII	37
Cap. 6. STUDIU DE CAZ	37
6.1. Obiectivul cercetărilor	37
6.2. Analiza macroscopică	38
6.2.1 Examenul vizual al arcurilor	38
6.3. Analiza microfractografică	38
6.4. Microstructură și compoziție chimică	40

6.6. Concluzii	40
Cap.7. CONCLUZII GENERALE, CONTRIBUȚII ORIGINALE ȘI DIRECȚII VIITOARE DE CERCETARE	40
7.1 Concluzii Generale	40
7.2 Contribuții originale	42
7.3 Direcții viitoare ale cercetărilor științifice	43
Bibliografie	44

INTRODUCERE

În lumea modernă, dezvoltarea tehnologiei a condus la o creștere exponențială a cerințelor pentru materiale avansate, capabile să reziste la condiții extreme și solicitări mecanice intensive. Printre aceste materiale excepționale, superaliajele Inconel se disting prin proprietățile lor impresionante, făcându-le esențiale în industria aerospațială, energetică, chimică și în alte domenii tehnice. Inconel reprezintă o familie de aliaje baza nichel, caracterizate prin rezistență excelentă la temperaturi ridicate.

În anii 1940, cercetările pentru dezvoltarea unor materiale mai rezistente și durabile au dus la crearea primelor superaliaje pe bază de nichel, cunoscute sub numele de "Inconel". Compania American Special Metals Corporation (acum parte a grupului Special Metals Corporation) a fost pionieră în dezvoltarea acestor aliaje de înaltă performanță. Termenul "Inconel" este, de fapt, un nume comercial înregistrat, dar a devenit atât de răspândit încât este folosit în general pentru a descrie o gamă largă de aliaje nichel-crom, inclusiv cele cu diferite adausuri de molibden, cobalt, titan și alte elemente. În prezent, industria utilizează mai multe tipuri de superaliaje Inconel, cele mai utilizate fiind Inconel 600, Inconel 625 și Inconel 718.

Superaliajele Inconel se evidențiază printr-o combinație unică de proprietăți, care le face potrivite pentru aplicații critice în medii extreme. Una dintre trăsăturile lor definitorii este rezistența la temperaturi ridicate. Aceste aliaje își păstrează rezistența structurală chiar și la temperaturi ce depășesc 1000°C, făcându-le ideale pentru componente care funcționează în condiții de temperatură ridicată, cum ar fi turbinele de avioane sau echipamentele din centralele termice și nucleare. De asemenea, prezența nichelului în proporții mari conferă acestor aliaje rezistență excelentă la coroziune, ceea ce le face potrivite pentru aplicații în medii acide, alcaline și sărate.

În plus, superaliajele Inconel se caracterizează printr-o rezistență mecanică remarcabilă și o bună ductilitate, fapt ce permite fabricarea pieselor complexe și a structurilor cu cerințe riguroase de rezistență și fiabilitate. De asemenea, ele au o capacitate bună de prelucrare și pot fi sudate cu ușurință, facilitând producția de componente personalizate pentru diferite aplicații industriale. În ansamblu, combinarea acestor proprietăți face ca superaliajele Inconel să fie esențiale pentru industria aerospațială, industria energetică, industria chimică și petrochimică, medicină și stomatologie, industria de apărare și multe alte domenii în care fiabilitatea și durabilitatea sunt cruciale.

Teza de doctorat își propune proiectarea, elaborarea, tratarea termică și caracterizarea fizico-structurală a unui număr de cinci superaliaje Inconel, din care 4 cu conținut variabil de reniu.

Cap. 1. ASPECTE GENERALE PRIVIND NOȚIUNEA DE SUPERALIAJ

1.1. Generalități

Superaliajele sunt materiale speciale bogate în cel puțin unul dintre elementele nichel, cobalt sau fier, care își mențin stabilitatea structurală a suprafeței și a proprietăților fizico-mecanice la temperaturi ridicate, sub stres ridicat și în mediu sever.

Datorită acestor calități, superaliajele sunt utilizate pe scară largă în domenii industriale de vârf, cum ar fi industria aeronautică, industria nucleară, industria spațială, energetică etc.

Superaliajele sunt aliaje rezistente la temperaturi înalte, prezentând o combinație de rezistență mecanică și rezistență la degradarea suprafeței [1]. De fapt, sunt utilizate în principal la motoarele din industria aerospațială, la turbinele cu gaz, instalațiile de ardere și în industria chimică și energetică, pentru alte aplicații speciale, care necesită rezistență la temperaturi ridicate și/sau la coroziune, adică în primul rând posedă proprietăți de refractaritate. O caracteristică remarcabilă a aliajelor pe bază de nichel este utilizarea lor în aplicații portante la temperaturi care depășesc 80% din temperatura lor de început de topire, o fracțiune care este mai mare decât pentru orice altă clasă de aliaje.

1.2 Clasificarea superaliajelor

Superaliajele sunt clasificate în mai multe categorii în funcție de metalul predominant prezent în aliaj. Astfel există:

- Superaliaje pe bază de nichel
- Superaliaje pe baza de titan
- Superaliaje pe bază de cobalt
- Superaliaje pe bază de fier

1.2.2 Superaliaje cu bază nichel

Superaliajele cu bază de nichel sunt cele mai complexe, cele mai utilizate pe scară largă pentru domenii în care condițiile de lucru sunt foarte complexe: temperaturi ridicate asociate cu solicitări mecanice importante. Unii autori le consideră cele mai interesante dintre toate superaliajele [3], dar evident, punctul lor de vedere poate fi considerat subiectiv din partea altor specialiști. Ele constituie în prezent peste 50% din greutatea motoarelor avansate de aeronave. Principalele caracteristici ale nichelului ca bază în aceste aliaje sunt proprietățile mecanice avansate (asociere favorabilă între rezistența mecanică și plasticitate), un remarcabil comportament la fluaj și o rezistență avansată atât la coroziunea electrochimică cât și la oxidare, adică la coroziunea uscată, marcată de temperaturi ridicate. O caracteristică favorabilă a nichelului reprezintă și datele sale cristalografice, sistemul sau de cristalizare fiind cub cu fețe centrate (CFC) cea mai favorabilă celulă BRAVAIS, care asigură chiar de la nivel cristalin cele mai avantajoase proprietăți. Prin aliere

nihelul formeaza o serie de solutii solide de substitutie cu proprietati mecanice importante, realizate prin mecanismul de durificare prin dizolvare.

Cea mai importantă utilizare a superaliajelor cu baza Ni este în fabricarea turbinelor cu gaz, intalnite in constructia turboreactoarelor de la aeronavele comerciale și militare, in subansamblele generatoarelor de energie din industria energetica sau in subansamblele de propulsie ale navelor marine.

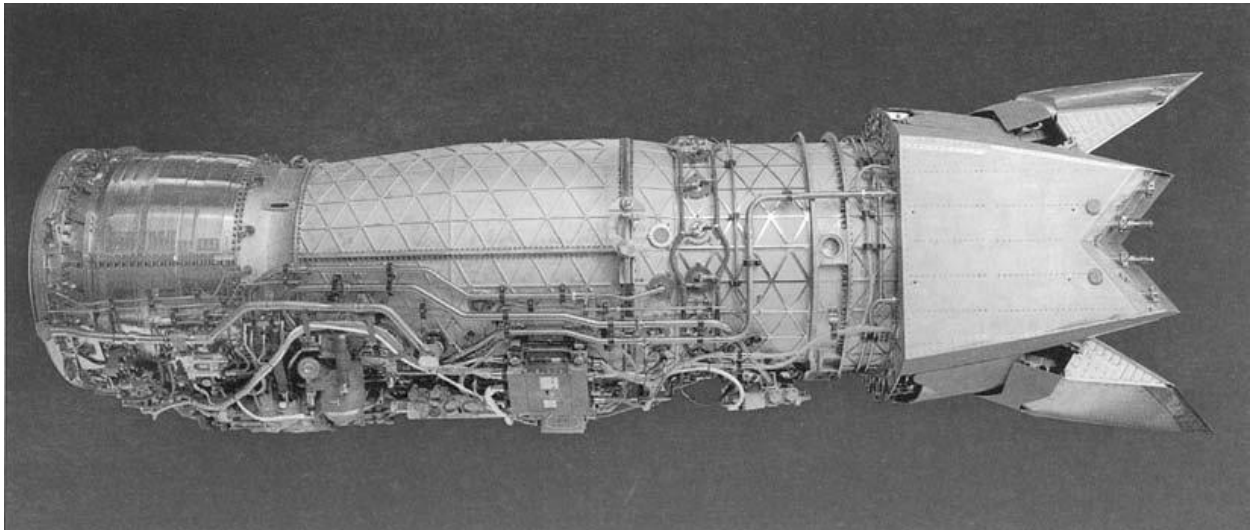


Figura 1.2. Motor cu turbină cu gaz F119; un utilizator major de superaliaje [7]

1.4.2.2 Procese de topire

Procesele tradiționale utilizate pentru producerea superaliajelor sunt prezentate în Figura 1.6.

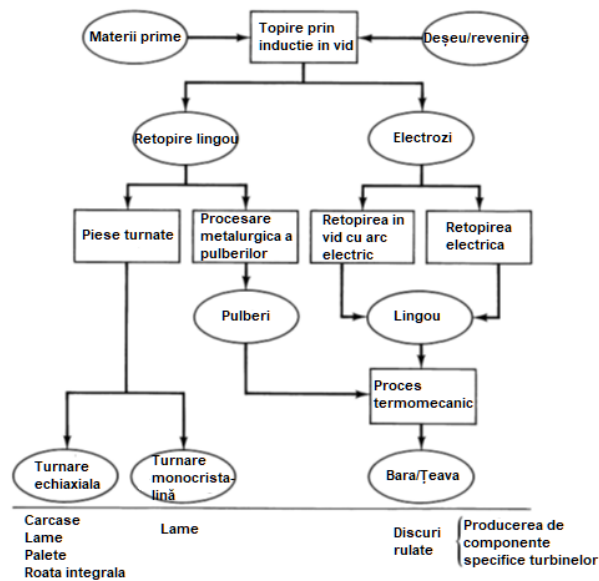


Figura 1.6. Tehnologii utilizate pe scară largă pentru producerea superaliajelor [7]

1.4.3 Superaliaje obtinute prin metalurgia pulberilor

Pentru a crește rezistența superaliajelor pe bază de Ni policristalin, nivelurile de adiții de aliaje refractare și elementele formatoare de faza γ' au crescut treptat până la niveluri care fac ca

rutele convenționale de prelucrare să fie deficitare [18]. Elemente precum W, Mo, Ti, Ta și Nb durifica în mod eficient aliajul, dar duc și la o segregare severă a soluției solide γ . În plus, ductilitatea limitată a aliajelor de înaltă rezistență face ca lingoul să fie susceptibil la fisurare pe măsură ce solicitările induse termic evoluează în timpul răcirii. Căile de procesare a pulberii au fost dezvoltate pentru a depăși dificultățile asociate cu defectele legate de topire și sunt viabile pentru producerea de componente avansate de superaliaj policristalin de înaltă rezistență. În Tabelul 1.1 sunt enumerate compozițiile unor superaliaje pe bază de Ni prelucrate cu pulbere disponibilă comercial [19].

Prelucrarea pulberii începe cu atomizarea cu gaz sau în vid a unui lingou VIM puternic aliat. Solidificarea rapidă a pulberilor fine suprimă eficient macrosegregarea în aliaj.

Cap. 2. STADIUL ACTUAL AL CUNOAȘTERII ÎN DOMENIUL STRUCTURII ȘI PROPRIETĂȚILOR MECANICE LA TEMPERATURI ÎNALTE ALE ALIAJELOR INCONEL

2.1. Structura aliajelor de tip Inconel

Prima analiză a aliajelor INCONEL, în care elementul de bază este nichelul, iar principalul element de aliere cromul se face studiind diagrama de echilibru Ni-Cr (fig. 2.1). De interes rămâne domeniul dinspre partea nichelului, acolo unde se regăsesc aliajele din această categorie.

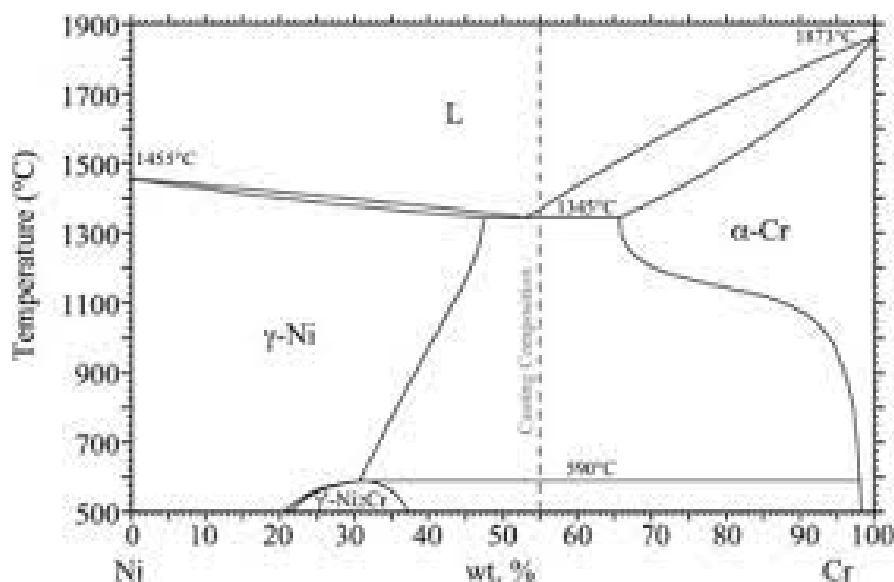


Fig. 2.1. Diagrama de echilibru fazic Ni-Cr [128]

În linii generale, diagrama de echilibru se încadrează în categoria celor cu solubilitate totală în stare lichidă, parțială în stare solidă și transformare eutectică. Se remarcă variațiile ample ale liniilor solvus, care desemnează posibilitatea aplicării tratamentelor termice de călire pentru punere în soluție și îmbătrânire artificială pentru aliajele a căror verticală de compoziție se situează sub acestea. Efectul va fi în primul rând cel de creștere a performanțelor mecanice prin mecanismul de durificare prin precipitare.

2.2. Studiu comparativ privind influența procesului de fabricație al superaliajelor Inconel asupra stucturii și proprietăților mecanice

Unul dintre cele mai frecvent utilizate aliaje cu aplicații în aeronautică, turbine cu gaz, rotoare de turbocompresoare și o varietate de alte aplicații corozive și structurale care implică temperaturi de până la $\sim 700^\circ\text{C}$, este Inconel 718.

Tabelul 2.1. Compoziția chimică a aliajului Inconel 718

Element (%)	Ni(%)	Cr (%)	Nb (%)	Mo(%)	Ti(%)	Co(%)	Al(%)	Fe(%)
(%)	50-55	17-21	4,8-5,5	2,8-3	0,6-1,1	1	0,2-0,8	dif

Aliajul este proiectat pentru rezistență la tracțiune, rezistență la fluaj și durată bună la oboseală la temperaturi ridicate de până la 700°C și este cunoscut pentru faptul că are o sudabilitate bună datorită cineticii sale de precipitare relativ lente [25], [26].

Microstructura Inconel 718 conține o matrice de soluție solidă γ (A1) cu o cantitate destul de importantă de carburi primare și faze intermetalice de tip Ni_3Me , și anume γ' $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti},\text{Nb})$ (L12), ordonat tetragonal γ'' Ni_3Nb , și CFC MX $(\text{Nb},\text{Ti})(\text{C},\text{N})$. Microstructura ar putea include, de asemenea, faze nedorite compacte, cum ar fi Laves hexagonale $(\text{Ni}, \text{Fe}, \text{Cr})_2(\text{Nb}, \text{Mo}, \text{Ti})$, ortorombic δ $\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Ti})$ și fazele tetragonale σ CrFe [27] (Fig. 2.2).

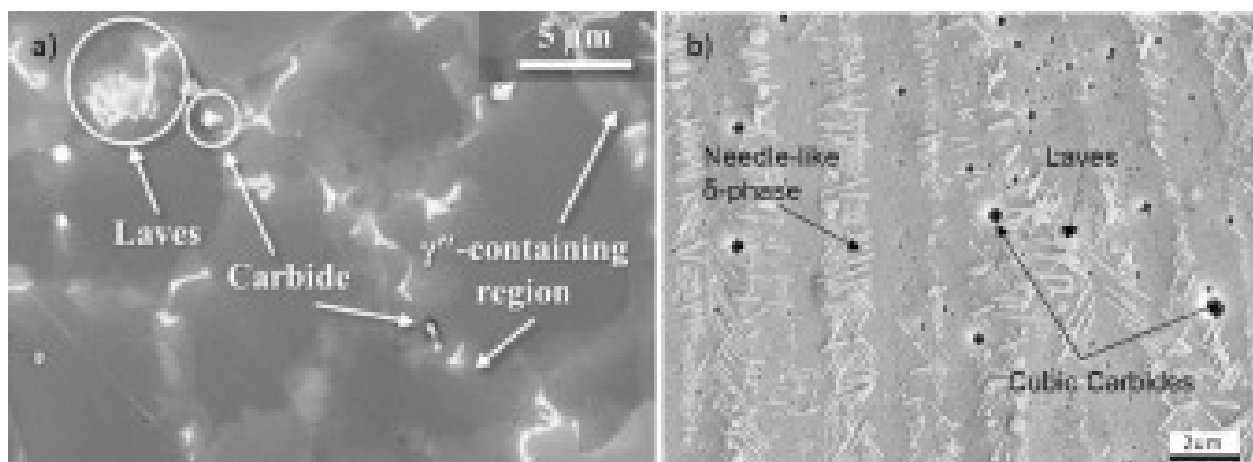


Fig. 2.2. Principalele precipitate din Inconel 718: a) faza Laves interdendritică, carburi NbC și regiuni luminoase care conțin γ'' în Inconel 718 depus direct cu laser (DLD) [28]; b) Laves, carburi cubice și faza δ asemănătoare acului în Inconel 718 topit selectiv cu laser (SLM) tratat termic [29]

Principalele faze durificatoare pentru Inconel 718 sunt γ'' și γ' metastabile în legătura coerentă și semicoerentă cu matricea γ CFC.

Fabricarea aditivă a aliajelor (MAM) este o metodă avansată de fabricație care permite construirea de piese tridimensionale (3D), strat cu strat, fie din pulbere, fie din material de alimentare din sârmă, cu o bună acuratețe și direct dintr-un model CAD, fără unelte sau cunoștințe specifice piesei [30], [35].

Fig.2.3 prezintă vederi schematice ale diferitelor tehnici MAM.

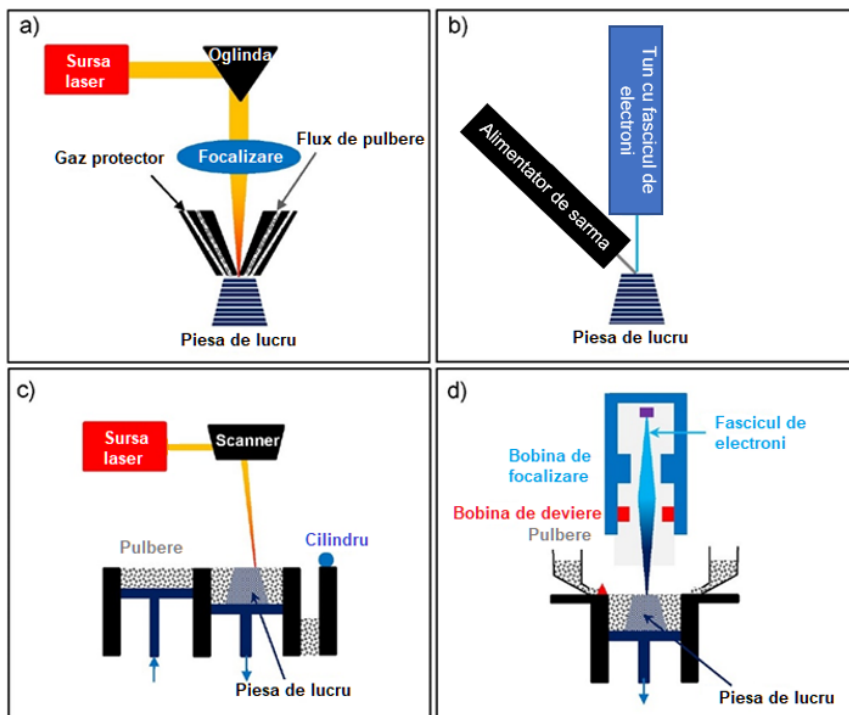


Fig. 2.3. Schema diferitelor procese MAM, (a) depunere directă cu laser (DLA); (b) depunere directă cu fascicul de electroni (sârmă) (DEBM); (c) topirea selectivă cu laser (SLM) și (d) topirea cu fascicul de electroni (EBM) [39].

Sensibilitatea microstructurii (și în consecință proprietățile mecanice) ale AM se bazează pe strategia de scanare AM și parametrii fascicului care promovează capacitatea de a realiza controlul microstructurii specifice locului în cadrul unei componente fabricate [61], [62], [63]. Un AM Inconel 718 funcțional a fost produs cu diferite regiuni de microstructură cu granulație fină și grosieră (Fig. 2.7) [62]. S-a demonstrat că variația microstructurii are o influență directă asupra proprietăților mecanice locale și s-a observat un gradient abrupt de duritate între zone

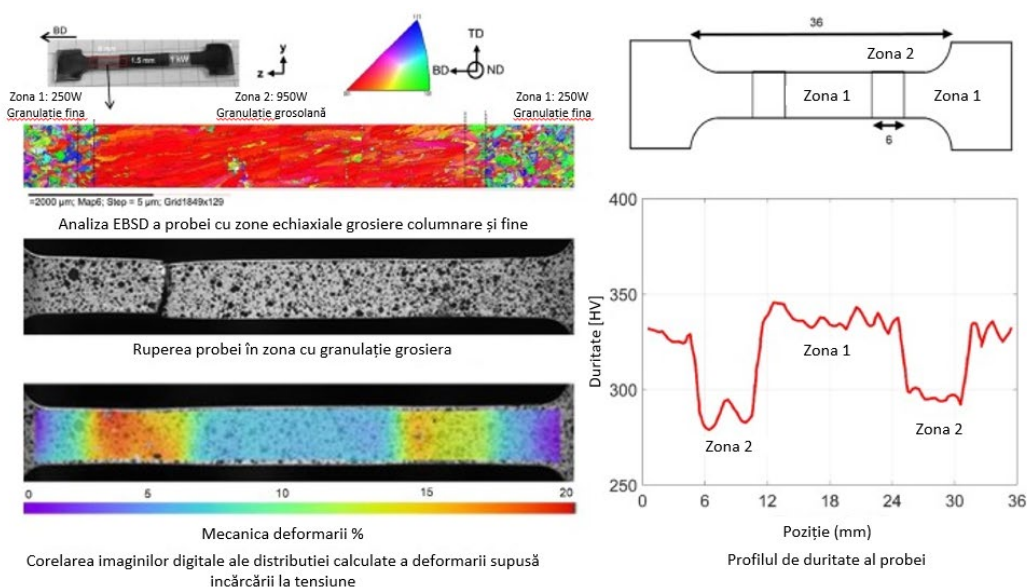


Fig. 2.7. Microstructură, profil de duritate și distribuție a deformării sub sarcină de tracțiune pentru un AM Inconel 718 funcțional [62].

2.4. Efectul tratamentului termic asupra microstructurii Inconel 718

Pentru AM Inconel 718, microstructura așa cum este alcătuită conține faza Laves fragilă și faza δ care se formează în principal datorită micro-segregării Nb și Ti [64], [73], [74]. Scopul tratamentului termic de călire pentru punere în soluție pentru AM Inconel 718 este dizolvarea fazelor Laves și δ și omogenizarea distribuției Ti, Al și Nb în matrice. Acest lucru ajută la precipitarea eficientă a γ' și γ'' fine și la atingerea rezistenței maxime în tratamentul ulterior de îmbătrânire [61], [64], [75].

După tratamentul de omogenizare/soluție, principalele faze de durificare ale γ' și γ'' se formează în timpul tratamentelor de îmbătrânire ulterioare [73], [74], [79], [80]. Tratamentul dublu de îmbătrânire după tratamentul cu soluție/omogenizare la 1080°C a dus la rezistență și ductilitate de 1529±19MPa și 18,6±0,9% pentru AM Inconel 718, care sunt superioare celor pentru Inconel 718 forjat [81]. Fig. 2.8 prezintă microstructura SLM Inconel 718 în diferite condiții de tratament termic. Din cauza solidificării rapide și vitezei mari de răcire în timpul proceselor SLM, precipitarea fazelor cu efect durificator este în mare măsură inhibată. Prin urmare, amploarea precipitatelor precum γ' și γ'' este semnificativ scăzută în condițiile de construcție, ceea ce duce la o scădere a rezistențelor mecanice ale aliajului [27], [82], [49], [83].

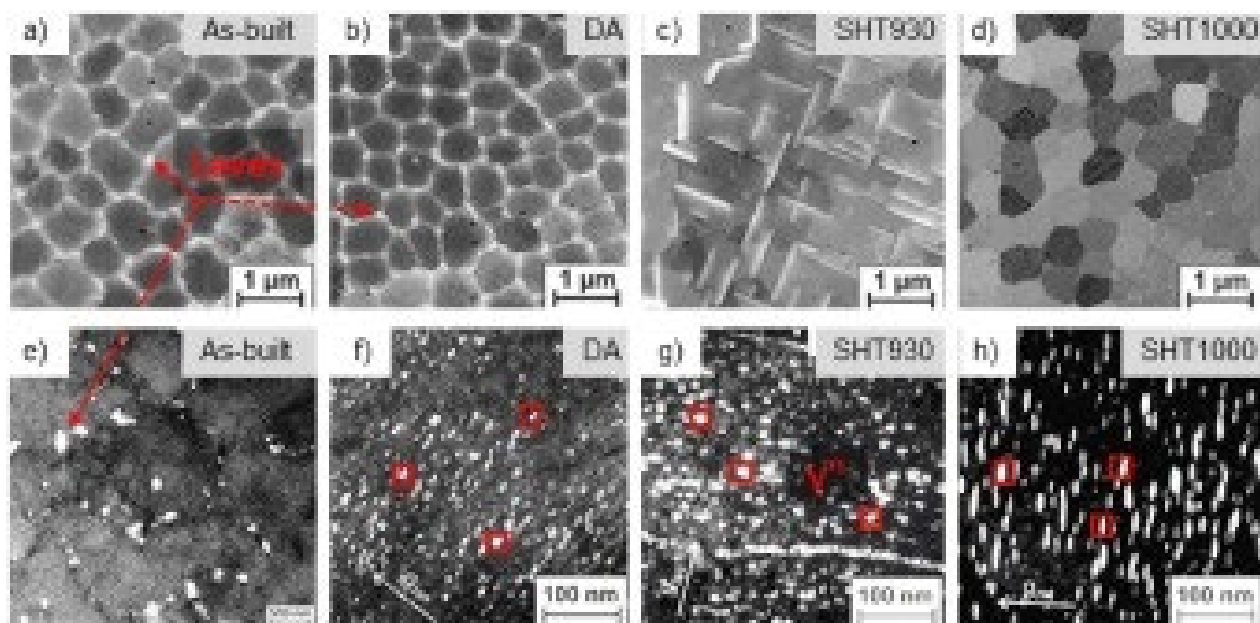


Fig. 2.8. (a–d) imagini de microscopie electronică de baleiaj (SEM) și (e–h) imagini în câmp întunecat prin microscopie electronică prin transmisie (TEM) care caracterizează microstructura SLM Inconel 718 după diferite procese de tratament termic [49].

2.8. Concluzii

- Inconel 718 este unul dintre cele mai frecvent utilizate aliaje pentru fabricarea aditivilor metalice (AM) și are o gamă largă de aplicații în avioane, turbine cu gaz, rotoare de turbocompressoare și o varietate de alte aplicații corozive și structurale până la ~700°C.

- Datorită solidificării rapide și vitezelor mari de răcire în timpul proceselor AM, microstructura AM Inconel așa cum a fost construită constă dintr-o matrice γ suprasaturată, fază Laves și o cantitate limitată de particule de durificare γ'' și γ' .

Cap. 3. METODE ȘI METODOLOGIE, TEHNICI DE ANALIZĂ PENTRU REALIZAREA OBIECTIVELOR

3.1. Scopul și obiectivele cercetărilor

Scopul și obiectivul principal al cercetărilor îl reprezintă proiectarea și realizarea unor superaliaje bază nichel, din care 4 (P2-P5) cu conținut variabil de reniu, cu proprietăți fizico-mecanice superioare, cu utilizări în industria aerospațială, energetică, chimică și de apărare. În acest sens, direcția de cercetare va parcurge următorii pași:

- analiza datelor din literatura de specialitate referitoare la superaliajele cu bază nichel;
- elaborarea a cinci tipuri de superaliaje, din care două existente în tehnologiile actuale și trei care conțin reniu;
- analiza comparativă a sturcturii celor cinci superaliaje după elaborare în vid și atmosferă de argon;
- efectuarea tratamentelor termice asupra superaliajelor elaborate și investigarea structurilor obținute;
- analiza comparativă a sturcturii celor cinci superaliaje tratate termic;
- caracterizarea fizico-mecanică a superaliajelor cu conținut de reniu comparativ cu cele două superaliaje existente, în toate fazele: elaborare, tratament termic;

3.2. Metodologia cercetărilor

Pentru stabilirea metodologiei de cercetare s-a avut ca bază de pornire stadiul actual al cercetărilor în domeniul superaliajelor baza nichel, constatată în urma studierii literaturii de specialitate.

Elemente de aliere, cum ar fi Co, Cr, Mo, Re, Ta, Ti, W sunt adăugate pentru a spori proprietățile de creștere a rezistenței la coroziune la temperatură ridicată. Printre aceste elemente de aliere, Re în principal îmbunătățește remarcabil rezistența la coroziune și rezistența la fluaj [3,4].

În baza celor prezentate, a fost întocmit planul de cercetare având în vedere următoarele aspecte:

- 1) Justificarea necesității abordării temei de cercetare**, ca subiect important al științei materialelor, cu accent pe comportarea la temperaturi înalte și condiții tribologice grele;
- 2) Contribuțiile la dezvoltarea și perfecționarea unor tehnologii de elaborare și tratamente termice ale superaliajelor cu baza nichel și conținut de reniu;**
- 3) Contribuții la obținerea unor structuri omogene cu proprietăți fizico-mecanice superioare.**

Prin acest obiectiv se fundamentează științific posibilitățile de elaborare și tratare termică a unor superaliaje baza nichel utilizate în industria aerospațială, energetică și de apărare.

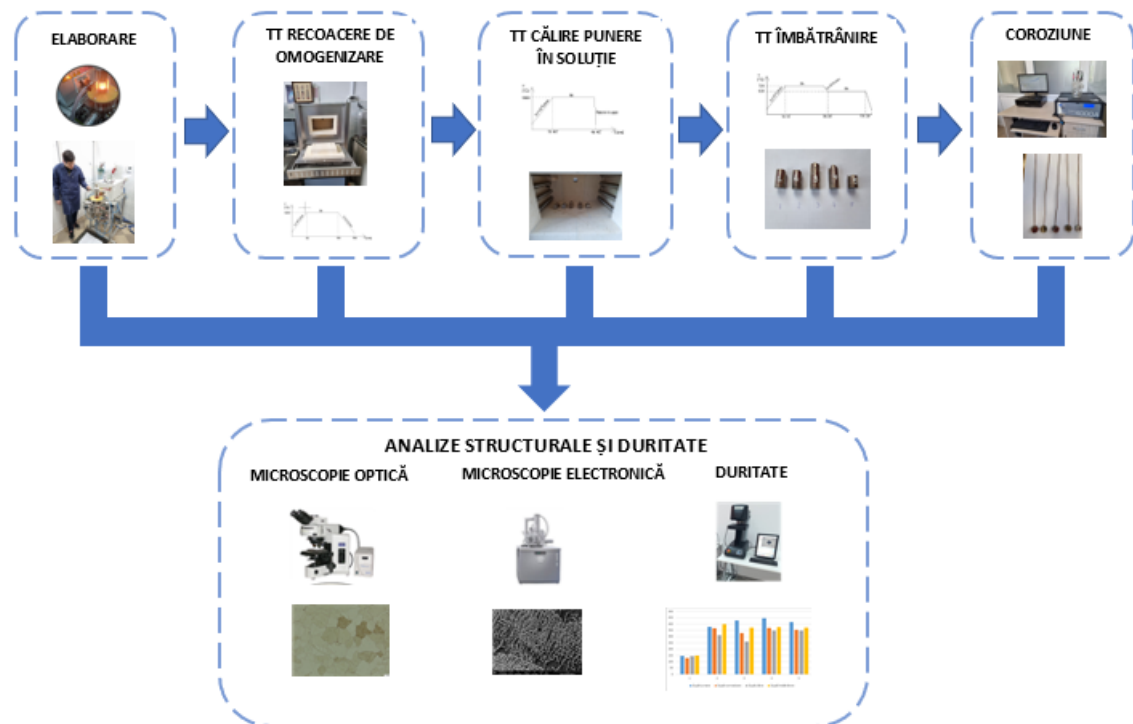


Fig. 3.1. Structura planului de cercetare al tezei de doctorat

3.3. Cercetările experimentale

Cercetările experimentale au constat în activități de cercetare fundamentală și aplicativă. Metodologic, s-a avut în vedere realizarea cercetărilor, în funcție de **conținut și destinația superaliajelor realizate**, astfel:

3.4. Materiale utilizate în cadrul cercetărilor

În cadrul cercetărilor au fost elaborate 5 tipuri de superaliaje cu baza nichel, din care 4 noi, de concepție proprie, cu conținut variabil de reniu.

Pentru elaborarea acestora au fost utilizate materiale cu compoziția prezentată în tabelul 3.1.

Tabel 3.1 Compoziția chimică a materialelor utilizate la elaborarea superaliajelor[128]

Material	C (%)	Nb (%)	Mo (%)	Ti (%)	Al (%)	Fe (%)	W (%)	Cr (%)	Ni (%)	Re (%)	Co (%)	Ta (%)
Ni	-	-	-		-	-	-	-	99,99	-	-	-
Ti	-	-	-	99,99	-	-	-	-	-	-	-	-
Cr								99,9				
Al	-	-	-	-	99,9	-	-	-	-	-	-	-
CMSX4	-	-	0,60	1,0	5,6	-	6,0	6,50	dif	3,0	9,0	6,5
AMCO	0,005	-	0,043		0,00	dif	-	0,00	0,01	-	-	-
INCONEL 625	-	3,85	8,5	0,2	0,35	4,63	-	22,5	dif	-	0,24	-

3.5. Elaborarea superaliajelor cu baza nichel pentru cercetările experimentale

Cele cinci categorii de superaliaje INCONEL folosite pentru cercetările experimentale au fost elaborate în cuptor cu levitație cu creuzet rece, în vid și atmosferă controlată (argon), de tipul Fives Celes ALU 600, aflat în dotarea centrului ECOMET.

3.6. Tratamentul termic al superaliajelor elaborate

Tratamentele termice ale superaliajelor elaborate s-au făcut în cuptorul de încălzire NABERTHERM, din dotarea Centrului ECOMET.

3.7. Tehnici de analiză utilizate pentru realizarea cercetărilor

3.7.1. Analiza compoziției chimice

Stabilirea compoziției chimice a superaliajelor elaborate pentru experimentări și verificarea încadrării în compoziția chimică stabilită anterior, s-a făcut cu spectrometrul de emisie optică Leco GDS 500 A.

3.7.2. Analiza metalografică prin microscopie optică

Analiza microscopică pentru identificarea constituenților și eventualelor defecte și imperfecțiuni provenite în urma procesului de elaborare și turnare s-a realizat prin utilizarea unui microscop Olympus BX 51M. Microscopul se afla în dotarea Centrului ECOMET din UPB.

Pentru a pune în evidență microstructura superaliajelor, probele au fost supuse atacului metalografic cu reactiv Marble.

3.7.3. Analiza microstructurală și microcompozițională - prin microscopie electronică de baleiaj (SEM) și prin microanaliză de raze X dispersivă în energie (EDAX) la microscopul electronic cu baleiaj Model QUANTA 450 FEG, cu următoarele caracteristici:

3.7.4. Determinarea durtății

Determinarea durtatii s-a facut cu durimetru automat Innovatest Falcon 500, pentru măsurarea microdurtăților;

3.7.5. Determinarea rezistenței la coroziune

Pentru a studia comportarea la coroziune a celor cinci superaliaje elaborate s-a utilizat un potențostat/galvanostat marca Gamry Reference 600 având un soft specializat de analiză a datelor achiziționate Echem Analysis, aflat în dotarea laboratorului de coroziune de la Facultatea de Inginerie Industrială și Robotică din UPB. S-a utilizat o celulă electrochimică clasică cu trei electrozi, electrodul de lucru-proba, contraelectrodul de platină și electrodul de referință - electrodul saturat de calomel.

Cap. 4. ELABORAREA SUPERALIAJELOR INCONEL ÎN CUPTORUL CU INDUCȚIE ÎN VID ȘI ATMOSFERĂ DE ARGON ȘI CARACTERIZAREA LOR; OMOGENIZAREA PRIN RECOACERE

Pentru realizarea cercetărilor experimentale s-au elaborat 5 tipuri de superaliaje INCONEL, care au fost ulterior supuse proceselor de tratamente termice, determinare a durtății și caracterizare fizico-structurală.

4.1. Selecția compoziției chimice pentru superaliajele Inconel

Pentru realizarea cercetărilor experimentale s-au elaborat 5 tipuri de superaliaje INCONEL. Elementele de aliere prezente în compoziția lor chimică - Al, Nb, Mo, Ti, Co, Ta, W, Re, au fost alese astfel încât să asigure caracteristicile tehnologice clasice pentru care au fost elaborate și pe de altă parte, să îmbunătățească într-o manieră modernă caracteristicile de funcționare la temperaturi ridicate.

4.2. Alegerea compozițiilor aliajelor și a materiilor prime utilizate la elaborarea superaliajelor Inconel

Pentru obținerea superaliajelor analizate în această lucrare pentru calculul încărcăturii s-au utilizat materii prime cu compoziții chimice cunoscute și verificate, prezentate în tabelul 3.1, cap.3.

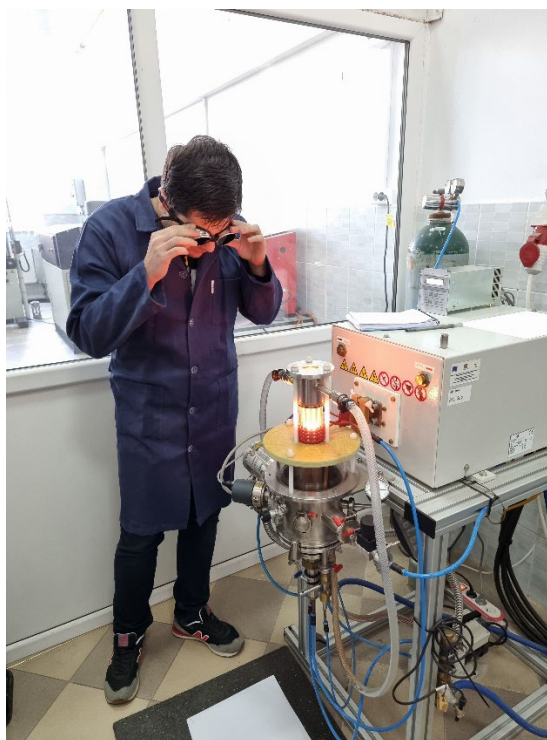


Fig.4.1 Cuptor de elaborare cu inducție în vid, cu creuzet rece și atmosferă de argon

Compozițiile acestor superaliaje sunt prezentate în tabelul 4.1.

De menționat că proporția compozițională a superaliajelor Inconel a fost aleasă ținând cont de influența fiecărui element de aliere, asupra proprietăților fizico-mecanice, dar în mod special de rezistența la coroziune la temperaturi înalte.

Tabel 4.1. Compoziția superaliajelor Inconel elaborate, în procente de masă

Material	Al(%)	Mo(%)	Cr (%)	Ni (%)	Ti(%)	Si(%)	Fe(%)	Nb(%)	Ta(%)	W(%)	Re(%)	C(%)	Co(%)
Proba 1	1,75	-	22,2	73,26	-	1,26	1,51	-	-	-	-	0,02	-
Proba 2	3,85		12,67	66,43	1,16	0,08	0,83	-	4,60	2,84	1,6	0,03	5,91
Proba 3	5,20	0,58	6,92	63,04	1,49	-	-	-	6,58	4,34	1,96	0,02	9,87
Proba 4	8,27	0,56	6,47	60,06	1,45	-	-	-	6,27	4,31	2,98	0,02	9,61
Proba 5	5,43	2,71	12,62	64,28	0,79	-	1,76	0,76	3,38	1,28	1,02	0,03	5,89

Elaborarea aliajelor s-a realizat în vid, iar topitura a fost protejată în timpul turnării în lingou prin utilizarea unei atmosfere controlate de argon. Materialele utilizate pentru elaborare au fost preîncalzite la 250°C pentru eliminarea umidității, într-un cuptor obisnuit de încălzire, existent în laboratoarele de cercetare ale centrului.

Probele elaborate sunt prezentate macroscopic în figura 4.2.

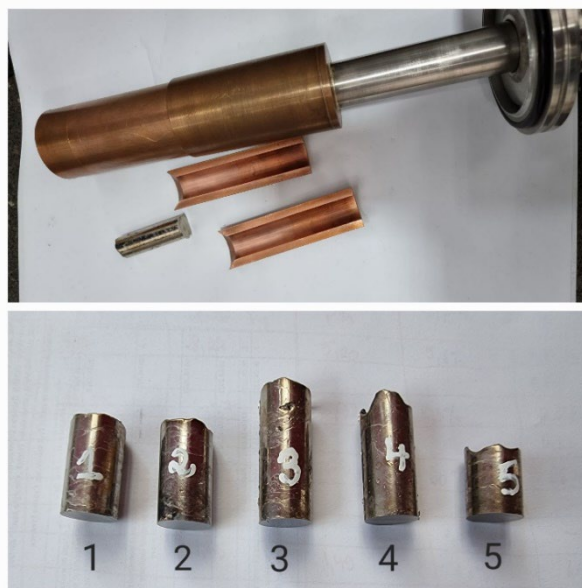


Fig.4.2. Lingourile de superaliaje obținute la elaborarea în cuptorul cu inducție

4.3. Determinarea durității aliajelor după elaborare-turnare

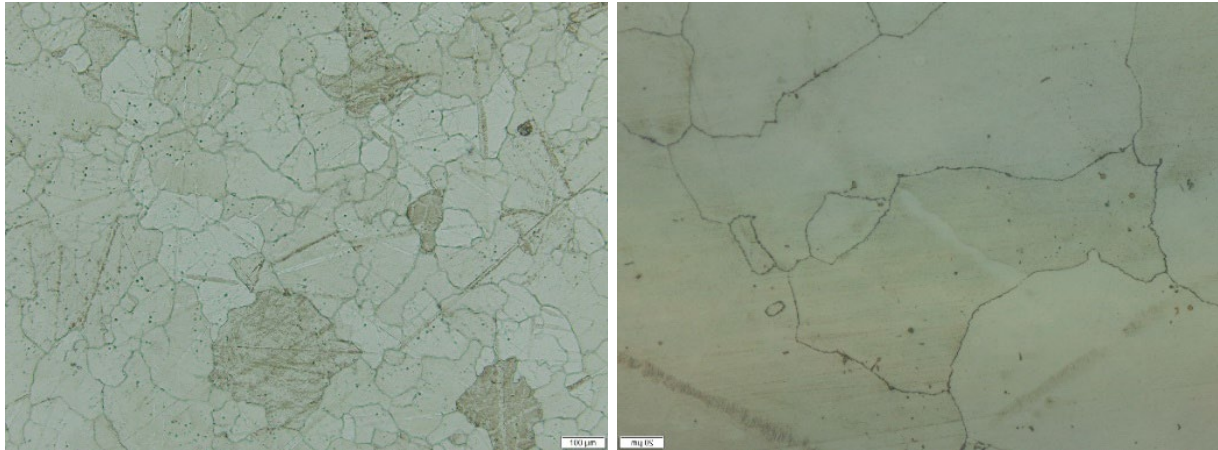
În urma centralizării rezultatelor încercării de duritate după elaborarea superaliajelor, se constată că proba 1 are duritatea cea mai mică, 146 HV2, cu valori cuprinse între 143 și 148 HV2, urmată de proba 2, cu valoarea medie 378 HV2 și valori cuprinse între 362 și 386 HV2. Pentru proba 3 cifrele de duritate se încadrează în intervalul 328 și 451 HV2 și valoarea medie 428 HV2, proba 4 înregistrează valori între 433 și 454 HV2, cu valoarea medie 445 HV2 și în fine, proba 5 aduce durități în intervalul 405 și 417 HV2, valoarea medie fiind de 416 HV2.

4.4.1 Analiza structurală prin microscopie optică

În urma elaborării superaliajelor Inconel, cele 5 probe experimentale au fost pregătite pentru examinarea metalografică prin microscopie optică.

În fig. 4.4, fig. 4.5, fig. 4.6, fig. 4.7 și fig. 4.8 sunt inserate imaginile de microscopie optică analizate.

Scopul acestor investigații a fost acela de a observa structura obținută direct după turnare.

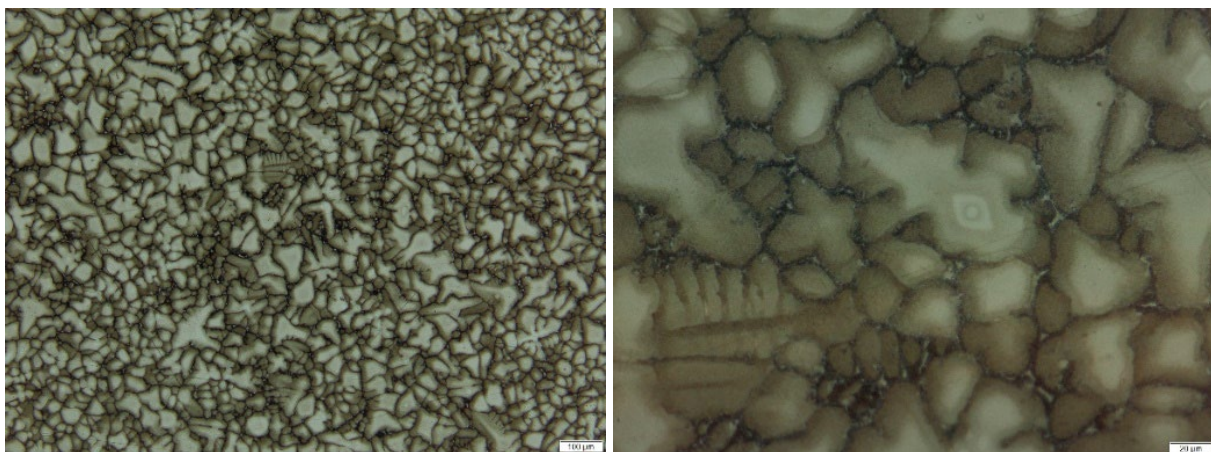


a)

b)

Fig. 4.4 Imagini de microscopie optică a probei P1, atac Marble, a)M=100x; b)M=500x;

În cazul probei P1 structura de solidificare prezintă o omogenitate destul de ridicată, ceea ce indică faptul că pe parcursul răcirii gradul de subrăcire ΔT_r a avut valori corespunzătoare pentru derularea fenomenelor de difuzie specifice acestui aliaj.

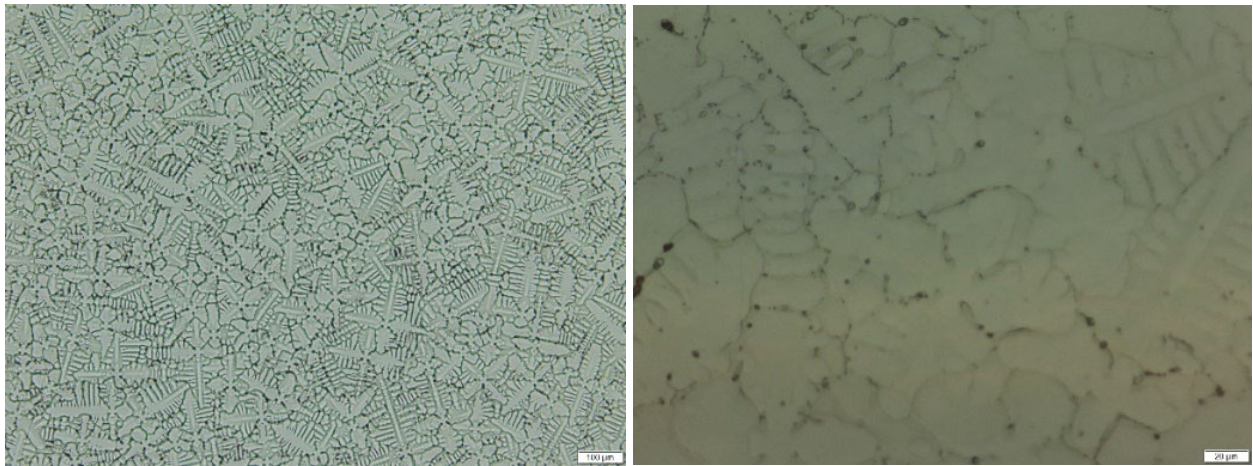


a)

b)

Fig. 4.5. Imagini de microscopie optică a probei P2, atac Marble, a)M=100x; b)M=500x;

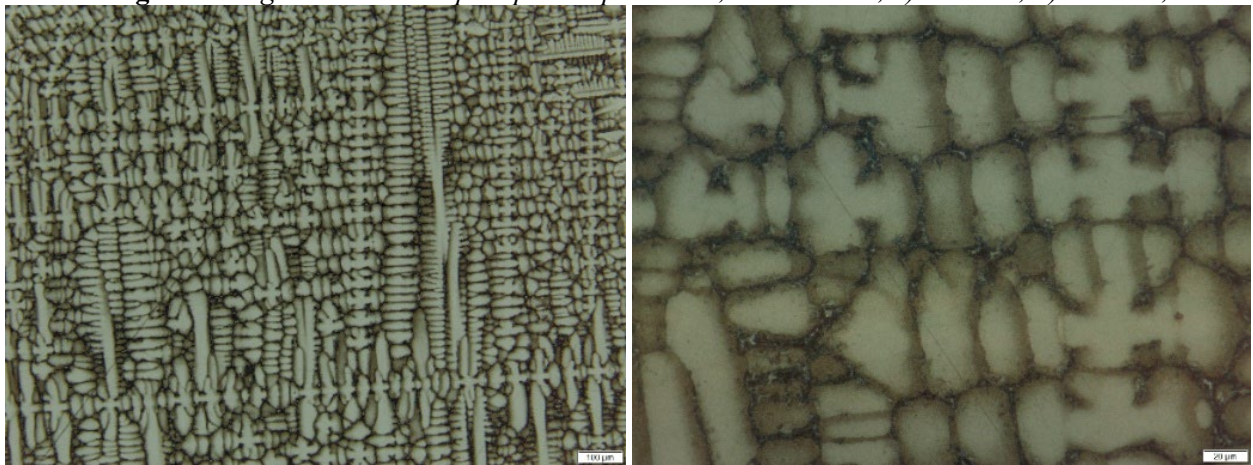
Pentru proba P2 imaginile de microstructura după solidificare prezintă un grad de neomogenitate mai ridicat, indiciu clar că gradul de subrăcire ΔT_r specific procedurii de elaborare-turnare abordat a fost ceva mai ridicat pentru compoziția chimică a acestui aliaj,



a)

b)

Fig. 4.6. Imagini de microscopie optică a probei P3, atac Marble, a)M=100x; b)M=500x;

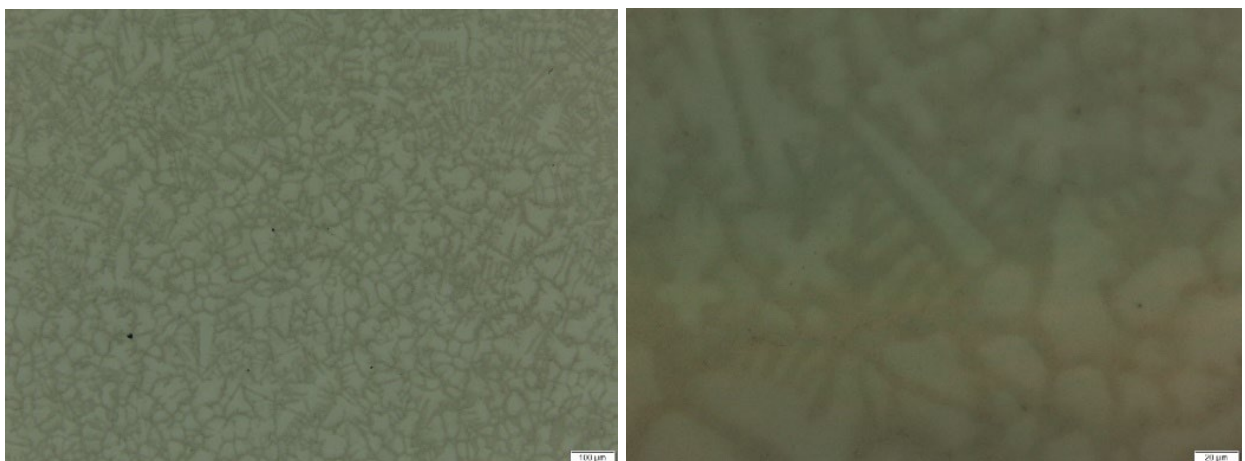


a)

b)

Fig. 4.7. Imagini de microscopie optică a probei P4, atac Marble, a)M=100x; b)M=500x;

În continuare, analiza microscopică pentru probele P3 și P4 va fi realizată în paralel, probele având multe similitudini. Acestea au în comun faptul că în compoziția lor chimică crește progresiv proporția de elemente greu fuzibile (Re, W, Ta). Rezultatul este obținerea unor structuri cu neomogenitate chimică și structurală ridicată, reprezentată de apariția masivă a formațiunilor dendritice.



a)

b)

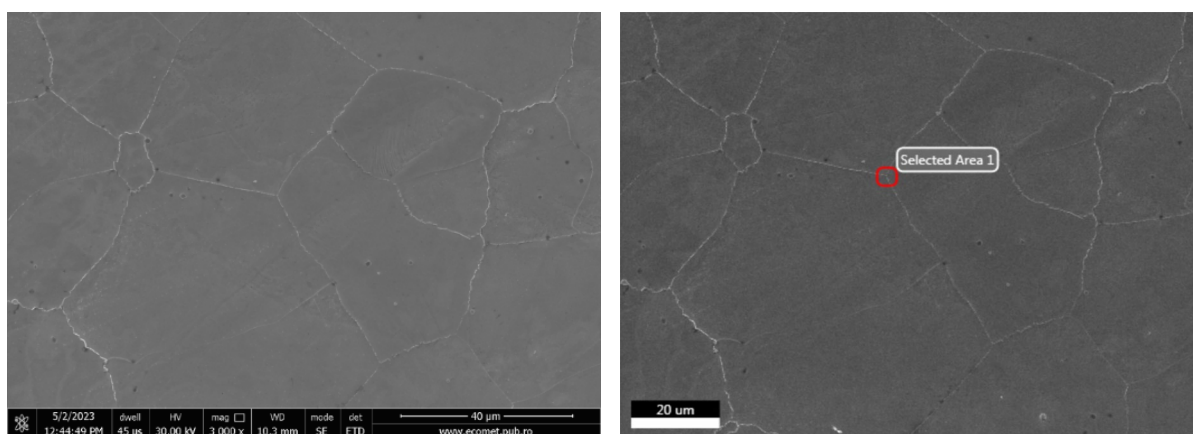
Fig. 4.8. Imagini de microscopie optică a probei 5, atac Marble, a)M=100x; b)M=500x;

Proba P5, cu compoziția chimică nou propusă, mai economică, aduce o structură mai deosebită după solidificare. Într-un fel, ea poate fi asemănată cu P2, în sensul că gradul de omogenitate este mai ridicat, fără a fi excluse nici aici formațiunile dendritice, vizibile mai clar la puteri de mărimi mai ridicate. Ca particularitate, se sesizează o granulație mai fină, comparativ cu celelalte probe investigate.

4.4.2 Analiza structurală și compozițională prin microscopie electronică de baleiaj (SEM) asociată cu spectroscopie de energii în radiații X caracteristice (EDS)

Informații mai aprofundate privind structura și compoziția chimică locală a probelor experimentale obținute după elaborare pot fi obținute prin microscopie electronică de baleiaj asociată cu spectroscopie după dispersie de energii de radiații X caracteristice (EDS).

În figura 4.9 este prezentată microscopia electronică a probei P1.



(a)

(b)

Fig. 4.9. Imagini de microscopie electronică de baleiaj (SEM) a probei P1

a) Imagine de electroni secundari M=3000x

b) Imagine de electroni radiodifuzati cu specificarea zonei unde a fost efectuată analiza compozițională EDX

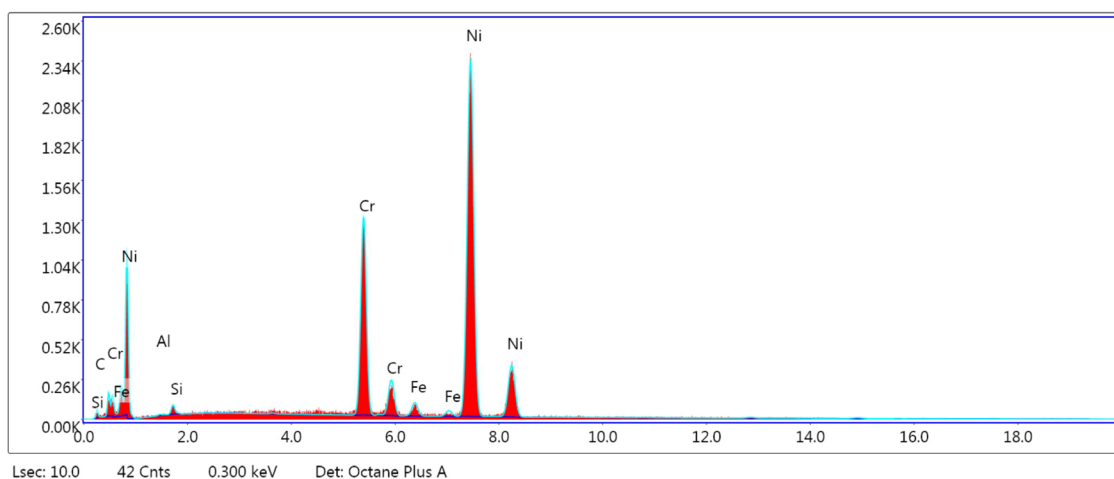


Fig.4.9c. Spectrul de raze X dispersiv în energie al probei P1, pentru microaria analizată în figura

4.9.b

Imagina SEM de electroni secundari (a) evidențiază o structură granulară, similară cu cea observată prin microscopie optică și care aparține soluției solide γ . Totodată limitele de grăunte prezintă zone îngroșate care după morfologie aparțin fazei γ' (Ni_3Cr).

Analiza chimică punctuală în “aria selectată” localizată în zona axială a unei dendrite de sol.sol. γ (tab. 4.6) evidențiază printre altele o cantitate importantă de Re, ceea ce confirmă ipoteza [113], [115] că acest element are tendința să se concentreze în zona intradendritică. Ultimele informații de microscopie electronică se referă la proba P5 (fig. 4.13).

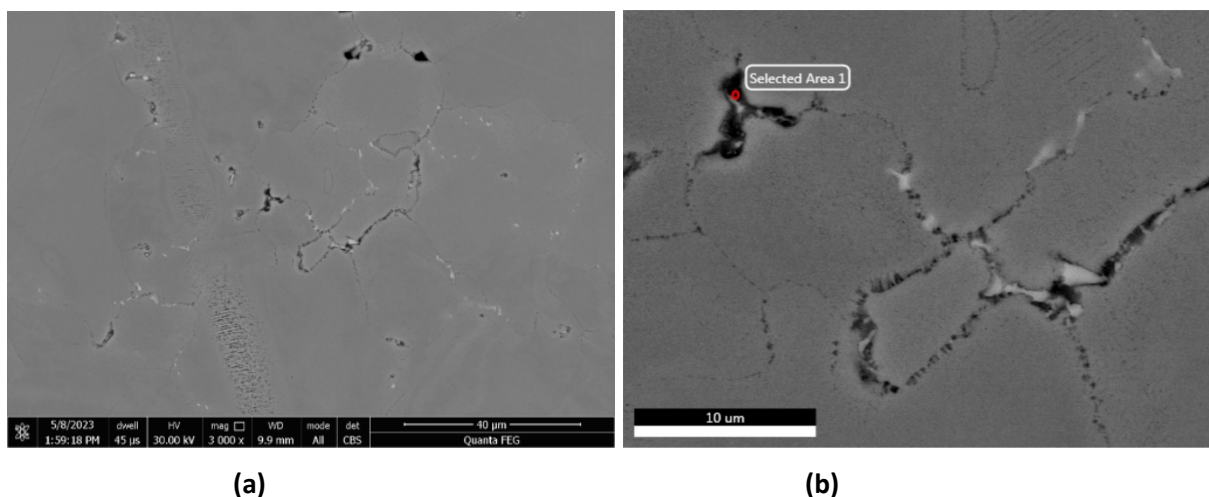


Fig.4.13. Imagini de microscopie electronică de baleiaj (SEM) a probei P5

a) Imagine de electroni secundari $M=3000x$

b) Imagine de electroni radiodifuziați cu specificarea zonei unde s-a efectuat analiza compozițională EDX

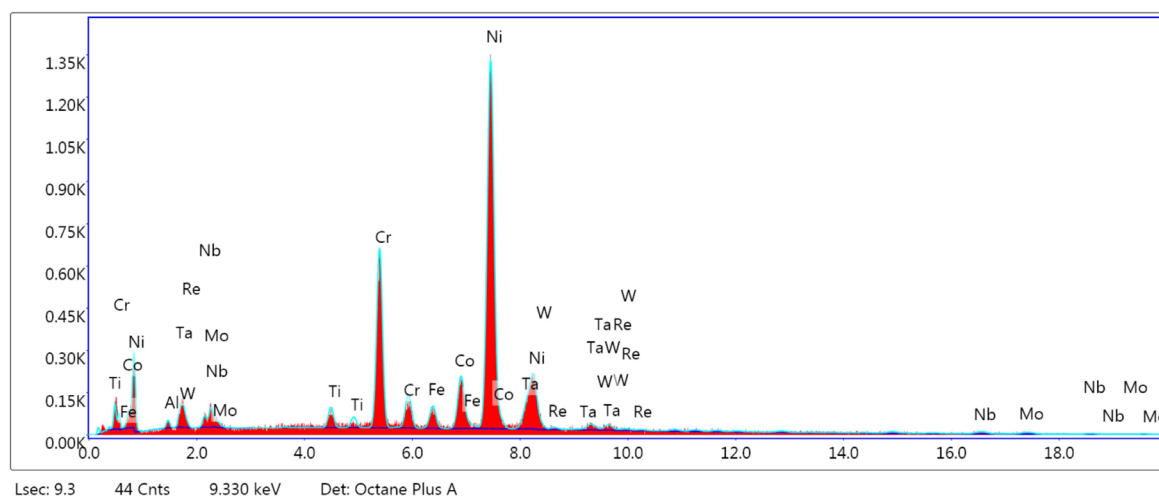


Fig. 4.13c Spectrul de raze X dispersiv în energie al probei P5, pentru microaria analizată în figura 4.13.b

Aspectul dendritic al probei P5 se restrânge o dată cu scăderea compozițională a elementelor greu fuzibile. El totuși persistă, așa cum a fost remarcat și în analiza prin microscopie optică, fiind mai clar în imaginea de electroni secundari (figura 4.13.a).

Ca o concluzie generală în urma analizei structurale efectuată prin microscopie optică și microscopie electronică, rezultă ca toate probele experimentale au un grad mai mic sau mai mare de neomogenitate structurală rezultată în urma solidificării. Pentru ca acestea să fie apte testărilor

ce vor urma, devine absolut necesar să fie omogene, astfel încât pasul următor în demers va fi reprezentat de aplicarea RECOACERII DE OMOGENIZARE.

4.5. Omogenizarea aliajelor elaborate; Recoacerea de omogenizare

4.5.1 Scopul recoacerii de omogenizare. Regimul termic propus

Recoacerea de omogenizare are drept scop îndepărtarea avansată a structurilor neomogene, dendritice, obținute după solidificare, aducând materialului metalic o stare de echilibru structural și de tensiuni.

Tratamentul termic a fost aplicat într-un cuptor de laborator "tip camera", existent în laboratorul centrului ECOMET, încălzit electric cu rezistențe electrice, având temperatura maximă $T = 1400\text{ }^{\circ}\text{C}$.

În figura 4.14 este prezentată imaginea cuptorului



Fig. 4.14. Cuptor electric de tratamente termice utilizat pentru recoacerea de omogenizare

Cele 5 probe au fost așezate individual pe vatra cuptorului, distanțate între ele, astfel încât fluxul termic să producă o încălzire uniformă. Viteza de încălzire, ca și viteza de răcire a fost setată la $V_{\text{inc}} = V_{\text{rac}} = 5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

În figura 4.15 este prezentat regimul termic al recoacerii de omogenizare, aplicat simultan celor 5 probe.

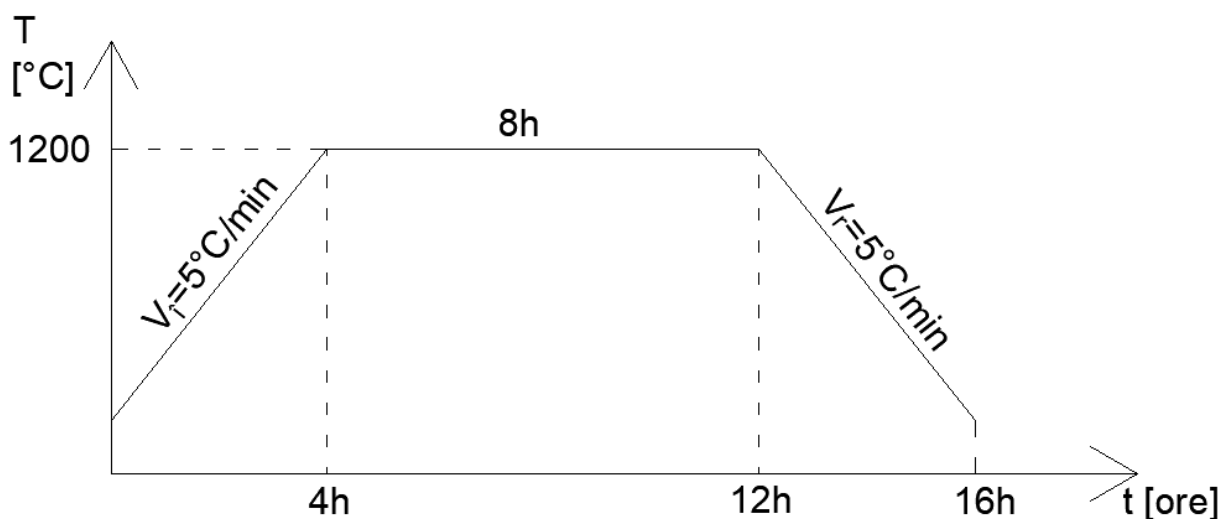


Fig. 4.15. Regimul termic la recoacerea de omogenizare

4.5.2. Încercări de duritate pe aliajele omogenizate

Încercările de duritate au fost efectuate la o sarcina de 2kgf, rezultatele fiind prezentate în tabelul 4.3 unde se află valorile pentru fiecare testare în parte precum și valoarea medie a durității după 5 măsurători.

Rezultatele încercărilor de duritate după elaborare și tratamentele termice ale aliajelor, este prezentată în fig. 4.18.

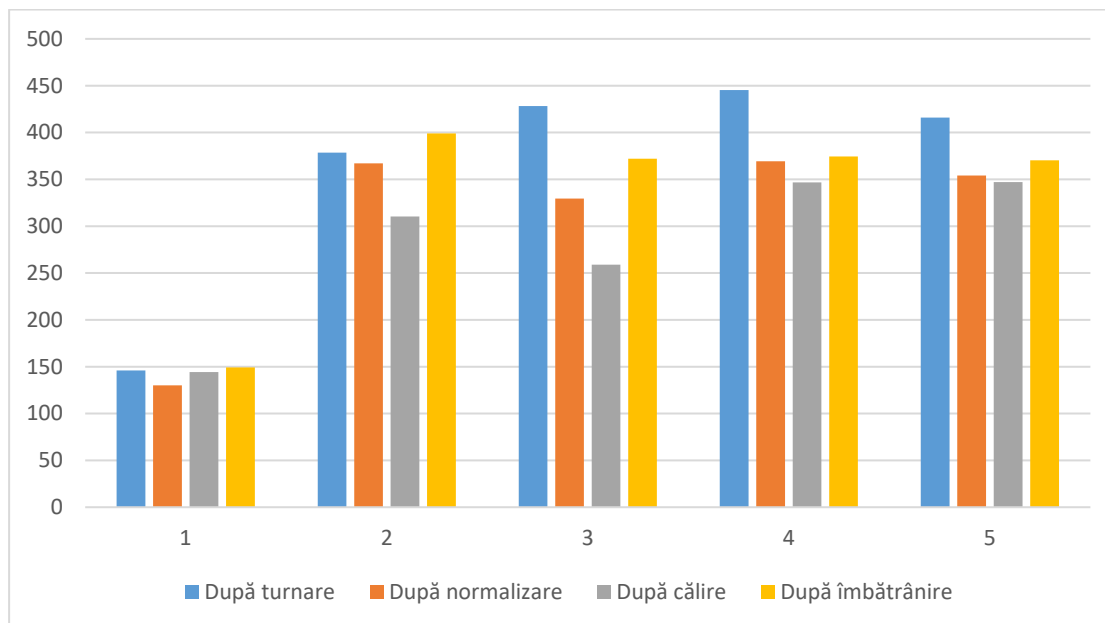


Fig.4.18. Reprezentarea grafica a valorilor duritatilor aliajelor după elaborare, omogenizare, călire pentru punere în soluție și îmbătrânire artificială

Analizând valorile durităților pentru cele cinci probe după îmbătrânire, se constată o micșorare a valorii acesteia pentru probele P3, P4 și P5, o creștere pentru P2 și o menținere a durității pentru P1, față de valorile obținute după turnare.

4.5.3 Analiza structurală prin metalografie a probelor după aplicarea recoacerii de omogenizare

4.5.3.1 Analiza structurală prin microscopie optică

Dupa protocolul obișnuit de pregătire metalografică și atac cu reactiv Marble, cele 5 probe recoapte au fost studiate doar la puterea de mărire $M=100x$, imaginile fiind considerate concludente pentru observarea noilor detalii de structură.

În fig. 4.19 este prezentată microscopia probei P1 după omogenizare.

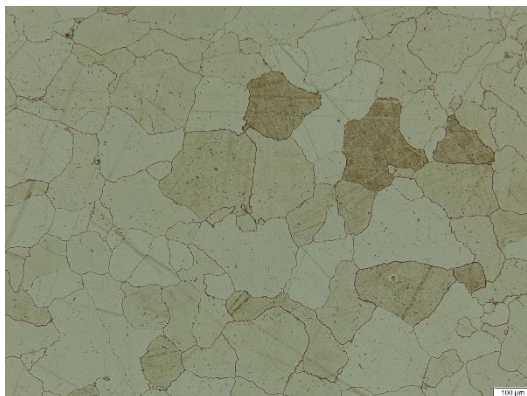


Fig. 4.19. Imagine de microscopie optică a probei 1 – omogenizată. Atac Marble ($M = 100x$ (a));

Imaginea aduce în prim plan o structură granulară de sol.sol.γ care nu este foarte diferită de imaginea de microscopie optică a probei P1 în stare turnată. Granulația pare ușor crescută, urmare a temperaturii ridicate și a duratei prelungite de menținere. Sunt vizualizate și macles, specifice sistemului de cristalizare CFC, cel al sol.sol.γ, limita de grăunte, în cantitate mică, poate fi observată și în faza γ' sub forma unor zone mai întunecate, cafenii).

Ca și în cazul analizei prin microscopie optică a probelor turnate, și în acest caz probele omogenizate P3 și P4 se vor studia simultan datorită apropierii compoziționale și structurale.

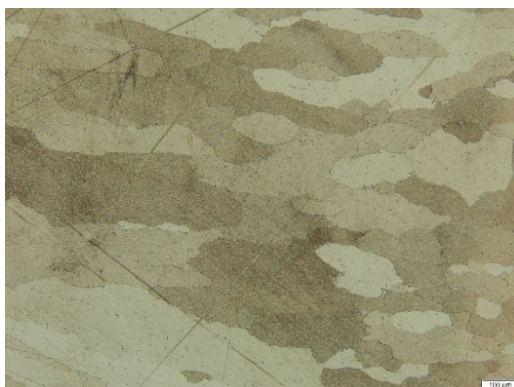


Fig. 4.21. Imagini de microscopie optică a probei 3 – omogenizată. Atac Marble ($M = 100x$ (a));

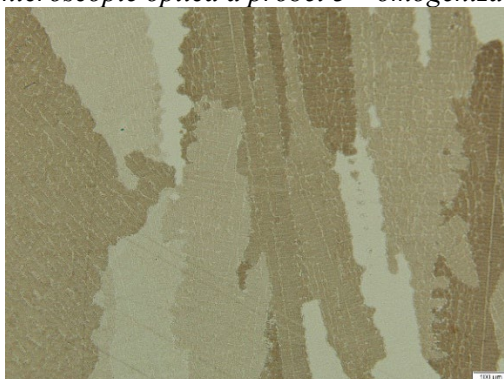


Fig. 4.22. Imagini de microscopie optică a probei 4 – omogenizată. Atac Marble ($M = 100x$ (a));

Atât proba P3 cât și proba P4 mențin și în stare omogenizată caracterul orientat care a fost deja semnalat după turnare. Recoacerea de omogenizare nu este cu transformare de fază, deci nu va avea capacitatea să modifice radical toate detaliile de structură.

Ultima imagine de microscopie optică din acest grupaj de analiză este rezervat probei P5 omogenizate. În fig. 4.23 este redată microscopia sa.

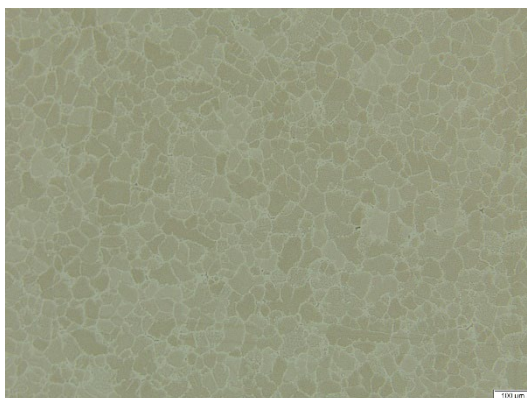
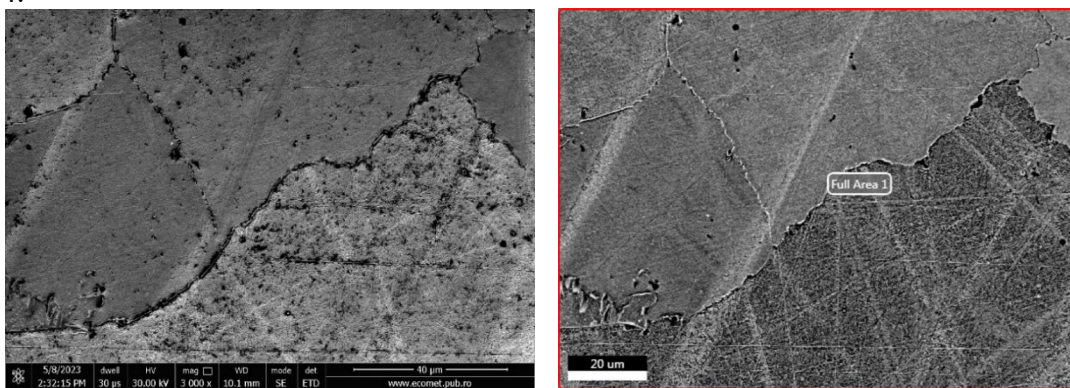


Fig. 4.23. Imagini de microscopie optică a probei 5 – omogenizată. Atac Marble ($M = 100x$) (a);

4.5.3.2 Analiza structurală și compozițională prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM) asociată cu spectroscopie de dispersie după energii în radiații X caracteristice (EDS)

Microscopia electronică va fi aplicată ca metodă de analiză pentru detalierea informațiilor structurale obținute prin microscopie optică, iar analiza chimică punctuală va reuși să identifice mai precis (chiar să elucideze) natura unor particule cristaline care să permită o analiză completă a structurilor după recoacerea de omogenizare.

Analiza va începe cu studiul probei 1, omogenizată, iar imaginile specifice sunt inserate în fig. 4.24.



a.

b.

Fig. 4.24. Imagini de microscopie electronică de baleiaj (SEM) a probei P1- omogenizată

a) Imagine de electroni secundari $M=3000x$

b) Imagine de electroni radiodifuzati cu specificarea zonei unde a fost efectuată analiza compozițională EDX

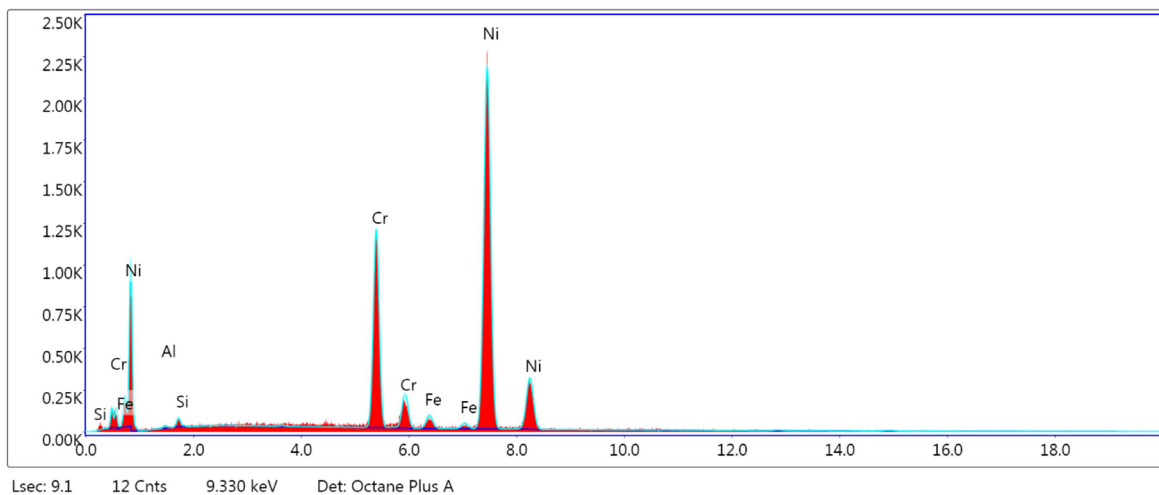


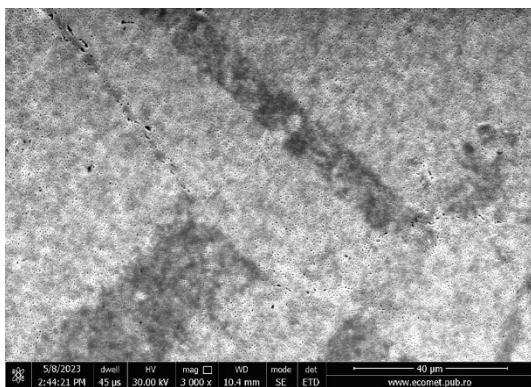
Fig. 4.24.c. Spectrul de raze X dispersiv în energie al probei P1, pentru microaria analizată în figura 4.24.b - omogenizată

Atât imaginea de electroni secundari cât și imaginea de electroni retrodifuzati (de compoziție) evidențiază o structură redusă, efect al recoacerii de omogenizare.

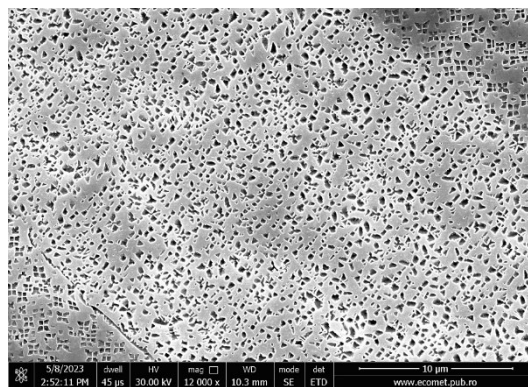
Limita de grăunte, nuanțată diferit de restul imaginii (luminoasă în imaginea de compoziție) semnaleză existența unei faze noi. Înregistrată analiza chimică punctuală chiar într-o astfel de microzonă (tab. 4.10), din analiza rezultatului se poate sesiza o concentrare a valorilor de Ni și Cr.

Dacă se efectuează raportul concentrației atomice $\frac{\%at Ni}{\%at Cr} = \frac{70,79}{24,08} = 2,93 \sim 3$, ceea ce conduce la identificarea compusului Ni_3Cr , deci faza γ .

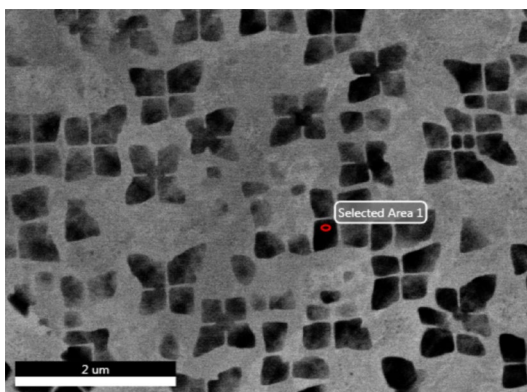
Imaginile de microscopie electronică specifice probei 2 sunt inserate în fig. 4.25



a



b



c

Fig. 4.25. Imagini de microscopie electronică de baleiaj (SEM) a probei P2- omogenizată
 a) Imagine de electroni secundari M=3000x
 b), c) Imagine de electroni radiodifuzati cu specificarea zonei unde a fost efectuată analiza compozițională EDX (M=12000x);

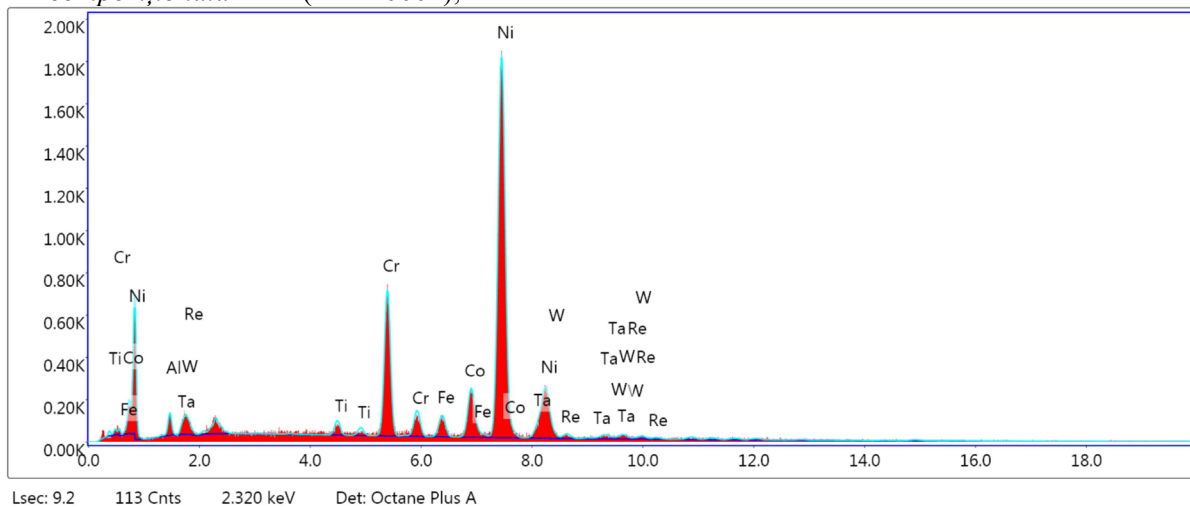


Fig. 4.25.d. Spectrul de raze X dispersiv în energie al probei P2, pentru microaria analizată în figura 4.25.c - omogenizată

Imaginea de electroni secundari pune în evidență o structură granulară, maclată, specifică solției solide γ , remarcându-se și în cadrul microscopiei electronice granulația grosieră. Imaginea de electroni retrodifuzati, mai sensibilă la compoziție, aduce detalii mai aprofundate.

Informații structural mai aprofundate sunt obținute studiind imaginea de compoziție a probei 4 omogenizat, înregistrată în microregiunea din fig 4.27e. În figura 4.27f este prezentat spectrul de raze X rezultat prin analiza chimică în aria selectată, iar în tabelul 4.14 sunt inserate valorile compoziționale.

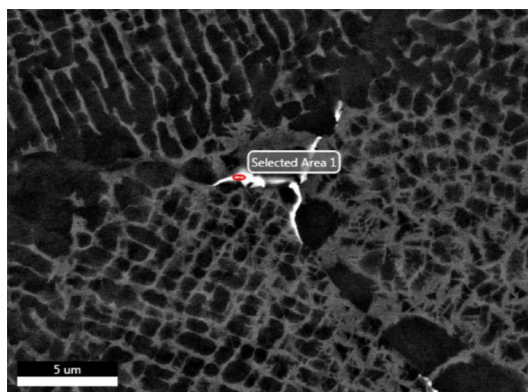


Fig.4.27e. – Imagine de electroni retrodifuzati (imagine de compoziție) în altă zonă a probei 4 -

Atenția a fost focalizată asupra particulei de luminozitate crescută și cu morfologia filiformă – contorsionată, identificată în micrografiile anterioare ca fiind faza LAVES (de formula AB_2 sau A_2B). Rezultatele analizei chimice punctuale facilitează chiar identificarea compoziției chimice (table 4.14). Îndeplinesc condițiile fazelor LAVES [17], metalele:

$$\text{Co} - r_{\text{Co}} = 1,26 \text{ \AA}$$

$$\text{Ta} - r_{\text{Ta}} = 1,70 \text{ \AA}$$

$$W - r_w = 1,62 \text{ \AA}$$

unde r = raza atomică, \AA (raza Goldschmidt)

$$\frac{r_{Ta} + r_W}{r_{Co}} = \frac{1,62 + 1,70}{1,26} = \sim 1,31 \rightarrow 1,225$$

Obs: Condiția ca o fază LAVES să se formeze [17] este ca $\frac{r_A}{r_B} \sim 1,225$

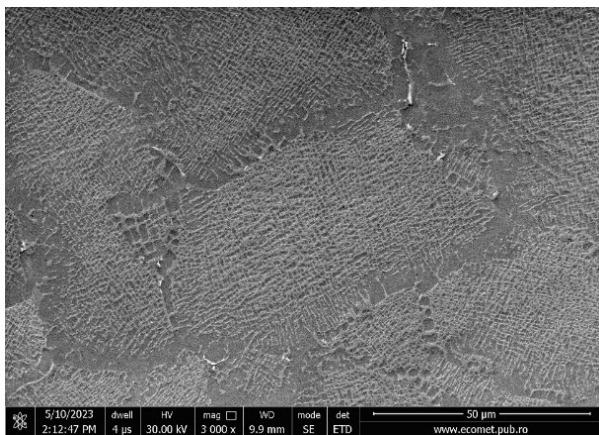
- Referitor la Ta și W, s-a considerat raza atomică medie, fără a face un calcul foarte strict privind participarea fiecărui element în compoziția chimică.

Așadar, faza LAVES analizată poate fi considerată (tabel 4.15) cu următorii componenți:

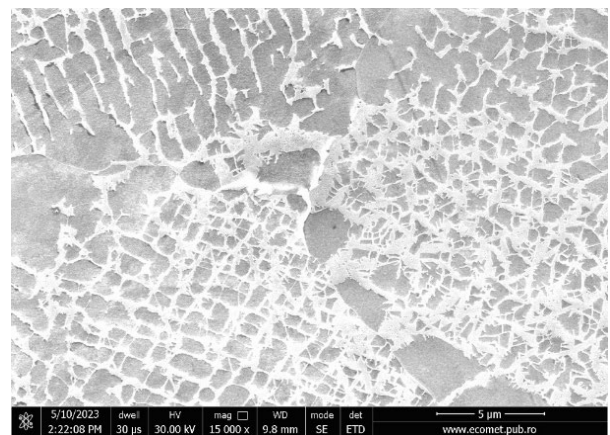
$$\frac{\%at Co}{\%at (Ta+W)} = \frac{12,17}{1,34+4,26} = 2,17 \sim 2$$

În concluzie, faza LAVES, care este un compus definit topologic [17], poate avea formula chimică $\text{Co}_2(\text{Ta,W})$.

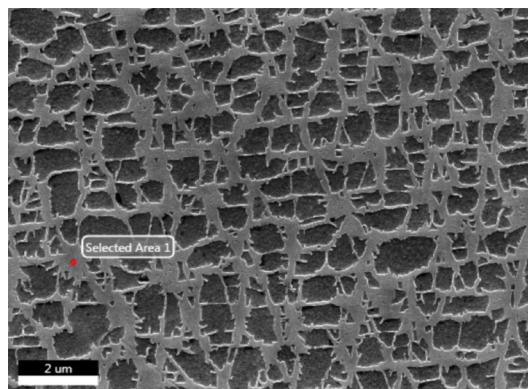
Ciclul de investigații prin microscopie electronica SEM privind probele experimentale în stare omogenizată se încheie cu proba 5. În fig. 4.28 sunt inserate microscopiile electronice SEM proprii probei 5.



a



b



c.

Fig. 4.28. Imagini de microscopie electronică de baleiaj (SEM) a probei P5- omogenizată
a) Imagine de electroni secundari $M=3000x$;
b), c) Imagine de electroni radiodifuzati cu specificarea zonei unde a fost efectuată analiza compozițională EDX – $M=12000x$;

4.6. Concluzii

- Elaborarea aliajelor INCONEL în vid și atmosferă de argon, a permis ca topitura să fie protejată în timpul elaborării și turnării în lingou a acestora.
- Elementele de aliere prezente în compoziția chimică a aliajelor INCONEL elaborate (Ta, W, Re) sunt elemente greu fuzibile, cu valori ale temperaturilor de topire foarte înalte, ceea ce permutează global temperatura de topire a aliajului la valori mai înalte. În aceste condiții gradul de subrăcire ΔT_r specific procedurii devine mai ridicat, iar implicațiile sunt negative asupra fenomenelor de difuzie, care se derulează mai lent, iar structura începe să aiba un caracter neomogen.
- Analiza structurală efectuată prin microscopie optică și microscopie electronică, rezultă că toate probele experimentale au un grad mai mic sau mai mare de neomogenitate structurală rezultată în urma solidificării.

Cap 5. MODIFICAREA STRUCTURII ȘI PROPRIETĂȚILOR ALIAJELOR EXPERIMENTALE PRIN TRATAMENTE TERMICE

5.1. Tratamente termice aplicate. Regimuri de lucru propuse

Tratamentele termice reprezintă o alternativă foarte răspândită de modificare a structurii, deci și a proprietăților materialelor metalice. Condiția esențială este ca acestea să prezinte transformări de fază în stare solidă, în caz contrar tratamentele termice sunt inefficiente.

5.1.1. Călirea pentru punere în soluție; Parametrii regimului de lucru

Călirea pentru punere în soluție este tipul de călire care are drept obiectiv solubilizarea fazei secundare. Pentru a fi posibil acest lucru aliajul trebuie încălzit în domeniul de omogenitate (deasupra curbei „SOLVUS”) la o temperatură ce nu trebuie să depășească cu mult temperatura solvus: $T_T = T_{sv} + 10 \div 15^\circ\text{C}$.

Apoi urmează o etapă de menținere pentru solubilizarea completă a fazelor secundare, urmată de o răcire rapidă. Răcirea rapidă se realizează de obicei în apă, mediul de răcire cel mai frecvent întâlnit, care prin rapiditatea cu care se realizează aducerea materialului metalic către temperatura ambiantă anulează fenomenele difuzive.

5.1.2. Îmbătrânirea artificială; Parametrii regimului de lucru

Îmbătrânirea este tratamentul termic care se aplică după călire pentru punere în soluție și are drept obiectiv aducerea materialului metalic călit într-o stare mai aproape de echilibrul structural, cu scopul obținerii unor performanțe mecanice ridicate.

Fenomenele structurale care se produc la îmbătrânire au drept fundament transformările în stare solidă referitoare la „Descompunerea la încălzire a soluțiilor solide suprasaturate”. Rezultă că toate fenomenele se produc prin fenomene de difuzie, apropiind materialul metalic către o stare de echilibru termodinamic, ceea ce va duce la obținerea unei structuri controlate, cele care vor asigura performanțele mecanice urmărite.

Drept urmare, va fi aplicată o îmbătrânire în două trepte, la $T=720\text{ }^{\circ}\text{C}$ și la $T=620\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ea va fi denumită ÎMBĂTRÂNIRE ETAJATĂ, terminologic propusă de autorii lucrării [130], pe care o adoptăm.

$$T_T = 720\text{ }^{\circ}\text{C}; 620\text{ }^{\circ}\text{C}$$

5.1.3. Regimurile termice propuse

În figura 5.1 este prezentat regimul termic mixt pentru călirea pentru punere în soluție și îmbătrânirea etajată

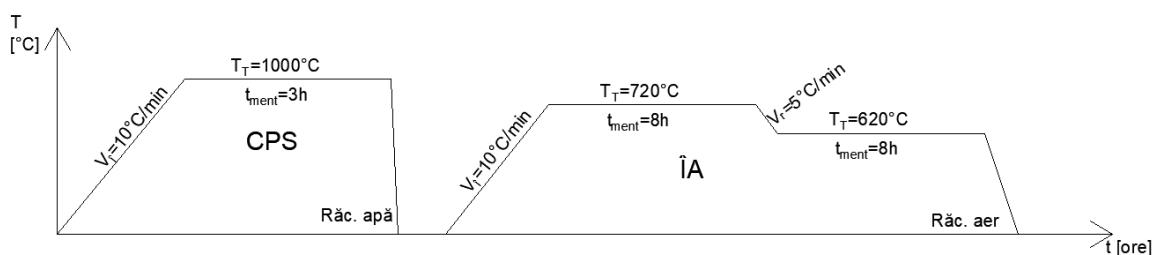


Fig. 5.1. Regimul termic mixt de CPS + ÎA

5.3. Analiza prin metalografie a probelor experimentale după aplicarea călirii pentru punere în soluție

5.3.1. Analiza structurală prin microscopie optică

În figura 5.3. este prezentată microscopia optică a probei 1.



Fig. 5.3. Imagini de microscopie optică a probei 1 – calită pentru punere în soluție. Atac Marble ($M = 100x$);

Ca și în cazul structurii omogenizate, proba 4 se aseamănă cu proba 3. Se observă aceeași structură cu caracter orientat, cu o granulație ușor crescută față de cea omogenizată. Nici în acest caz nu se observă faze secundare precipitate, deci structura analizată poate fi denumită sol.sol. γ suprasaturată.

Studiile de microscopie optică se incheie cu analiza probei 5, prezentată în fig. 5.7.

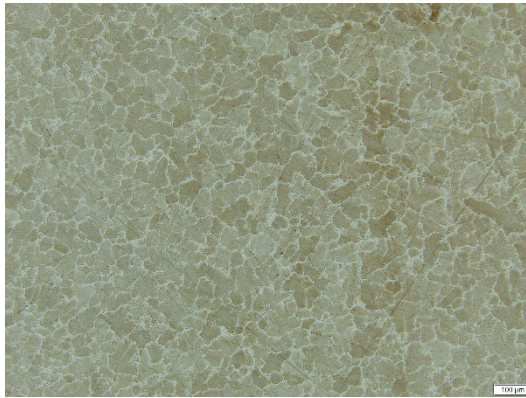
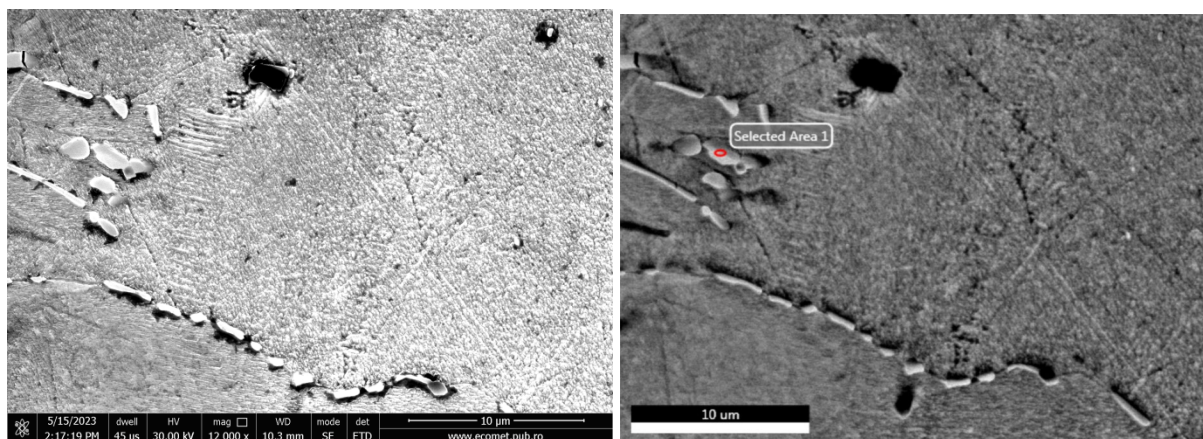


Fig.5.7. Imagini de microscopie optică a probei 5 – calită pentru punere în soluție. Atac Marble ($M = 100x$);

CONCLUZIE - Conform studiilor de microscopie optică în cazul celor 5 probe experimentale de INCONEL se obțin structuri de sol.sol. γ suprasaturate, atribuite sol.sol. γ (suprasaturat). Doar studiile de microscopie electronică vor fi capabile să aducă informații complete.

5.3.2. Analiza structurală și compozițională prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM) asociată cu spectroscopie cu dispersie după energii în radiații X caracteristice (EDS)

Prima probă analizată prin tehnici de microscopie electronică este proba 1, calită pentru punere în soluție (CPS), imaginile obținute fiind prezentate în fig. 5.8.



a

b

Fig. 5.8. Imagine de microscopie electronică de baleiaj (SEM) a probei P1 – CPS

a. imagine de electroni secundari

b. imagine de electroni retrodifuziați (imagine de copoziție) cu specificarea zonei unde a fost efectuată analiza compozițională EDS

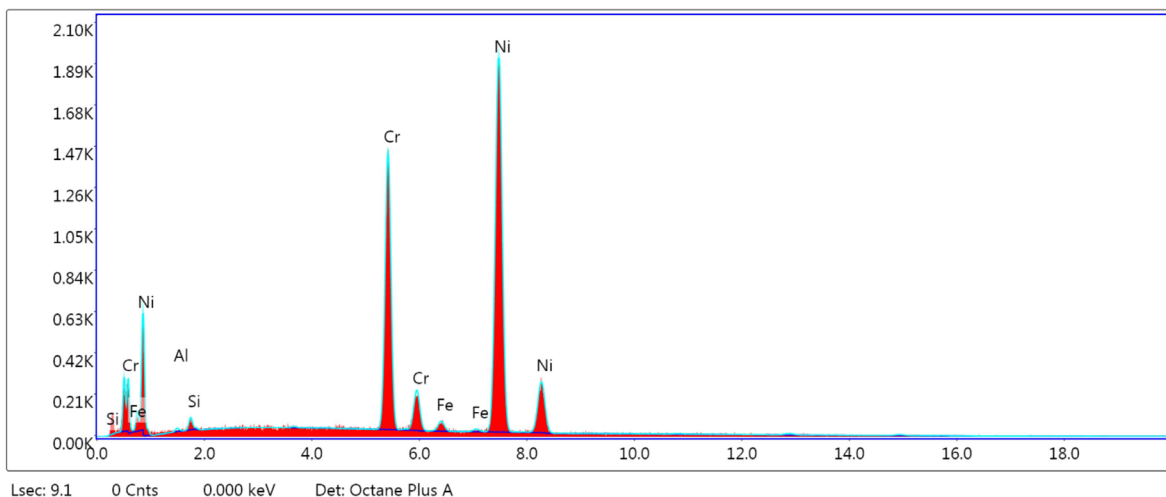


Fig. 5.8.c. Spectru de raze X dispersiv în energie pentru microaria analizată a probei 1 - CPS

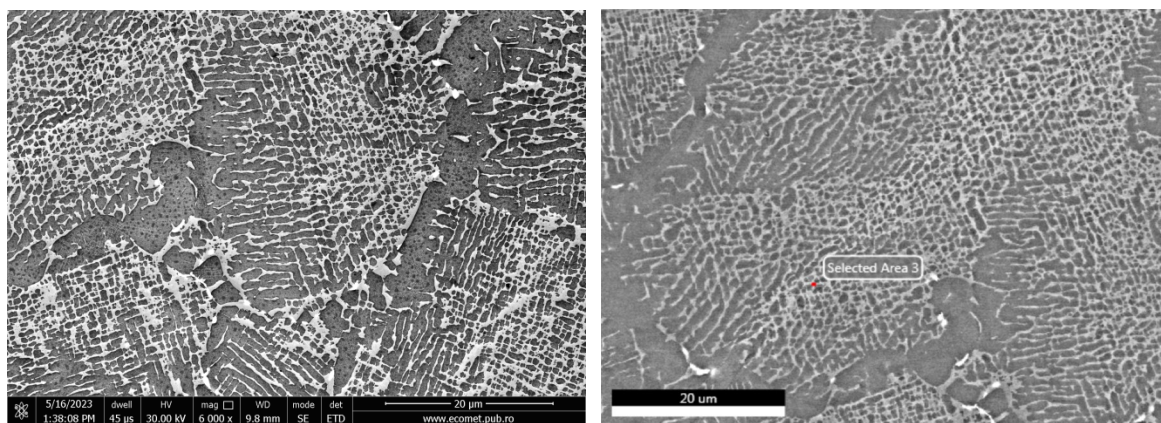
Tabel 5.2. Compoziția chimică locală în zona selectată a probei P1 - CPS

Atât imaginea de electroni secundari, cât și cea de electroni retrodifuzati (de compoziție) evidențiază o structură granulară, care aparține sol.sol.γ, în acest caz suprasaturate (nu există un criteriu de a distinge soluția solidă de echilibru față de cea suprasaturată). La limita de grăunte se observă o rețea luminoasă, discontinuă, specifică fazelor secundare.

Analiza chimică punctuală efectuată chiar asupra acestei rețele (tabel 5.3) sugerează că ar fi faza γ' (Ni₃Cr). Prelucrarea datelor, cu calculul raportului atomic pentru Ni și Cr, demonstrează că:

$$\frac{\%at Ni}{\%at Cr} = \frac{65,04}{29,88} = 2,17$$

Ultimele studii de microscopie electronică cu baleiaj sunt destinate probei P5 călite pentru punere în soluție. Microscopiile electronice corespunzătoare sunt grupate în figurile 5.12.



a

b

Fig. 5.12. Imagine de microscopie electronică de baleiaj (SEM) a probei P5 – CPS

a. imagine de electroni secundari

b. imagine de electroni retrodifuzati (imagine de compoziție) cu specificarea zonei unde a fost efectuată analiza compozițională EDS

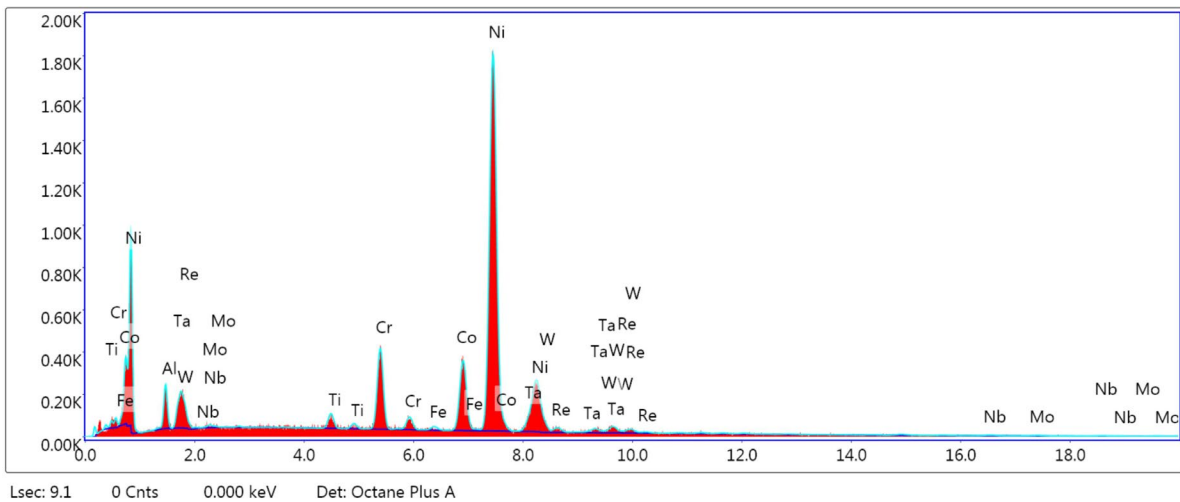


Fig. 5.12.c. Spectru de raze X dispersiv în energie pentru microaria analizată a probei 5 – CPS

Imaginile de electroni secundari și de electroni retrodifuzati surprind structuri bifazice formate din sol.sol. γ (zonele luminoase, cu aspect de rețea) și faza γ' (zonele întunecate). Micrografiile prezintă similitudine cu cele corespunzătoare aceleiași probe omogenizate.

5.5. Analiza prin metalografie a probelor experimentale după aplicarea îmbătrânirii etajate

5.5.1 Analiza structurală prin microscopie optică

În figurile 5.15, 5.16, 5.17, 5.18 și 5.19.

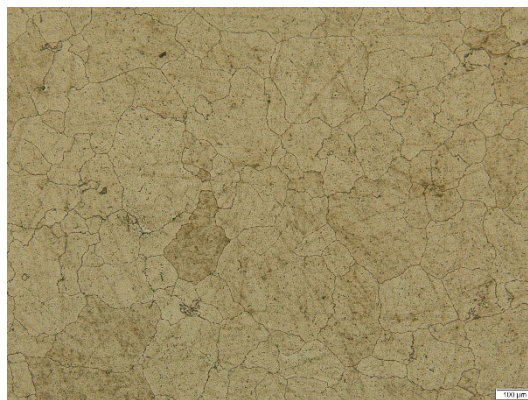


Fig. 5.15. Imagini de microscopie optică a probei 1 – CPS + Îmbătrânire. Atac Marble ($M = 100x$)

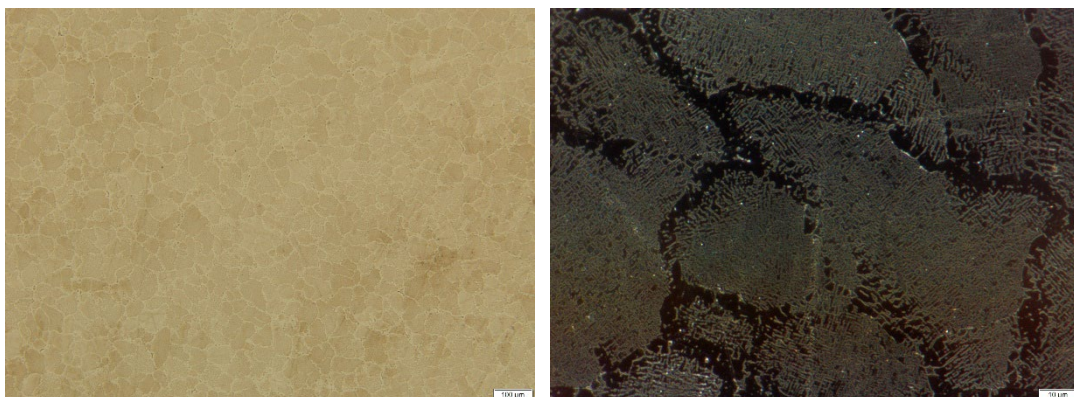


Fig. 5.19. Imagini de microscopie optică a probei 5 – CPS + Îmbătrânire. Atac Marble ($M = 100x$ (a); $1000X$ (b));

Într-adevăr, structurile rezultate după îmbătrânire sunt foarte asemănătoare cu cele rezultate prin călire pentru punere în soluție. Ca noutate, se poate sesiza o fină dispersie de particule în grăunții de sol.sol.γ vizualizați, inexistentă după călire. Particulele fin dispersate sunt rezultatul fenomenelor de precipitare, specifice îmbătrânirii iar rezultatul direct sunt creșterile de duritate identificate în cele 5 probe și care denotă că mecanismul de durificare prin dispersie a funcționat.

5.5.2 Analiza structurală și compozițională prin microscopie electronică de baleiaj (SEM) asociată cu spectroscopie cu dispersie după energii în radiații X caracteristice (EDS)

Analiza probei 1 reprezintă punctul de plecare al studiilor de microscopie electronică cu baleiaj efectuate asupra probelor îmbătrânite. Imaginile obținute sunt redată în fig. 5.20.

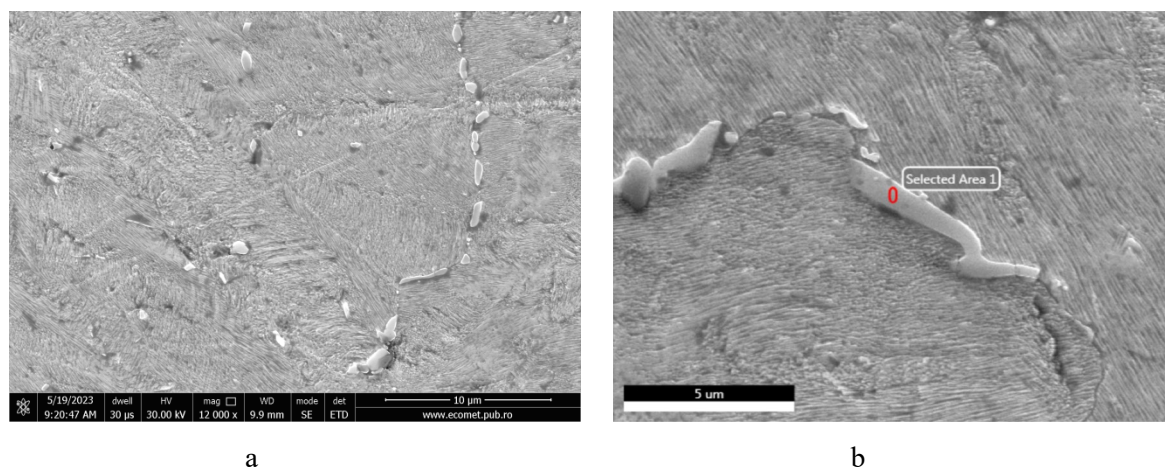


Fig. 5.20. Imagine de microscopie electronică de baleiaj (SEM) a probei P1 – CPS + Îmb.

a. imagine de electroni secundari

b. imagine de electroni retrodifuzati (imagine de copoziție) cu specificarea zonei unde a fost efectuată analiza compozițională EDS

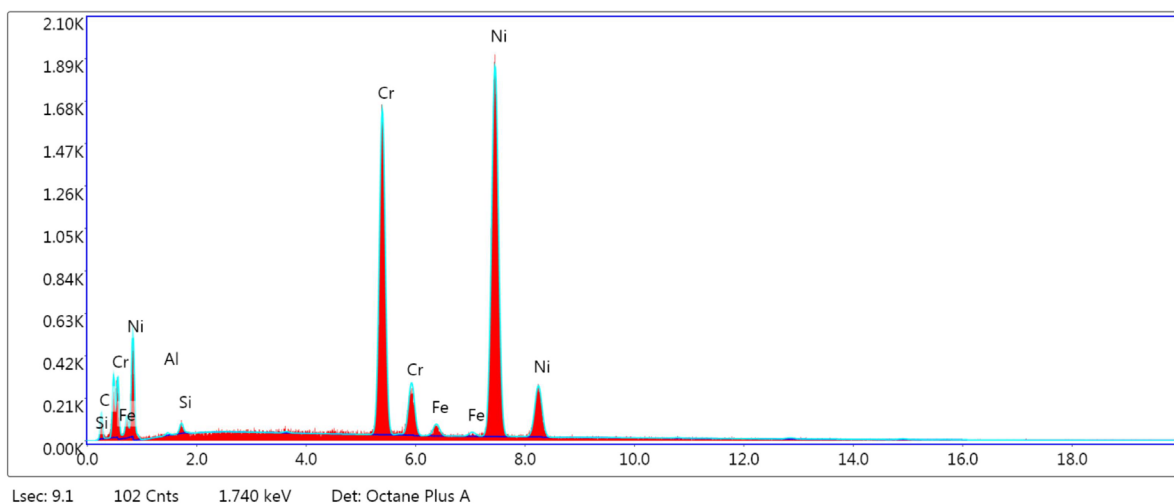


Fig. 5.20.c Spectru de raze X dispersiv în energie pentru microaria analizată a probei 1–CPS + Îmb.

Imaginile puse la dispoziție de microscopia electronică evidențiază în detaliu o structură granulară dar și particule ancorate în centrul grăuntelui și rezultate prin precipitare. Nu sunt foarte dense, ceea ce justifică creșterea destul de mică a durității după îmbătrânire.

Se vizualizează însă destul de clar o distribuție “în șirag” a unor particule luminoase de forme regulate, vizibile în imaginea de electroni secundari (fig. 5.20a), dar și în imaginea de compoziție (fig. 5.20b).

În concluzie, rețeaua luminoasă identificată structural aparține compusului Cr_{23}C_6 .

Ultimul grupaj de investigații prin microscopie electronică cu baleiaj asupra aliajelor îmbătrânite se referă la proba 5, ale cărei micrografii sunt prezentate în figura 5.24.

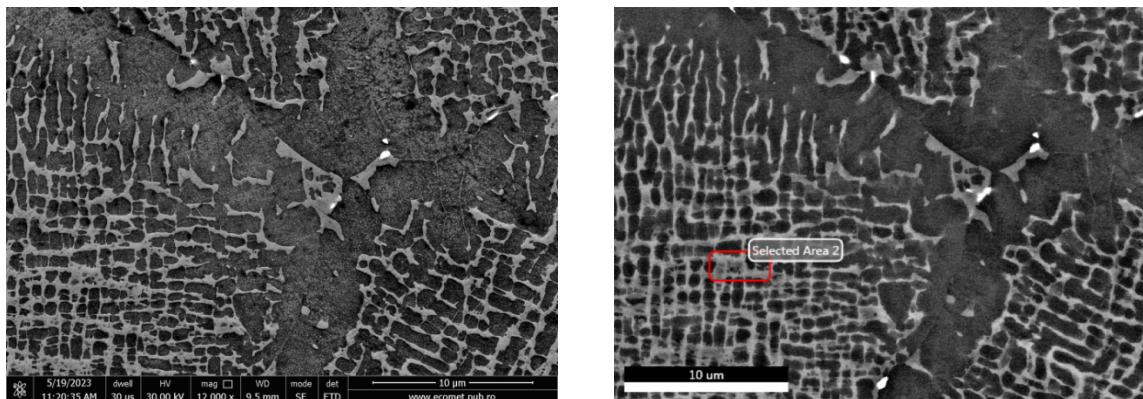


Fig. 5.24. Imagine de microscopie electronică de baleiaj (SEM) a probei P5 – CPS + Îmb.

a. imagine de electroni secundari

b. imagine de electroni retrodifuzati (imagine de compoziție) cu specificarea zonei unde a fost efectuată analiza compozițională EDS

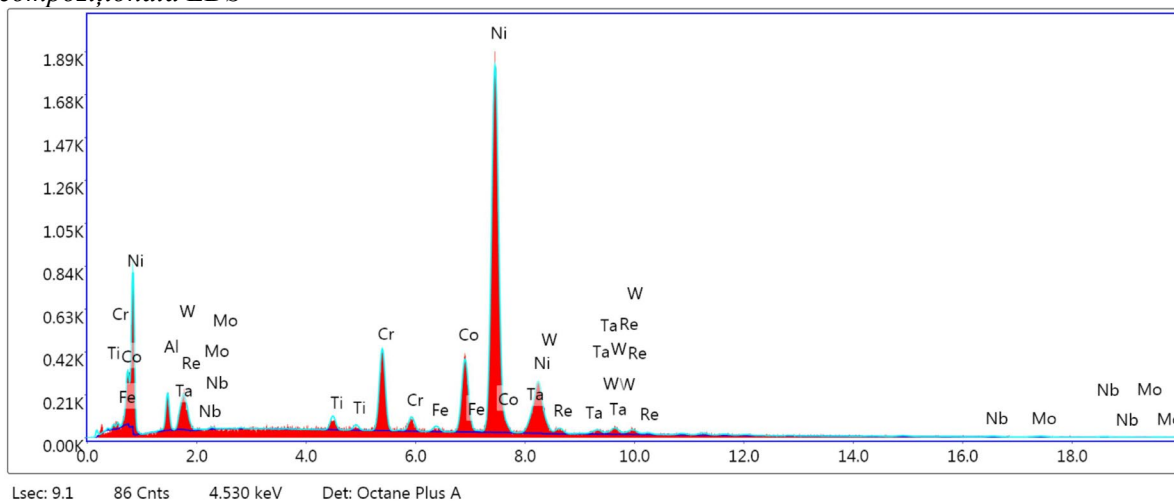


Fig. 5.24.c. Spectru de raze X dispersiv în energie pentru microaria analizată a probei 5 – CPS+Îmb.

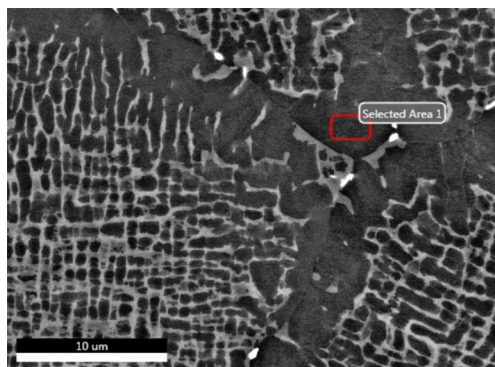


Fig. 5.24.d. Aceeași imagine de electroni retrodifuzati (imagine de compoziție) din fig. 5.24.b, dar cu specificarea altei zone unde a fost efectuată analiza compozițională EDS

5.6. Comportarea la coroziune a superaliajelor Inconel

5.6.1. Materiale și metode

S-au utilizat următoarele materiale: 5 probe superaliaje Inconel, fig. 5.25, soluție acid sulfuric pa, celulă electrochimică cu trei electrozi cu contraelectrod de platină și electrod de referință Ag/AgCl 3m, potențiostat/galvanostat Reference 300 Gamry.

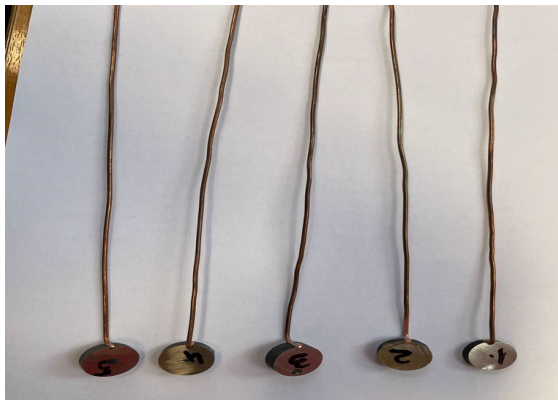


Fig. 5.25. Probe Inconel pregătite pentru încercarea la coroziune

Evaluarea comportării la coroziune a aliajelor de nichel în soluție de acid sulfuric 0,1N la temperatura de 25°C s-a efectuat prin următoarele tehnici

5.6.2. Rezultate

Deoarece potențialul redox al nichelului este apropiat de potențialul hidrogenului pe scara redox, nichelul nu eliberează ușor hidrogen în timpul coroziunii în medii apoase fără ioni de clor. Procesul de dizolvare este frânat cinetic deoarece Nichelul are capacitatea de a forma o peliculă pasivă iar prezența unui oxidant va întări pasivitatea sa.

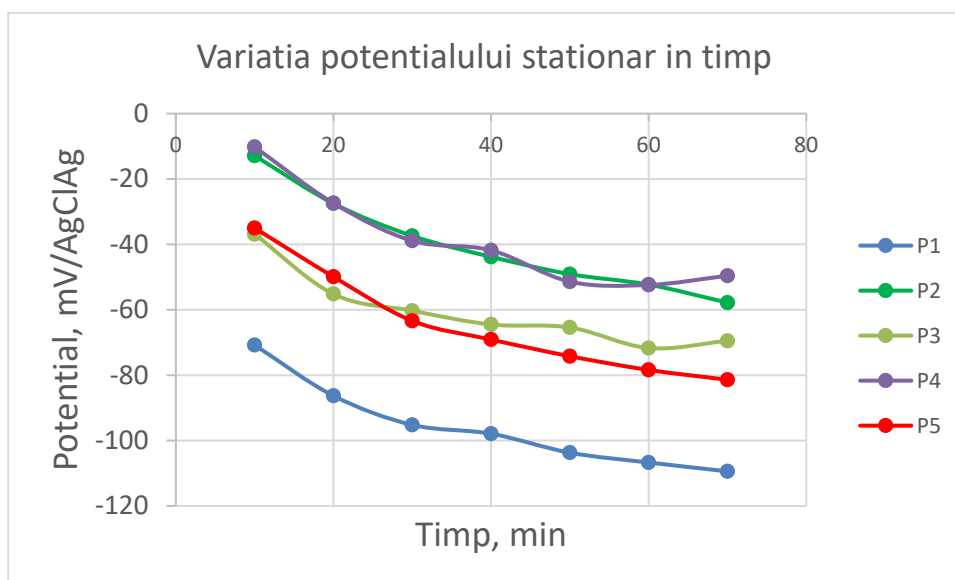


Fig. 5.26. Variația potențialului staționar în timp pentru probele P1-P5

Se observă o variație similară a potențialelor staționare ale celor cinci aliaje, curbele sunt relativ paralele. Toate probele au o variație normală de negativare a OCP datorită dizolvării filmului de pasivitate nativ format pe suprafață, nefiind diferențe fundamentale între materiale, OCP^{urilc} se

încadrează în ecartul a 100mV. Totuși, aliajele pot fi grupate în trei categorii cu comportate practic identică și anume P2- P4, P3-P5 și P1. P4 are potențialul cel mai electropozitiv cu evidentă tendință de deplasare spre valori electropozitive, ceea ce înseamnă că aluminiu a compensat scăderea concentrației de crom asupra capacității de pasivare a materialului.

5.6.4. Polarizarea anodică

Curbele de polarizare anodică au forma clasică a aliajelor NiCr cu domeniile de potențiale, conform figurii 5.27. Ramura catodică reprezintă domeniul de evoluție a hidrogenului, iar cea anodică domeniul de oxidare, domeniul activ, domeniul pasiv și transpasiv.

Prezența picurilor foarte bine evidențiate în aliajele P2-P5 poate fi dovada existenței unor faze bine individualizate ale diferitelor elemente de aliere, iar picul activ foarte larg al probei P1 care înglobează toate aceste procese o dovadă a omogenității ridicate a materialului sau a unor tratamente termice.

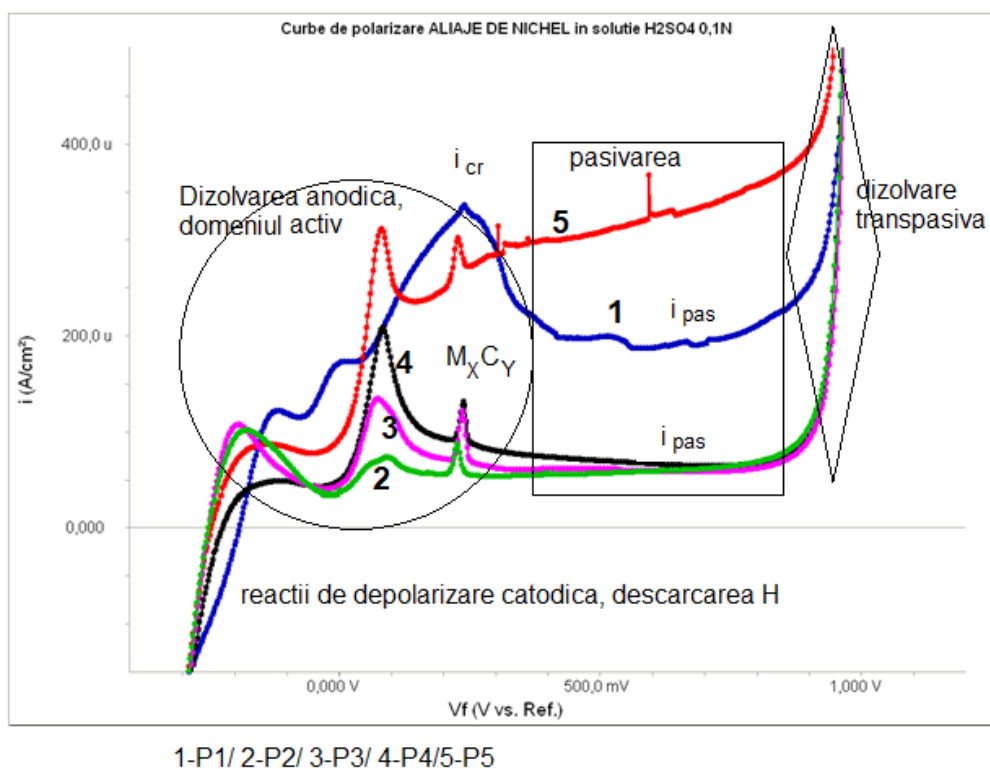


Fig. 5.27. Curbele de polarizare pentru superaliajele Inconel P1-P5

Ca o concluzie P1 și P5 par sa se pasiveze mai greu comparativ cu celelalte, dar toate aliajele se pasivează, curenții în stare pasivă sunt relativ mici, între 100 și 350mAcm⁻².

Trebuie specificat ca toate probele prezintă aceeași valoare pentru potențialul de transpasiv.

5.6.5. Metoda Pantelor Tafel pentru determinarea vitezei de coroziune

Curbele Tafel sunt prezentate în figura 5.28. iar valorile parametrilor de coroziune în tabelul 5.13.

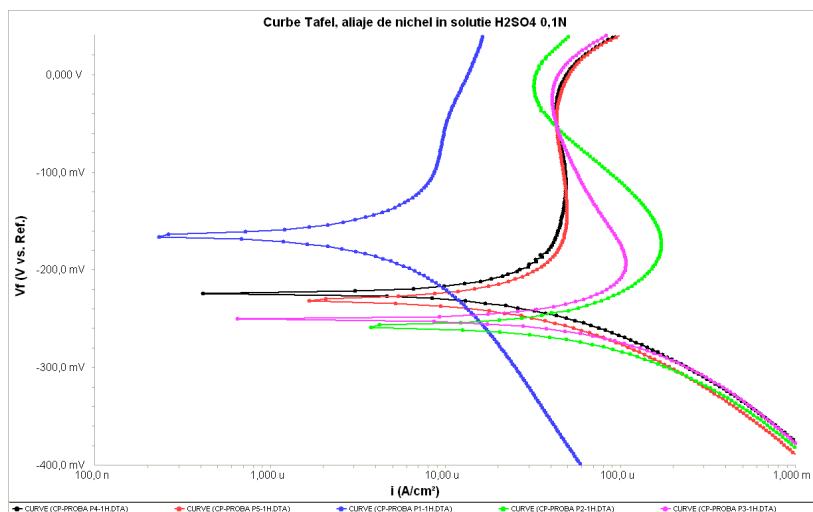


Fig. 5.28. Curbe Tafel pentru determinarea vitezei de coroziune probe Inconel T1-T5

Din analiza curbelor Tafel și parametrilor de coroziune se desprind următoarele aspecte:

- Toate curbele au pantele anodice foarte mari ceea ce indică tendința de pasivare, a materialelor;
- Potențialele de coroziune ale aliajelor P2-P5 sunt practic identice diferențe de câțiva zeci de mV;
- Cea mai mică densitate a curentului de coroziune o are P4, dar foarte apropiată de P2 și P5.
- Cea mai mare densitate a curentului de coroziune o are P1.

Prin urmare nu există diferențe semnificative între aliajele P3-P5 chiar dacă cea mai mică valoare a densității curentului de coroziune s-a înregistrat în cazul aliajului P5.

5.7. CONCLUZII

- Modificarea structurii și proprietăților mecanice ale superaliajelor INCONEL propuse pentru expăerimentări a fost posibilă prin aplicarea tratamentului termic mixt de CĂLIRE PENTRU PUNERE ÎN SOLUȚIE și ÎMBĂTRÂNIRE.
- Parametrii de lucru (T_T și t_{ment}) au fost astfel aleși încât mecanismul de durificare să se desfășoare cât mai eficient, adică printr-o precipitare controlată a fazelor responsabile de acest efect, ținându-se cont de compoziția chimică a aliajelor dar și de solicitările specifice pentru care INCONEL-URILE SUNT ELABORATE.

Cap. 6. STUDIU DE CAZ - RAPORT PRIVIND STABILIREA CAUZELOR CEDĂRII MAI MULTOR ARCURI DIN SISTEMUL SUPAPELOR DE ADMISIE ȘI DE EVACUARE REALIZATE DIN SUPERALIAJUL INCONEL X750 DE LA COMPRESORUL DE RECIRCULARE 122K1

6.1. Obiectivul cercetarilor îl constituie stabilirea cauzelor care au condus la oprirea unui compresor de recirculare 122 K1 de la o rafinarie, in urma cedarii premature (5 ani) a mai multor arcuri din sistemul supapelor de admisie și de evacuare. Având în vedere informațiile furnizate de

literatura de specialitate, se apreciază că alegerea superaliajul Inconel X750 pentru execuția arcurilor de supapă ale compresoarelor este corectă, menționându-se caracteristici mecanice într-o bandă relativ largă, funcție de tehnologia de tratament termic, sau gradul de deformare la rece.

6.2. Analiza macroscopică

6.2.1 Examenul vizual al arcurilor

Au fost analizate 29 de arcuri de supapă care au fost executate din sârma cu diametrul de 0,7 mm, cu aspect diferit - 13 arcuri, dintre care 9 întregi și 4 rupte, sunt de culoare mai întunecată (fig.6.1), pe când alte 16 arcuri, toate rupte, sunt de culoare deschisă (fig.6.2), sugerând condiții de utilizare mai ușoare sau durate de utilizare mai scurte, comparativ cu arcurile de culoare mai întunecată.



Fig. 6.1. Arc întreg cu 10 spire de culoare întunecată

Observate la microscopul optic, capetele arcurilor fără rupere (fig.6.4a) pot fi diferențiate cu ușurință de cele ale arcurilor care au cedat în exploatare (fig. 6.4b).



a)



b)

Fig. 6.4. Capăt de arc în profil: a) arc fără rupere; b) arc rupt

6.3. Analiza microfractografică

Analiza s-a efectuat pe un microscop electronic scanning Quanta 450 FEG. Au fost investigate morfologiile spirelor arc și ale suprafețelor de rupere, precum și compozițiile chimice ale unor zone cu aspect particular de pe suprafețele arcurilor.

În prima etapă, a fost analizat aspectul suprafeței sârmei în lungul spirelor de arc. În figurile 6.5 și 6.6 pot fi observate imagini ale suprafețelor unor arcuri cu aspect întunecat și, respectiv, de culoare deschisă, precum și rezultate ale unor determinări de compoziție chimică efectuate prin tehnica EDS.

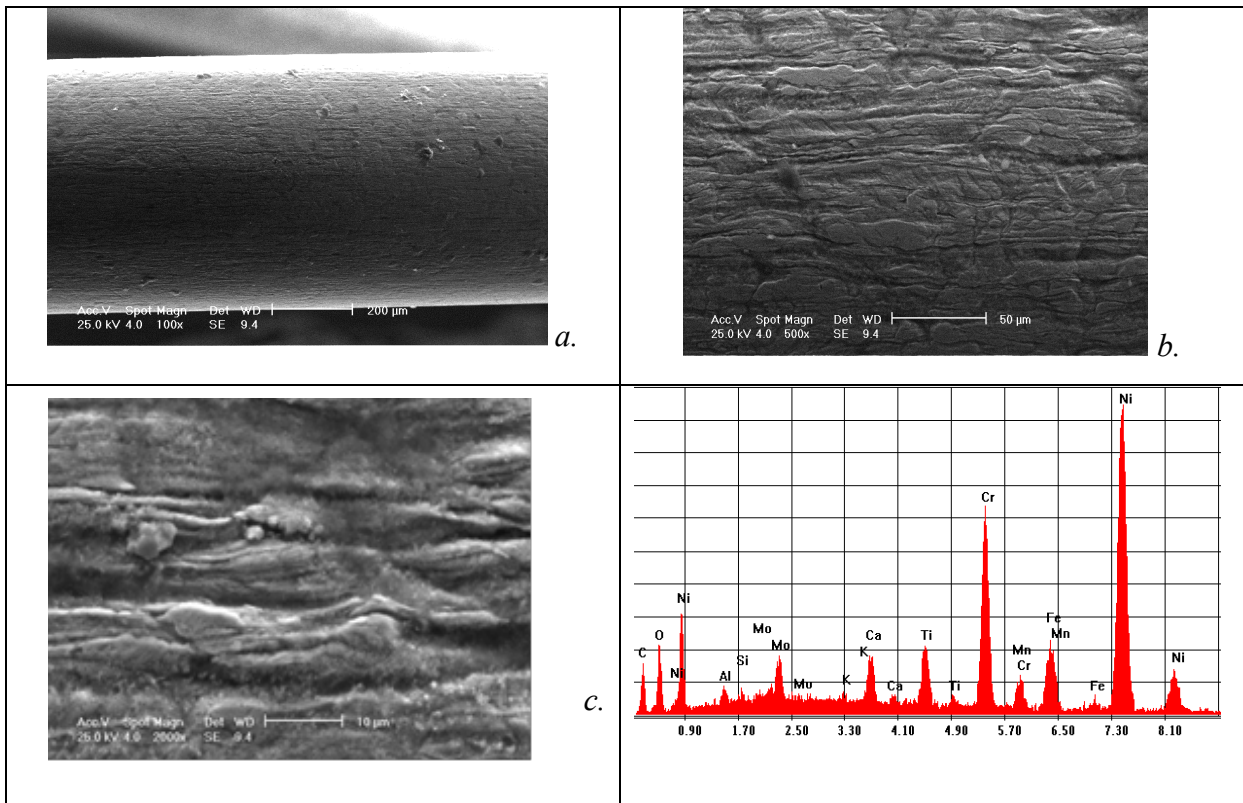


Fig.6.5. Imagini de electroni secundari ale suprafeței unui arc de culoare întunecată [a) $\times 125$; b) $\times 600$; c) $\times 2000$] și analiza calitativă EDS pe suprafața arcului

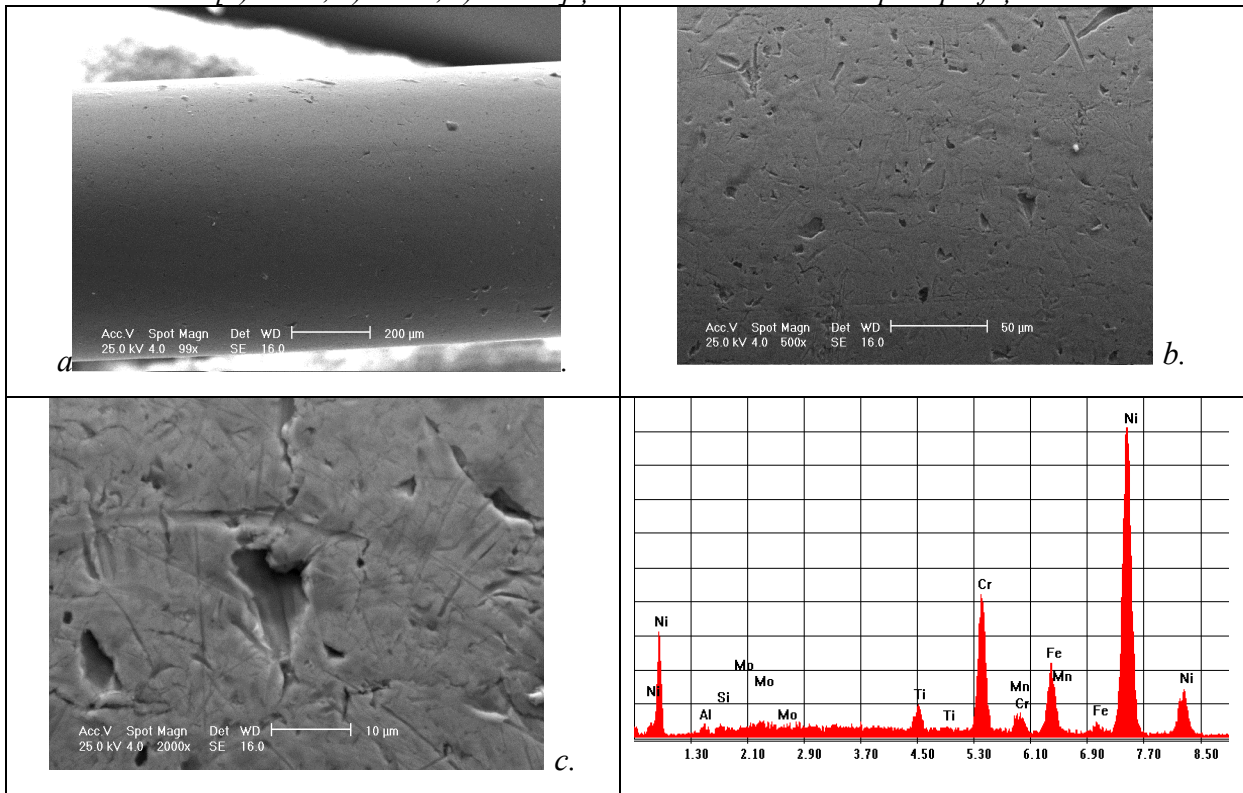


Fig. 6.6 Imagini de electroni secundari ale suprafeței unui arc de culoare deschisă [a) $\times 125$; b) $\times 600$; c) $\times 2000$] și analiza calitativă EDS pe suprafața arcului

6.4. Microstructură și compoziție chimică

Aspectul tipic al microstructurii materialului rezultă din fig. 11. Imaginile au fost obținute pe un microscop electronic QUANTA 450 FEG.

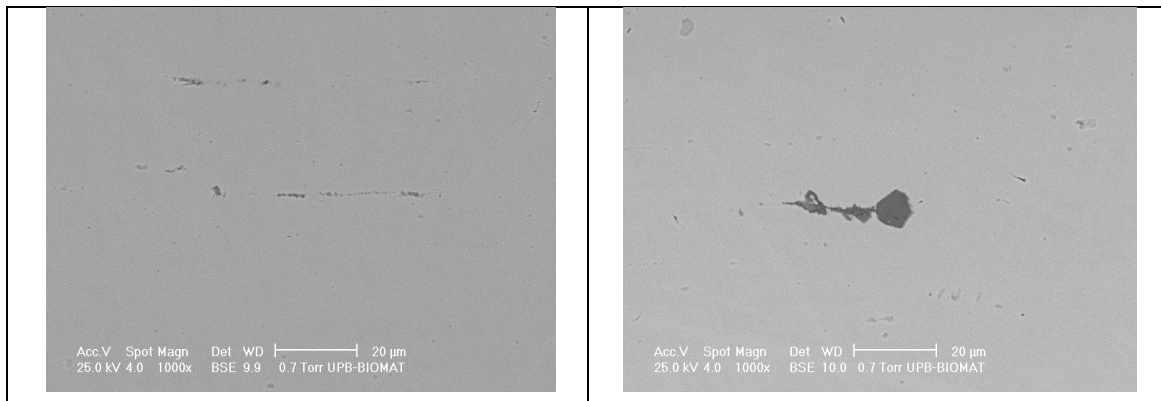


Fig. 6.11. Microstructura materialului de arc (Atac NH_3/HCl ; $\times 1000$)

Microstructura este alcătuită dintr-o masă metalică austenitică cu precipitate de carburi metalice. Natura și compozițiile chimice ale compuşilor metalografici au fost investigate punctual prin tehnica EDS (spectroscopie de radiații X cu dispersie după energie).

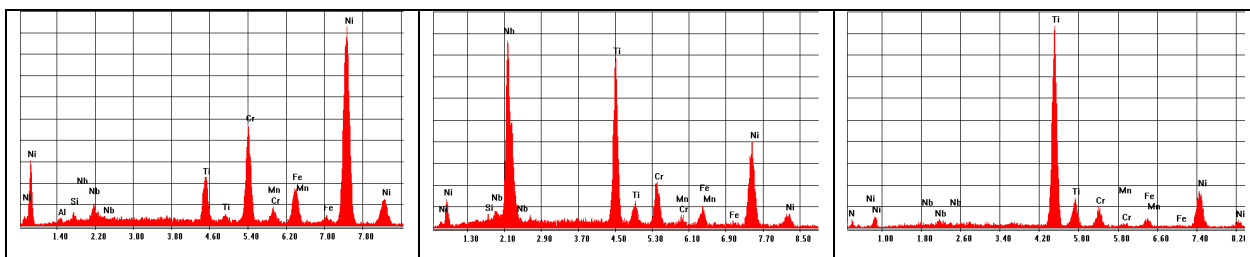


Fig.6.13. Analiza calitativă EDS privind compoziția chimică a unor precipitate prezente în microstructura materialului arcurilor

- nu au fost identificate diferențe semnificative de compoziție chimică între arcurile cu nuanțe de culoare diferite.

6.6. Concluzii

- Alegerea superaliajul Inconel X750 pentru execuția arcurilor de supapa ale compresorului 122 K1 este corectă, cunoscute fiind caracteristicile acestui material privind rezistența la coroziune

- Ruperile arcurilor au intervenit preponderent în zonele primelor trei spire de capăt de arc și au rezultat în urma unor solicitări la torsiune și încovoiere. Factorii favorizanți pentru ruperea prematură a arcurilor au fost: geometria incorectă în zonele de capăt și, posibil, rezistența excesivă a sârmei folosită la confecționarea acestora.

Cap.7. CONCLUZII GENERALE, CONTRIBUȚII ORIGINALE ȘI DIRECȚII VIITOARE DE CERCETARE

7.1 Concluzii Generale

În urma studiilor teoretice și a rezultatelor cercetărilor științifice realizate se pot formula următoarele concluzii generale:

- Superaliajele sunt aliaje metalice care rezistă la temperaturi ridicate, de regulă până la 70% din temperatura absolută de topire.
- Superaliajele au o excelentă rezistență la fluaj, coroziune și oxidare, precum și o bună stabilitate a suprafeței și rezistență ridicată la oboseală.
- Realizarea unor astfel de aliaje avansate permite un timp de funcționare mai ridicat al motoarelor care lucrează la temperaturi ridicate.
- Structura de solidificare prezintă o omogenitate destul de ridicată în cazul probei P1, ceea ce indică faptul că pe parcursul răcirii gradul de subrăcire ΔT_r a avut valori corespunzătoare pentru derularea fenomenelor de difuzie specifice acestui aliaj și un grad de omogenitate destul de ridicat pentru probele P2, indiciu clar că gradul de subrăcire ΔT_r specific procedurii de elaborare-turnare abordat a fost ceva mai ridicat pentru compoziția chimică a acestui aliaj, cu un grad de aliere mai ridicat.
- Probele P3 și P4 au în comun faptul că în compoziția lor chimică crește progresiv proporția de elemente greu fuzibile (Re, W, Ta). Rezultatul este obținerea unor structuri cu neomogenitate chimică și structurală ridicată, reprezentată de apariția masivă a formațiunilor dendritice. Densitatea și dezvoltarea acestora crește de la proba P3 la P4, o dată cu creșterea proporțională a elementelor amintite, dovedind în mod distinct că gradul de subrăcire ΔT_r specific procedurii de elaborare a fost foarte ridicat.
- Proba P5, cu compoziția chimică nou propusă, mai economică, are o structură asemănătoare cu P2, în sensul că gradul de omogenitate este mai ridicat, fără a fi excluse nici aici formațiunile dendritice, vizibile mai clar la puteri de mărire mai ridicate. Ca particularitate, se sesizează o granulație mai fină, comparativ cu celelalte probe investigate.
- O dată cu creșterea gradului de aliere și a componentilor greu fuzibili ca parte a compoziției chimice este și mai puternic vizibil în microscopiile electronice, față de cele optice, aspectul dendritic din ce în ce mai pronunțat.
- Datele compoziționale oferite de analiza chimică punctuală în spațiul interdendritic evidențiază cantitatea redusă de Re, confirmând supoziția că el se concentrează în axul dendritelor, mai puțin în spațiul interdendritic.
- Modificarea structurii și proprietăților mecanice ale superaliajelor INCONEL elaborate pentru expăerimentări a fost posibilă prin aplicarea tratamentului termic mixt de călire pentru punere în soluție și îmbătrânire.
- Tratamentul termic al superaliajelor INCONEL cu reniu (Re) influențează semnificativ microstructura, proprietățile mecanice și performanța la temperatură ridicată a acestor aliaje.
- Unul dintre principalele efecte ale tratamentului termic asupra superaliajelor INCONEL cu Re este precipitarea și dizolvarea fazelor secundare. Precipitarea fazelor secundare, cum ar fi (γ') și (γ''), poate îmbunătăți semnificativ proprietățile mecanice ale acestor aliaje. De exemplu,

adăugarea de Re la INCONEL poate îmbunătăți comportamentul de precipitare al lui γ' , care la rândul său îmbunătățește rezistența la temperatură ridicată a aliajului.

- Temperatura de tratament termic este un factor critic în evoluția microstructurală și în proprietățile mecanice ale superaliajelor INCONEL cu reniu. Temperatura adecvată de tratament termic poate duce la o microstructură optimizată și la proprietăți superioare, în timp ce temperaturile necorespunzătoare de tratament termic pot provoca efecte adverse. Optimizarea temperaturii de tratament termic este esențială pentru atingerea proprietăților dorite pentru aplicații specifice.
- Intervalul de temperatură de tratament termic pentru superaliaje INCONEL cu Re este între 700 și 1200 °C, în funcție de compoziția specifică a aliajului și de proprietățile dorite. Acest interval de temperatură este utilizat pentru precipitarea fazei γ' , care poate îmbunătăți rezistența la fluaj și duritatea aliajului.
- Microscopia optica a probei P5 după recoacerea de omogenizare evidențiază o structură granulară fină de soluție solidă γ . Limitele de grăunte apar luminoase, sesizându-se o oarecare grupare de faze precipitate, dar fără a fi în măsură să se stabilească cu precizie natura lor.
- Duritatea după recoacerea de omogenizare nu scade foarte mult (de la 378 HV02 în stare turnată, la 367 HV02 în stare omogenizată), confirmând și din acest punct de vedere că omogenizarea nu a fost totală.
- Gradul mai ridicat de aliere al aliajului P4 a modificat structura materialului, chiar raportul dintre constituenții de fază γ și γ' , astfel încât în acest caz constituentul majoritar este γ' . Formele alungite, filiforme, luminoase ce se regăsesc în această probă, aparțin fazelor LAVES, iar densitatea sporită poate fi pusă pe seama apariției Mo în compoziția chimică, element care frecvent poate forma faze LAVES în aliajele tip INCONEL.
- Pe lângă îmbunătățirea proprietăților mecanice ale aliajelor INCONEL, adăugarea de Re poate, de asemenea, spori substanțial rezistența lor la coroziune, în special în medii agresive.
- Din analiza curbelor Tafel și parametrilor de coroziune se desprind următoarele aspecte:
 - Toate curbele au pantele anodice foarte mari ceea ce indică tendința de pasivare, a materialelor;
 - Potențialele de coroziune ale aliajelor P2-P5 sunt practic identice diferențe de câțiva zeci de mV;

7.2 Contribuții originale

- Realizarea unui studiu bibliografic complex privind superaliajele.
- Elaborarea și turnarea în cuptor electric cu inducție în vid și atmosferă de argon a cinci tipuri de aliaje Inconel, cu compoziție chimică originală, din care 4 cu conținut variabil de reniu;

- Conceperea unei tehnologii de tratament termic a superaliajelor elaborate, care a cuprins recoacerea de normalizare, călire pentru punere în soluție, îmbătrânire și explicarea fenomenelor structurale care au loc după fiecare etapă;
- Evaluarea variației durtății superaliajelor elaborate prin măsuratori după elaborare și după fiecare operație de tratament termic.
- Analiza structurală prin microscopie optică a superaliajelor după elaborare și după tratamentele termice de recoacere de omogenizare, călire pentru punere în soluție și îmbătrânire.
- Analiza structurală și compozițională prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM) asociată cu spectroscopie de dispersie după energii în radiații X caracteristice (EDS) a superaliajelor elaborate, după turnare și tratamentele termice de recoacere de omogenizare, călire pentru punere în soluție și îmbătrânire.
- Analiza parametrilor de coroziune în soluție de H₂SO₄.

7.3 Direcții viitoare ale cercetărilor științifice

- Elaborarea în condiții de vid și atmosferă de argon a șase superaliaje bază nichel cu compoziții chimice diferite;
- Influența gradului de subrăcire și a conținutului de elemente greu fuzibile (Re, W, Ta) asupra omogenității structurii obținută după turnarea cu solidificare dirijată;
- Influența conținutului de Mo asupra formării fazelor Laves.

În acest mod vor putea fi realizate studii comparative asupra posibilității de îmbunătățire a proprietăților fizico-mecanice și de rezistență la coroziune.

Bibliografie selectiva

1. D. Locq, A. Walder, M. Marty, P. Caron,” Development of New PM Superalloys for High Temperature Applications. EUROMAT, Intermetallics and Superalloys Vol. 10”, WILEY-VCH Verlag GmbH, Weinheim, Germany (D.G. Morris et al., eds), 2000.
8. Hagel, W.C., Wiley, J., “The Superalloys”, New York, 1972.
9. Milan T. Jovanović, Borislav Lukić, Zoran Mišković, Ilija Bobić, Ivana Cvijović, Biljana Dimčić, “Processing and Some Applications of Nickel, Cobalt and Titanium-Based Alloys”, Association of Metallurgical Engineers of Serbia.
13. Nageswara Rao Muktinutalapati, “Materials for Gas Turbines – An Overview”, VIT University, India.
14. **Greco, A.**, Berbecaru, A, Coman, G, Ciuca S, Matei, E, Sohaciu, M, Gherghescu, I, Predescu, A, Predescu, C, Assessment of premature degradation of a gas injection pipeline due to hydrogen released by the benzene hydrofining equipment, UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science, olume 85, Issue 2, 2023, p. 257 – 274, FI 0,5;.
18. Maurer, G. E., Castledine, W., Schweizer, F. A., and Mancuso, S., “Development of HIP Consolidated P/M Superalloys for Conventional Forging to Gas Turbine Components,” Superalloys 1996, TMS, Warrendale, PA, 1996, pp. 645–652.
19. Wright, P. K., Jain, M., and Cameron, D., “High Cycle Fatigue in a Single Crystal Superalloy:] R.G. Ding, Z.W. Huang, H.Y. Li, I. Mitchell, G. Baxter, P. Bowen, Electron microscopy study of direct laser deposited IN718, Mater. Charact., 106 (2015), pp. 324-337,
- [25] H. Qi, M. Azer, A. Ritter, Studies of standard heat treatment effects on microstructure and mechanical properties of laser net shape manufactured Inconel 718, Metall. Mater. Trans. A, 40 (10) (2009), pp. 2410-2422
- [26] L.L. Parimi, M.M. Attallah, J.C. Gebelin, R.C. Reed, Direct laser fabrication of Inconel 718: effects on distortion and microstructure, Superalloys, 12th International Symposium on Superalloys, Seven Springs, PA, September 09–13 (2012), pp. 511-519
- [27] A. Strondl, R. Fischer, G. Frommeyer, A. Schneider, Investigations of MX and gamma'/gamma” precipitates in the nickel-based superalloy 718 produced by electron beam melting,
- [30] X. Zhao, J. Chen, X. Lin, W. Huang, Study on microstructure and mechanical properties of laser rapid forming Inconel 718, Mater. Sci. Eng. A, 478 (1–2) (2008), pp. 119-124
- [31] L.L. Parimi, G.A. Ravi, D. Clark, M.M. Attallah, Microstructural and texture development in direct laser fabricated IN718, Mater. Charact., 89 (2014), pp. 102-111
- [32] P. Nie, O.A. Ojo, Z. Li, Numerical modeling of microstructure evolution during laser additive manufacturing of a nickel-based superalloy, Acta Mater., 77 (2014), pp. 85-95

- [43] J. Strößner, M. Terock, U. Glatzel, Mechanical and microstructural investigation of nickel-based superalloy IN718 manufactured by selective laser melting (SLM), *Adv. Eng. Mater.*, 17 (8) (2015), pp. 1099-1105
- [46] N.J. Harrison, I. Todd, K. Mumtaz, Reduction of micro-cracking in nickel superalloys processed by selective laser melting: a fundamental alloy design approach, *Acta Mater.*, 94 (2015), pp. 59-68
- [53] X. Wang, T. Keya, K. Chou, Build height effect on the Inconel 718 parts fabricated by selective Univ. Technol. Mater. Sci. Ed., 26 (5) (2011), pp. 908-913
- [61] S. Raghavan, B. Zhang, P. Wang, C.N. Sun, M.L.S. Nai, T. Li, J. Wei, Effect of different heat treatments on the microstructure and mechanical properties in selective laser melted Inconel 718 alloy, *Mater. Manuf. Process.*, 32 (14) (2017), pp. 1588-1595
- [62] V.A. Popovich, E.V. Borisov, A.A. Popovich, V.S. Sufiiarov, D.V. Masaylo, L. Alzina, Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties, *Mater. Des.*, 114 (2017), pp. 441-449
- [66] E. Amsterdam, G.A. Kool, High cycle fatigue of laser beam deposited Ti-6Al-4V and Inconel 718, M.J. Bos (Ed.), *Proceedings of the 25th Symposium of the International Committee on Aeronautical Fatigue*, Rotterdam, The Netherlands, 27–29 May, Springer Netherlands, Dordrecht (2009), pp. 1261-1274
- [73] D. Deng, R.L. Peng, Håkan Brodin, J. Moverare, Microstructure and mechanical properties of inconel 718 produced by selective laser melting: Sample orientation dependence and effects of post heat treatments, *Mater. Sci. Eng. A*, 713 (2018), pp. 294-306
- [77] W.M. Tucho, P. Cuvillier, A. Sjolyst-Kverneland, V. Hansen, Microstructure and hardness studies of Inconel 718 manufactured by selective laser melting before and after solution heat treatment, *Mater. Sci. Eng. A*, 689 (2017), pp. 220-232
- [85] J.P. Choi, G.H. Shin, S. Yang, D.Y. Yang, J.S. Lee, M. Brochu, J.H. Yu, Densification and microstructural investigation of Inconel 718 parts fabricated by selective laser melting, *Powder Technol.*, 310 (2017), pp. 60-66
- [86] R. Acharya, J.A. Sharon, A. Staroselsky, Prediction of microstructure in laser powder bed fusion process, *Acta Mater.*, 124 (2017), pp. 360-371
- [89] W. Sames, PhD Thesis: Additive Manufacturing of Inconel 718 Using Electron Beam Melting: Processing, Post-Processing and Mechanical Properties (2015)
- [90] M.M. Kirka, F. Medina, R. Dehoff, A. Okello, Mechanical behavior of post-processed Inconel 718 manufactured through the electron beam melting process, *Mater. Sci. Eng. A*, 680 (2017), pp. 338-346
- [91] D. Deng, Licentiate Thesis: Additively Manufactured Inconel 718: Microstructures and Mechanical Properties, Linköping Studies in Science and Technology (2018)

- [92] F. Brenne, A. Taube, M. Pröbstle, S. Neumeier, D. Schwarze, M. Schaper, T. Niendorf, Microstructural design of Ni-base alloys for high-temperature applications: impact of heat treatment on microstructure and mechanical properties after selective laser melting, *Prog. Addit. Manuf.*, 1 (3) (2016), pp. 141-151
- [95] T. Trosch, J. Strößner, R. Völkl, U. Glatzel, Microstructure and mechanical properties of selective laser melted Inconel 718 compared to forging and casting, *Mater. Lett.*, 164 (2016), pp. 428-431
- [99] X. Wang, K. Chou, Residual stress in metal parts produced by powder-bed additive manufacturing processes, *Proceedings of the 26th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference*, Austin, Texas, August 10–12 (2015), pp. 1463-1474
- [100] B. Baufeld, Mechanical properties of Inconel 718 parts manufactured by shaped metal deposition (SMD), *J. Mater. Eng. Perform.*, 21 (7) (2012), pp. 1416-1421
- [104] O. Scott-Emuakpor, J. Schwartz, T. George, C. Holycross, C. Cross, J. Slater, Bending fatigue life characterisation of direct metal laser sintering nickel alloy 718, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, 38 (9) (2015), pp. 1105-1117
- [110] F. Liu, X. Lin, G. Yang, M. Song, J. Chen, W. Huang, Microstructure and residual stress of laser rapid formed Inconel 718 nickel-base superalloy, *Optics Laser Technol.*, 43 (1) (2011), pp. 208-213
- [111] T. Mukherjee, W. Zhang, T. DebRoy, An improved prediction of residual stresses and distortion in additive manufacturing, *Comput. Mater. Sci.*, 126 (2017), pp. 360-372
- [112] Reed R., 2008. *The Superalloys Fundamentals and Applications*, 1st Edition. Cambridge University Press (Ed.), New York, pp. 1-372.
- [120] T. Wang, H. Zhanga, C. Liud, X. Gongb, Y. Peib, Y. Zoue, Y. Liua, Q. Wang - Effect of temperature on tensile behavior, fracture morphology and deformation mechanisms of Nickel-based single crystal CMSX-4, *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 912, 15 August 2022, 165175
- [121] H. Zhang, Q. Wang, X. Gong, T. Wang, W. Zhang, K. Chen, C. Wang, Y. Liu, Q. Wang, Dependence on temperature of compression behavior and deformation mechanisms of nickel-based single crystal CMSX-4, *J. Alloy. Compd.* 866 (2021) 158878.
- [128] Nicolae, A., Duma, R.M., Gradinaru, C., **Greco, A.**, Ciucă, S., Nicolae, M., New scientific branches of the sustainable-durable development in the metallic materials engineering, *UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science*, 2021, 83(4), pp. 223–228, FI 0,5;
- [132] Titi Dulămita, Emil Florian „Tratamente termice și termochimice”, Editura Didactică și Pedagogică, 1983.
- [133] **Greco, A.**, Coman, G., Berbecaru, A., Matei, E., Gherghescu, I., Predescu, A., Ciuca, S., Influence of mechanical characteristics on the operating behavior of compressors intake and exhaust

valves made of inconel x750 superalloy, UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science, 2023, 85(1), pp. 177–188, FI 0,5;

[134] Grădinaru, C.Ș., Pantilimon, M.C., **Greco, A.**, Predescu, C., Nicolae, A., E, Eco-socio-technological degradation of the metallic materials, UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science, 2022, 84(2), pp. 155–164, FI 0,5;

[135] Grădinaru, C.Ș., Coman, G., Ciucă, S., **Greco, A.**, Gherghescu, I.A., Research on corrosion degradation process of some thermal power plants steam boiler pipes, UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science, 2021, 83(3), pp. 231–244, FI 0,5;

[136] Pantilimon, Mircea Cristian; Berbecaru, Andrei; Gherghescu, Ioana; Coman, George; Ciucă, Sorin; **Greco, Andrei**; Sohaciu, Mirela Gabriela; Dumitrescu, Ruxandra Elena; Predescu, Cristian; Comparative evaluation of the trip effect in steels with different contents of mn and al; Metals; Volume 12; Issue 3; March 2022; WOS:000774103200001, FI 2,9.