نشریه علوم و فناوری جوشکاری ایران، سال چهارم، شماره 1، بهار و تابستان1397، صفحه 66-55

بررسی اثر دمای عملیات حرارتی پس از جوشکاری بر مقاومت به خوردگی تنشی تحت گاز سولفید هیدروژن لایه روکشی ایجاد شده از جنس IN625 بر فولاد AISI 4130 به روش جوشکاری قوس الکتریکی تنگستن تحت گازمحافظ با فیلرداغ

مجید صدیقی[1]، سید حسین رضوی[2*]، حامد ثابت[1]

۱- گروه مهندسی مواد و متالورژی، واحد کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، کرج، ایران

۲- دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران

(دریافت مقاله: ۱۳۹۶/۰۵/۰۳ ؛ پذیرش مقاله: ۱۳۹۶/۰۹/۰۱)

چکیده

هدف از این تحقیق بررسی اثر دمای عملیات حرارتی پس از جوشکاری بر ریزساختار، ریزسختی و مقاومت در برابر خوردگی تنشی سولفیدی لایه روکشی از جنس سوپر آلیاژ پایه نیکل اینکونل۶۲۵ بر فولاد ساده کربنی AISI 4130 است. برای این مهم از تکنیک قوس الکتریکی تنگستن تحت گاز محافظ با فیلر داغ استفاده شد. عملیات حرارتی در سه دمای ۶۵۰، ۷۵۰ و ۸۵۰ درجه سانتی گراد در زمان یکسان ۲ ساعت انجام شد. قبل و بعد از عملیات حرارتی ریز سختی مناطق لایه روکشی ، متاثر از حرارت و فلز پایه اندازه گیری شد. بررسی های ریز ساختاری توسط میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی انجام شد. نتایج حاکی از حضور کاربیدهای MC در میان دندریت های زمینه محلول جامدγ بدون هیچ گونه ترکی در لایه روکشیو حضورفریت و مارتنزیت های تمپر شده رشد کرده در منطقه متاثر از حرارت و مارتنزیت تمپر شده و بینیت در فلز پایه بود. نتایج نشان داد که افزایش دما، کاهش سختی در منطقه متاثر از حرارت و افزایش سختی در لایه روکشی را در پی دارد. در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد فاز γ'' سریعا پدیدار می شود که در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد به صورت برشی به فاز پایدار δ تبدیل می‌گردد. آزمایش خوردگی تنشی در ۷۲۰ ساعت انجام شد. نتایج آزمون غیر مخرب ذرات مغناطیسی ترک تنشی را در نمونه عملیات حرارتی شده در ۸۵۰ درجه سانتی گراد نشان داد. نتایج SEM بیانگر وجود ترک تنشی در فلز پایه در امتداد مرزدانه و رشد آن به لایه روکشی بود.

کلمات کلیدی: عملیات حرارتی پس از جوشکاری، جوشکاری قوس الکتریکی تنگستن تحت گازمحافظ بافیلرداغ، ریزساختار، ترک خوردگی تنشی سولفیدی.

Investigation on the Effect of Post Weld Heat Treatment Temperature on Stress Corrosion Resistance of Inconel 625 Cladded on AISI 4130 Steel Using Hot Wire GTAW

M. Siddiqui[1], S. H. Razavi[2], H. Sabet[3]

1-Engineering graduate student of Islamic Azad University-Karaj, Iran

2-School of Materials Engineering, University of Science and Technology

(Received 25 July 2017 ; Accepted 22 November 2017)

* نویسنده مسئول، پست الکترونیکی: hrazavi@iust.ac.ir

Abstract
In this research the effect of heat treatment offer welding (PWHT) in 650,750 and 8500C for two hours on Sulfide stress corrosion cracking resistance (SSC), welding metal Inconel 625 to low alloy steel 4130 was analyzed that was welded using Automatic TIG welding process then the mechanical properties of the joint was observed using micro hardness measure experiment (weld metal, base metal and the welding heat-affected zone) and welding metal structure using light microscopy, electron SEM(EDX), also XRD. The comparison of the microstructure in different temperatures show the least effect on microstructure in 6500C. In micro hardness measure test after post-weld heat treatment (PWHT) with increasing temperature we observed decreasing hardness of base metal and heat-effected zon and alsoincreasing weld metal micro hardness. when the temperature of post-weld heat treatment reached to 8500C phase γ'' changed quickly to delta phase δ.when temperature reached to 8500C secondary phases changed to needle form. After stress testing in Sulfide environment magnetic particles (MT) was done on the samples and results showed that in the post-weld heat treatment sample 8500C tension crack is made. Pictures of stress testing(SSC) SEM sample shows that tension cracks mode is base metal cracks along the grain boundaries and it also extends the base metal to weld metal.

Keywords: HAZ, Tungsten Arc Welding, Sulfide Stress, Tension Crack.

1- مقدمه

خوردگی هر ساله مبالغ سنگینی را جهت تعمیر، تعویض و بازسازی قطعات به صنایع نفت و گاز تحمیل می کند. بسیاری از تاسیسات نفت وگاز از جنس فولادهای ساده کربنی بوده و به خوردگی با گاز سولفید هیدروژن حساس هستند. این گاز اسیدی است و به آسانی در آب و در دماها و فشارهای مختلف حل شده و محلولهای الکترولیتی اسیدی که خورندگی بالایی را برای فلزات و آلیاژها به همراه دارند تشکیل خواهد داد. واکنش بین سولفید هیدروژن و آهن باعث به وجود آمدن فیلم سیاه رنگ سولفید آهن می گردد. میزان فیلم تشکیل شده نقش بسیار مهمی در تعیین سرعت خوردگی دارد. هنگامی که فولاد در تماس با آب حاوی سولفید هیدروژن قرار گیرد خورده شده و در سطح آن هیدروژن تولید می‌گردد[۱-۳]. سولفید هیدروژن به وجود آمده، از ترکیب اتم های هیدروژن و تشکیل هیدروژن مولکولی جلوگیری کرده و باعث نفوذ اتم های هیدروژن به درون فولاد می شود. در صورت وجود ناخالصی هایی مانند سولفید منگنز اتم هیدروژن می تواند در فولاد نفوذ کرده و با تجمع در پشت ناخالصی ها تشکیل مولکول هیدروژن دهد و در نهایت منجر به تولید تاول هیدروژنی گردد[۴-۶]. ترک های تنشی سولفیدی[1] (SSC) در نتیجه ترکیب تنشهای کششی باقیمانده یاتنش های اعمالی و خوردگی در حضور سولفید هیدروژن و آب رخ می دهد[۶-۱۰]. در اثر اعمال تنش و فشار به محل تجمع هیدروژن های مولکولی ترک ایجاد می گردد. بنابراین استفاده از مواد مقاوم به خوردگی تنشی در برابر گاز سولفید هیدروژن مانند سوپر آلیاژهای پایه نیکل ضروری به نظر می رسد.

یکی از سوپر آلیاژ های پایه نیکل که مقاومت مناسبی در برابر خوردگی تنشی دارد IN625 می باشد. IN625 در کنار مقاومت در برابر خوردگی از استحکام مناسب در دمای بالا، کار پذیری و جوش پذیری خوب برخوردار است. استحکام مناسب این آلیاژ مرهون محلول جامد Mo و Nb در زمینه γ و رسوب سختی با رسوبات ریز و ناپایدار $\gamma''(Ni_3Nb)$ است. بعلاوه Mo منجر به افزایش مقاومت در برابر اکسیداسیون و خوردگی می‌شود. افزودن Nb مقاومت در برابر خوردگی تنشی در محیط کلریدی را بهبود می بخشد به همین جهت از IN625 به صورت گسترده در صنایع نفت، گاز و پتروشیمی استفاده می شود[۱۱-۱۳].

سوپر آلیاژ IN625 را می توان از راه های جوشکاری قوسی الکتریکی تنگستن تحت گاز محافظGTAW[2] و روکش کاری لیزری بر روی فولادهای ساده کربنی پوشاند[۱۴]. امروزه استفاده از فرآیندجوشکاری قوس الکتریکی تنگستن تحت گازمحافظ با فیلرداغ[3] برای اعمال IN625 بر روی فولاد ساده

1- Sulphide Stress Cracking

2- Gas Tungsten Arc Welding
3-Hot Wire TIG Cladding

کربنی توسعه یافته است[۱۱]. هنگامی که لایه های روکشی تولید شده با جوشکاری ازجنس سوپرآلیاژهای پایه نیکل در محیط های خورنده قرار می گیرند اگر تنش پس ماند کافی در اثر فشار داخلی وجود داشته باشد به مرور زمان امکان ایجاد ترک و رشد آن به صورت مرزدانه ای و یا بین دانه ای به وجود می آید [۱۴-۱۶]. اتصالات جوشکاری شده به دلایل زیر مستعد خوردگی تنشی هستند: الف) فرآیند جوشکاری، تنش کششی باقی مانده ای را در منطقه جوش باقی می گذارد مگر اینکه عملیات تنش زدایی موثری پس از جوشکاری انجام گیرد، ب) معمولا تمرکز تنش وجود دارد؛ و ج) سیکل های حرارتی ممکن است ریز ساختار حساس شده ایجاد کنند. عملیات حرارتی تنش زدایی می تواند یک راه حل مناسب برای جلوگیری از خوردگی تنشی باشد[۱۷-۱۹].

در تحقیقی الانگو و همکارانش [۱۵]، با ایجاد لایه روکشی از جنس IN625 بر روی فولاد ساده کربنی نشان دادند که خواص لایه روکشی تحت تاثیر پارامتر های فرایند نظیر آمپر، ولتاژ، سرعت حرکت ترچ و طول قوس قرار دارد. بررسی های میکروسکوپی آنها نشان دهنده ی امتزاج خوب میان لایه روکشی و فلز پایه بود. او بیشتر بودن سختی لایه روکشی نسبت به فلز پایه را دلیل افزایش مقاومت به خوردگی می دانست.

در تحقیقی دیگر آماتو و همکارانش[۲۰] به دو روش پرتو الکترونی و پرتو لیزر سوپر آلیاژ IN625 رابر روی فولاد ساده کربنی روکش کاری کردند. بررسی های آنها نشان داد که در هر دو روش ساختار ستونی به همراه رسوبات موازی Ni_3Nb با شبکه کریستالی bct در لایه روکشی دیده می شود. تفاوت در نرخ سرد شدن روش ها منجربه بروز تفاوت هایی در شکل رسوبات، فاصله میان دندریت ها، عرض دندریت ها، بافت و باند متالورژیکی می شود. عملیات حرارتی منجربه انحلال رسوبات و کریستاله شدن زمینه NiCr باشبکه ی کریستالی fcc شد، این عمل هم محور شدن دانه ها وتشکیل دوقلویی های کم انرژی شد. گو لانگ لونگ[۱۱] نشان داد که روش جوشکاری قوس الکتریکی تنگستن تحت گازمحافظ با فیلر داغ برای اعمال لایه روکشی بدون ترک از جنسIN625 بر روی سطح فولاد ها روش مناسبی است. وی نشان داد که افزایش تعداد پاس منجر به افزایش مقاومت در برابر خوردگی لایه روکشی می گردد. این موضوع نشان می دهد که کاهش مقدار Fe در لایه روکشی منجر به افزایش مقاومت به خوردگی می‌گردد.

در ادامه در تحقیقی دیگر گو لانگ لونگ [۲۱]، نشان داد که؛ کاربیدهای MC و فاز لاوه در مناطق بین دندریتی قرار می‌گیرند. وی نشان داد که انجام عملیات حرارتی پس جوشکاری منجر به کاهش کسر حجمی فاز لاوه می گردد. با افزایش دمای عملیات حرارتی تا ۷۵۰ درجه سانتیگراد مقدار کمی از فاز δ در لایه روکشی ایجاد می شود. با افزایش دمای عملیات حرارتی تا ۹۵۰ درجه سانتیگراد مقدار این فاز در مناطق بین دندریتی افزایش می یابد. افزایش کسر حجمی این فاز منجر به بهبود مقاومت خوردگی گردید.

همانطور که مشخص است خلاء وجود تحقیقی در رابطه با مقاومت به خوردگی تنشی سولفیدی لایه روکشی از جنس IN625 حس می شود. در ایران خطوط انتقال زیادی در صنعت نفت و گاز به وسیله IN625 روکش کاری می شوند که افزایش دوام آنها منجر به توسعه صنعت نفت و گاز و کاهش هزینه‌های تعمیر و نگهداری می گردد.در تحقیق حاضر با توجه به اهمیت ذکر شده نقش عملیات حرارتی پس از جوشکاری بر ریزساختار، سختی و مقاومت در برابر اشاعه ترک تنشی سولفیدی مورد تحقیق قرار گرفته است.

2- روش تحقیق

در تحقیق حاضر از فولاد ساده کربنی کم آلیاژ AISI 4130 به عنوان زیر لایه استفاده شده است. این فولاد باتوجه به میزان بالاتر کربن نسبت به سایر فولادهای ساده کربنی و عناصر آلیاژی Cr و Mo جوشکاری پیچیده ای دارد و نیاز به رژیم‌های پس گرم و پیش گرم ویژه ای دارد[۲۲]. برای لایه روکش نیز از سیم جوشی توپر از جنس سوپر آلیاژ پایه نیکل IN625 با قطر ۱/۶ میلیمتر از شرکت C-WELD استفاده شد. در جدول(۱)

ترکیب شیمیایی هر دو ماده بر اساس درصد وزنی نشان داده شده است.برای روکش کاری جوشکاری از دستگاه اتوماتیک Hot Wire TIG ساخته شده توسط شرکت Fronius استفاده شد. برای روکش کاری از شرایط آزمون و خطا استفاده شد که بهترین شرایط جوشکاری در جدول(۲) نشان داده شده است. نمونه‌های جوشکاری شده پس از تایید آزمون‌های غیرمخرب UT[۱]، VT[۲]، PT[۳] و MT[۴] توسط برشکاری با فشار آب[۵] جهت آزمایشات SEM[۶]، ریز سختی سنجی، متالوگرافی و آزمون خوردگی تنشی برش داده شدند.

فولاد AISI 4130 جزء فولادهای کم آلیاژ است که از مهمترین عناصر آلیاژی آن Cr و Mo می باشد. این عناصر وسعت منطقه تک فاز آستنیت را کاهش داده و با انتقال منحنی TTT[۷] به سمت راست، سختی پذیری فولاد را افزایش می دهند. این فولادها قابلیت جوشکاری و انعطاف پذیری خوبی را از خود نشان می دهند. عملیات حرارتی این نوع فولاد زیر دمای آستنیت و در حدود ۶۲۵ تا۶۵۰ درجه سانتیگراد صورت می‌پذیرد[۲۰]. همانطور که از نمودار TTT آلیاژ IN625 مشخص است تشکیل فاز γ'' و کاربیدهای نوع MC و M_6C فقط در دماهای بالاتر از ۷۵۰ درجه سانتیگراد میسر است آن هم به شرطی که زمان کافی برای ایجاد آنها وجود داشته باشد[۲۳]. لذا نمونه ها پس از جوشکاری به ترتیب در دماهای ۶۵۰، ۷۵۰ و ۸۵۰ درجه سانتیگراد درون کوره به مدت ۲ساعت عملیات حرارتی شده و سپس به آرامی درون کوره سرد شدند.شماتیک سیکل حرارتی درشکل(۱) نشان داده شده است. ریز سختی سنجی از سطح نمونه ها با دستگاه مدل AMSLER ساخت کشور آلمان تحت بار ۱۰۰ گرم انجام شد. برای این منظور حداقل ۹ نقطه سختی شامل :۳ نقطه در فلزپایه BM[۸]، ۳ نقطه در منطقه متاثر از حرارت HAZ[۹] و ۳ نقطه در لایه روکشی CL[۱۰] تعیین گردید که متوسط نتایج آنها به عنوان معیار سختی هر نمونه در نظر گرفته‌شد.برای بررسی‌های ریزساختاری، نمونه ها پس از آماده سازی و حکاکی در نایتال ۲٪ به مدت ۱۵ ثانیه برای BM و در پیکرال برای CL توسط میکروسکوپ نوری OM[۱۱] مدل Prior England و میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM مدل VEGA/TESCAN با ولتاژ15kV مجهز به سیستم آنالیز تفکیک انرژی EDS[۱۲] مورد استفاده قرار گرفتند. آزمایش ترک خوردگی تنشی سولفیدی SSCC[۱۳] طبق استاندارد خوردگی NACETM 0103-2003، به روش تیر خمیده Four point Bent-Beam Test به مدت زمان ۷۲۰ساعت انجام شد[۲۴]. پس از انجام آزمون خوردگی نمونه‌ها به وسیله آزمون غیر مخرب و SEM مورد بررسی قرار گرفتند.

3- تحلیل نتایج

3-1- بررسی ریزساختاری

درشکل(۲) تصاویرOMریزساختار نمونه روکشکاری شده پیش ازعملیات حرارتی نشان داده شده است. درقسمت الف شکل(۲) تصویرمیکروسکوپ نوری هر سه منطقه متالورژیکی نشان داده شده است. در قسمت به شکل(۲) ریزساختار قسمت BM نشان داده شده است،این منطقه دربردارنده مارتنزیت تمپرشده ومقداری بینیت است. درشکل(۲-ج) منطقه HAZ با ساختاری شامل مارتنزیت تمپر ودرشت شده با مقادیر ناچیز فریت مشاهده می شود. درفصل مشترک منطقهHAZ و WM[۱۴]یا به عبارتی منطقه جزئی ذوب شده PMZ[۱۵] تیغه های مارتنزیت مشاهده می گردد،این تیغه ها درقسمت د شکل(۲) نشان داده شده اند. منطقه CL با ساختاری دندریتی شامل ذرات وتوده‌های کاربیدی توزیع شده درزمینهγ است. توده های کاربیدی درقسمت ه شکل(۲) نشان داده شده است. درقسمت و شکل(۲) رسوبات ثانویه درون دانه ای و مرزدانه های در منطقه

1- Ultrasonic Testing
2-Visual Testing
3- PenetrantTesting
4- Magnetic Particle Testing
5- Water Jet
6- Scanning Electron Microscope
7- Time-Temperature-Transformation
8- Base Metal
9- Heat Affected Zone
10- Cladding Layer
11- Optical Microscope
12-Energy Dispersive Spectroscopy
13- Sulphide Stress Corrosion Cracking
14- Weld Metal
15-Partially Melted Zone

جدول 1- ترکیب شیمیایی آلیاژهای استفاده شده در تحقیق

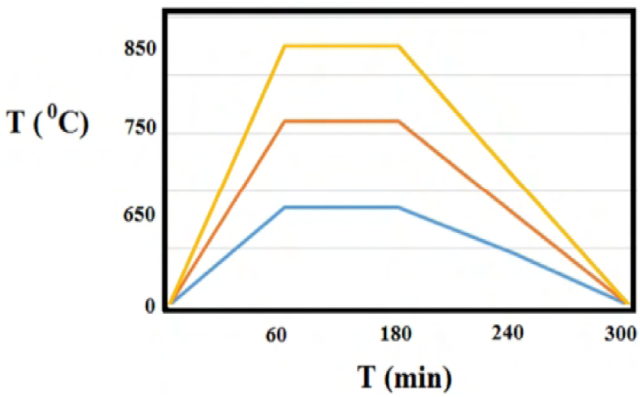
عنصر	Mo	Cr	S	P	Mn	Si	C	Fe	Ni	Nb	Al	Ti
AISI 4130	0.24	1.10	0.04	0.03	0.40	0.35	0.33	BAL	0.30	---	---	---
IN625	9	21.99	---	---	0.10	0.09	0.01	3.53	BAL	3.5	0.18	0.35

جدول 2- شرایط بهینه روکشکاری به وسیله فرآیند Hot Wire TIG

فرکانس جوشکاری (هرتز)	شدت جریان (آمپر)	شدت جریان سیم داغ (آمپر)	نوع الکترود	قطر الکترود (میلیمتر)	پالس بالا	پالس پایین
۵۰	۳۱۰-۲۸۰	۶۰	EWLa-1	۳/۲	٪۷۵	٪۲۵
نوع گاز محافظ	دبی گاز	دمای پیشگرم (درجه سانتیگراد)	سرعت جوشکاری (میلیمتر بر دقیق)	فاصله نوک الکترود (میلیمتر)	تعداد لایه	قطر هر لایه (میلیمتر)
آرگون با خلوص 99/999	۱۲لیتر بر دقیقه	۱۸۰	۳۷۵	۱۵	۲	۳.۵

CL راسب شده نشان داده شده است.

درشکل(۳) ساختار BM نمونه های عملیات حرارتی شده نشان داده شده است. ازقسمتهای مختلف شکل(۳) چنین بر می‌آیدکه ساختارنمونه پس ازعملیات حرارتی دستخوش تغییرمی گردد.

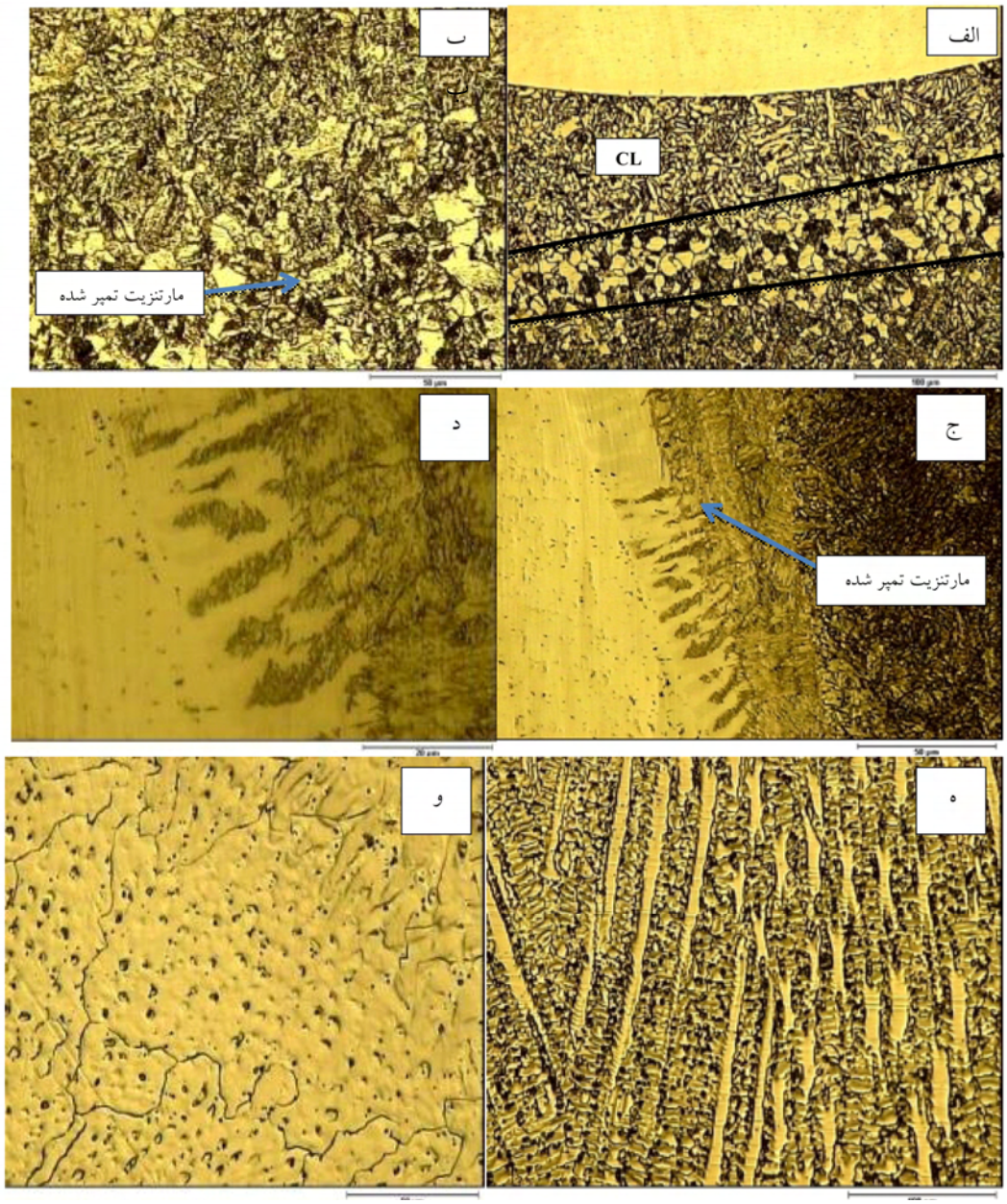


شکل 1- شماتیک نحوه اجرای عملیات حرارتی

عملیات حرارتی در ۶۵۰ درجه سانتیگراد تبدیل مارتنزیت به بینیت رادرپی دارد که به صورت پراکنده و ناچیز دربردارنده مقادیری فریت وپرلیت است. افزایش ۱۰۰ درجه ای دمای عملیات حرارتی تاثیرچندانی در ریزساختار ندارد وساختاری مشابه بانمونه عملیات حرارتی شده در ۶۵۰ درجه سانتیگراد دارد. تصویر OM فلز پایه نمونه عملیات حرارتی شده در ۷۵۰درجه سانتیگراد درقسمت الف شکل(۳) نشان داده شده است. ساختار فلز پایه عملیات حرارتی شده دردمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد دربردارنده جزایرپرلیتی وفریتی می باشد که این نکته درشکل(۳-ب) نشان داده شده است. منطقه CL نمونه عملیات حرارتی شده دربردارنده توده های کاربیدی می‌باشد. کاربیدهای تودهای منطقهCL درنمونه عملیات حرارتی شده در ۸۵۰ درجه سانتیگراد درشکل(۳-ج) نشان داده شده است. با توجه به نگهداری در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد و نرخ سردشوندگی آهسته درون کوره شرایط برای تبدیل مارتنزیت به بینیت شامل فریت و پرلیت برقرار می گردد. افزایش دمای عملیات حرارتی پس از جوشکاری[1] PWHT در دمای ۸۵۰درجه سانتیگراد بر کسر حجمی جزایر فریتی پرلیتی می افزاید [۲۵و۲۶].

حضورعناصرآلیاژیCrوMoدرIN625 باعث تقویت محلول حالت جامد ساختار آستنیتی γ می شود. وجودعناصرAl، Ti و Nb منجر به تشکیل رسوبات بین فلزی γ'' (Ni_3Nb) و رسوبات پایدار γ' $(Ni_3(Al,Ti,Nb))$ می شود که این موضوع باعث افزایش استحکام از طریق رسوب سختی می گردد. همچنین کاربیدهای MC (NbC, TiC), M_6C $((Mo,Si,Ni,Cr)_6C)$,$M_{23}C_6$ $((Cr, Mo)_{23}C)$ از طریق قفل شوندگی استحکام را افزایش می‌دهند. مشخصه فاز لاوه به شدت به جدایش عناصر با نقطه ذوب بالا مانند Nb و Cr وابسته است به طوری که کنترل و جدایش Nb از فاز لاوه بسیار مشکل و زمان بر است. خواص مکانیکی مانند استحکام تسلیم و خزشی در منطقه متاثر از حرارت جوش در اثر اعمال حرارت بعد از جوشکاری در سوپرآلیاژ IN625 به جهت تغییرات ریزساختاری کاهش می‌یابد، بنابراین در عملیات حرارتی این آلیاژ باید محدوده دمایی به دقت کنترل گردد[۱۳و۲۳].

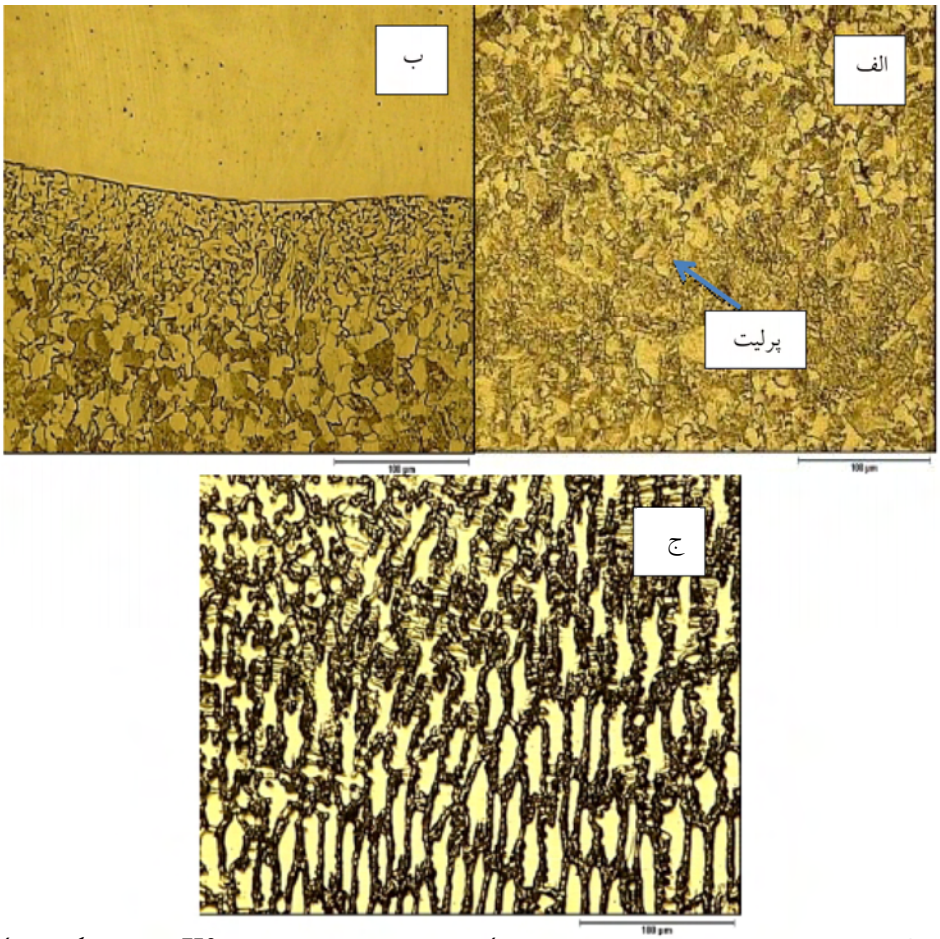
1- Post Weld Heat Treatment



شکل 2- تصویر OM ریز ساختار مناطق مختلف متالورژیکی نمونه روکش کاری شده. الف) هر سه منطقه متالورژیکی، ب) BM، ج) منطقه HAZ شامل تیغه های مارتنزیت تمپر شده، د) منطقه HAZ شامل تیغه های مارتنزیت تمپر شده در بزرگنمایی بیشتر، ه) توده های کاربیدی لایه CL و و) ذرات ثانویه منطقه CL

تصاویر SEM نمونه روکش کاری شده و عملیات حرارتی نشده در شکل(۴) نشان داده شده است. شکل(۴-الف) نشان می دهد که فاز آلفا در BM دارای کمترین میزان رشد بوده است. همانظور که در شکل(۴-ب) نشان داده شده است این نرخ پایین رشد برای فاز ثانویه موجود در CL نیز رعـایت شده است.

در فصل مشترک CL و HAZ می توان مارتنزیت درشت را به همراه مقادیر جزئی فریت مشاهده نمود که این موضوع به وضوح در شکل(۴-ج) نشان داده شده است. در شکل(۴-د) و (۴-ه) حضور کاربیدهای NbC در منطقه CL توسط EDS تایید شده است. در جدول(۳) ترکیب شیمیایی کاربید قید شده بر اساس درصد وزنی و درصد اتمی نشان داده شده است.



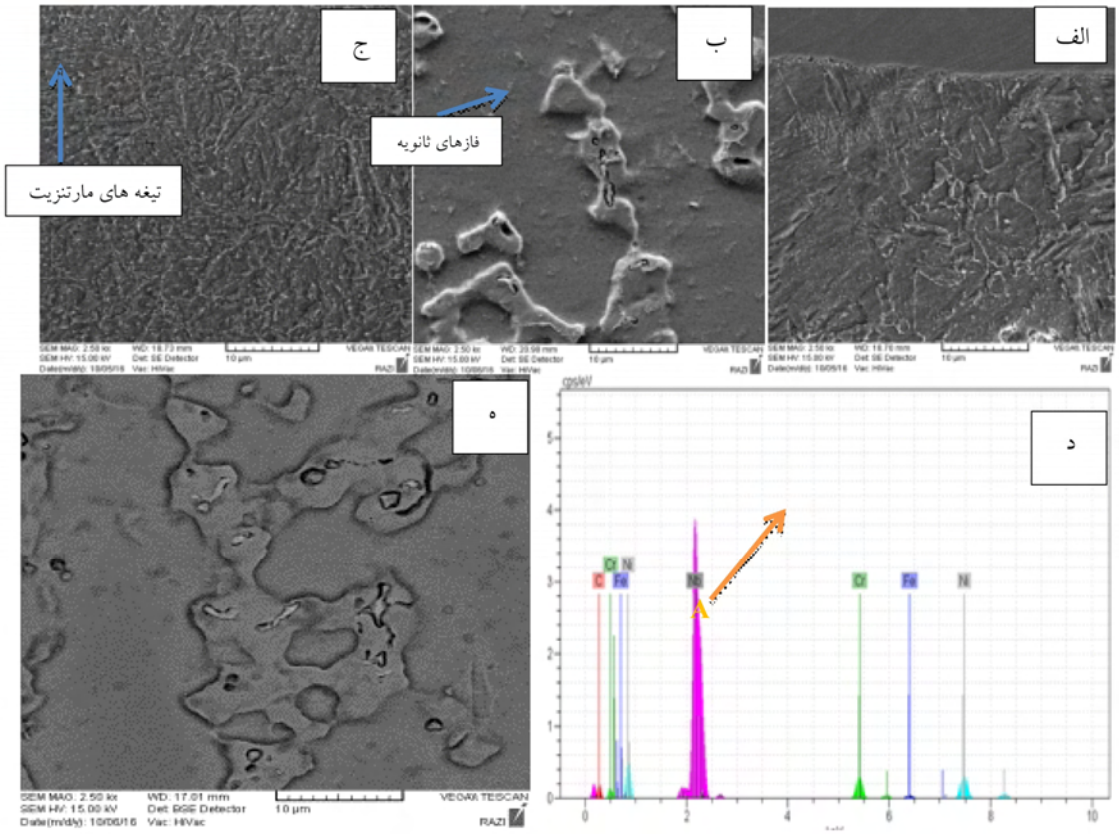
شکل 3- تصویر OM نمونه روکشکاری و عملیات حرارتی شده. الف) BM عملیات حرارتی شده در 750 درجه سانتیگراد، ب) نمونه عملیات حرارتی شده در 850 درجه سانتی گراد و ج) کاربیدهای منطقه CL عملیات حرارتی شده 850 درجه سانتی گراد

جدول 3- ترکیب شمیایی کاربید NbC تهیه شده به روش EDS بر اساس درصد اتمی و درصد وزنی

عنصر	C	Cr	Fe	Ni	Nb
درصد اتمی	۱۹/۴۹	۹/۴۷	۱/۵۰	۲۴/۰۵	۴۵/۴۹
درصد وزنی	۳/۶۳	۷/۶۳	۱/۳۰	۲۱/۸۹	۶۵/۵۵

دردماهای بالاتر از ۶۵۰ درجه سانتیگراد فازهای لاوه به طورپیوسته درزمینه حل می شوند واین امرافزایش سرعت نفوذ عناصر آلیاژی در فاز γ را در پی دارد، به طوریکه مقدار زیادی از عنصر Nb بین دندریت ها پراکنده می گردد و احتمال تشکیل فاز دلتا δ را افزایش می دهد. درشکل(۵) فازδ تشکیل شده درنمونه عملیات حرارتی شده در ۷۵۰ درجه سانتیگراد، نشان داده شده است. در روکش کاری IN625 بر AISI 4130، با انجماد CL مطابق واکنش L⇨γ در اثر جدایش عناصر Ti، Nb و C به مناطق بین دانه ای و در امتداد مرزدانه ها پس زده می شوند.به همین جهت رسوب گذاری کاربیدهای MC در این مناطق بیشتر اتفاق می‌افتد[۲۷و۲۸]. تشکیل کاربیدهای MC درزمینهγ براساس واکنشی و تکتیک مستلزم مصرف بالای C در CL می باشد. ازطرفی با توجه به وجود عناصر آلیاژی درامتداد مرز دانه ها فاز لاوه به سرعت به وسیله واکنشL⇨γ+Laves تشکیل می شود[۲۷].

بارسیدن دما به ۸۵۰ درجه سانتیگراد فاز ثانویه γ″به شکل سوزنی تغییر شکل پیدا می‌کند. مشخص گردیده که فاز γ″ درمحدوده دمایی ۶۷۸ تا ۹۳۶ درجه سانتیگراد ودر حضور

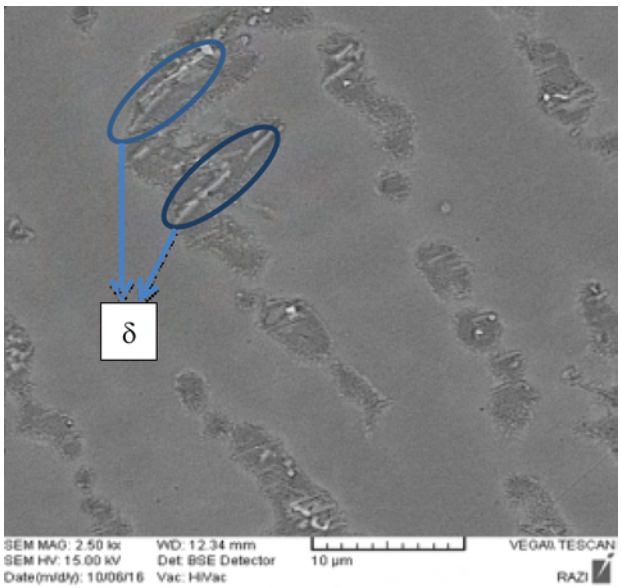


شکل 4- تصاویر SEM نمونه های عملیات حرارتی نشده. الف) BM، ب) CL، ج) فصل مشترک HAZ و CL، د) کاربید مشخص شده برای EDS و ه) آنالیز EDS کاربید مشخص شده در نقطه A

حضورمقدارکافی از عنصر Nb بیشترین احتمال تشکیل رادارد، یعنی وقتی دما به ۷۵۰ درجه سانتیگراد برسداین فازتشکیل شده و با رسیدن به دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد،فاز ناپایدارγ'' به فازپایدارسوزنی شکلδتبدیل می شود. این دوفازدارای ترکیب شیمیایی یکسان با ساختار کریستالی مختلفی هستند[۱۳و۲۹].

در بررسی توسط میکروسکپ الکترونی روبشی SEM نمونه عملیات حرارتی شده در دمای عملیات حرارتی ۶۵۰ درجه سانتیگراد کمترین میزان رشد در اندازه فازهای ثانویه را پس از نمونه عملیات حرارتی نشده داشته است. هر چه که به میزان دمای عملیات حرارتی اضافه می شود میزان فاز لاوه کاهش و بر تعداد فازهای ثانویه و پراکندگی آن در منطقه بین دندریتی اضافه می شود و در فلز پایه نیز شاهد کاهش کشیدگی فاز آلفا با افزایش دمای عملیات حرارتی هستیم.حضور همزمان عنصر نیکل و فازγ'و عناصر دیگر مانند Al و Ti باعث درشت شدن فاز γ' می گردد که بر روی استحکام و خواص مکانیکی سوپرآلیاژ اثر منفی دارد.در مقایسه با دیگر درجات عملیات حرارتی در دمای ۶۵۰ درجه سانتیگراد به مدت۲ساعت کمترین میزان این نوسانات را نشان میدهد که علت اصلی این یافته سرعت انتشار آهسته ترعناصرآلیاژی مذکور در فلز جوش می‌باشد. با افزایش دما میزان حلالیت و آلیاژسازی عناصر و نرخ نفوذ اتم های محلول در فاز گاماγ افزایش می‌یابد.همچنین با افزایش دما فاز منظم γ'' به فاز γ با دامنه نظم کمتر،تغییر شکل می دهد که می تواند باعث اعوجاج شبکه کریستالی، ایجاد استحاله نامناسب(برشی) و منطقه نقص انباشتگی گردد.از طرفی با افزایش دما هسته کریستال فازδ به صورت پیوسته در ساختار فاز گاماγ رشد کرده(در جهت فاز γ'') و در برخورد متقاطع با فاز γ'' منطقه نقص انباشتگی جدیدی ایجاد می نماید و ساختار سوزنی شکل و پایدار این فاز به طور کامل جایگزین فاز ناپایدار γ'' می گردد.

بر اساس نتایج تجربی فازهای ثانویه نیز مانند فاز های ناپایدار γ''و فازهای غیر معمول لاوه و کاربیدهای نوع MC به طورناگهانی و به سرعت در ساختار رسوب فلز جوش پدیدار می‌شوند[۱۳،۲۳و۲۹].



شکل 5 –فاز δ تشکیل شده در 750 درجه سانتیگراد

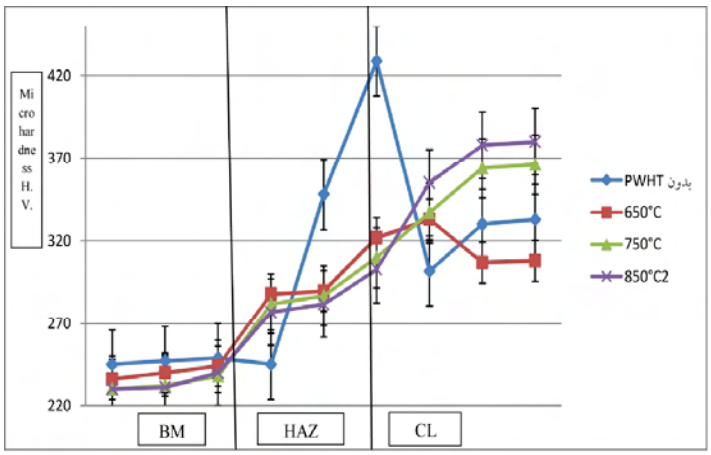
3-2- ریزسختی سنجی

طبق مقادیر عددی بدست آمده در آزمایش میکروسختی سنجی میزان کاهش سختی BM در طول PWHT در دماهای ۶۵۰ ، ۷۵۰ و ۸۵۰ درجه سانتیگراد در مقایسه با نمونه ای که عملیات حرارتی نشده بود بسیار ناچیز بوده است، این تغییرات ناچیز را می توان به استحاله ناقص مارتنزیت به صفحات پراکنده بینیت مرتبط دانست. اما به ترتیب که برمیزان دمای عملیات حرارتی افزوده گردید مقدار تغییر سختی در HAZ و فلز جوش دستخوش تغییرات بسیار زیادی شد به این ترتیب که با افزایش دما سختی منطقه HAZ کاهش یافت. افت شدید سختی در منطقه HAZ را می توان به وسیله تبدیل مارتنزیت تمپر شده به بینیت توجیه نمود. عموما سختی سنجی ساده ترین و مناسب‌ترین معیار برای سنجش کیفیت عملیات حرارتی است. نتایج سختی سنجی و نکات ذکر گردیده موید این است انجام عملیات حرارتی تاثیر بیشتری بر ریزساختار منطقه HAZ در مقایسه با BM داشته است. وجود مارتنزیت تمپر شده در HAZ احتمال تبدیل مارتنزیت به بینیت را افزایش داده است. سختی ناحیه فلز جوش با افزایش دمای PWHT افزایش یافت. پیدایش فاز δ میزان داکتیلیته IN625 را کاهش می دهد و سختی را افزایش می دهد. از طرفی نگهداری در دمای بالا بر اساس مکانیزم رشد کاربیدهای $M_{23}C_6$ افزایش سختی را در پی دارد[۲۳و۲۹].میزان این تغییرات سختی در مناطق متالورژیکی مختلف نمونه روکش کاری شده در شکل(۶) نشان داده شده است.

3-3- بررسی خوردگی تنشی سولفیدی (SSCC)

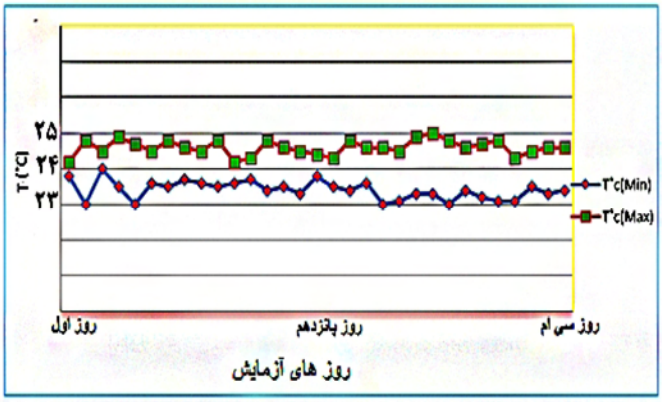
SSCC تحت تاثیر هم زمان تنش و هیدروژن جذب شده از محلولH_2S ایجاد می شود و به سختی فولاد و مقدار تنش کششی بستگی دارد.این نوع خوردگی در فولادهایی با استحکام بالا، استحکام تسلیم بیشتر از ۵۵۰MPa و با سختی بیشتر از۲۲ HRCو در منطقه متاثر از حرارت جوشHAZ اتفاق می افتد. قبل از انجام آزمایش خوردگی تنش سولفیدی لازم است تا استحکام کششی و استحکام تسلیم فلز جوش و فلز پایه طبق استاندارد ASTM E8 توسط آزمایش دقیقا تعیین گردد. تصویر آزمایش کشش اینکونل ۶۲۵ در شکل(۷) نشان داده شده است[۴و۲۴]. پس از تعیین میزان تنش لازم برای مشخص نمودن تنش اعمالی لازم به نمونه ها در طول فرآیند، آزمایش خوردگی به وسیله آزمون کشش، نمونه ها طبق استاندارد NACE MR0175/ISO 15156B و شرایط دمایی در محدوده دمایی۲۴ ±۳°C انجام می شود[۳۰].نمودار دمایی در طول انجام این آزمون در شکل(۸) مشخص شده است. در شکل(۹) مقدار اسیدیته شرایط آزمایش در طول ۷۲۰ ساعت نشان داده شده است.

در شکل(۱۰) ظاهر نمونه های SSCC قبل و بعد از آزمون غیرمخرب MT نشان داده شده است. نتایج آزمایشMT نشان داد که نمونه PWHT شده در ۸۵۰ درجه سانتیگراد دارای ترک می‌باشد. در شکل(۱۰–الف) نمونه ها قبل از انجام آزمون غیرمخرب MT و در قسمت ب شکل(۱۰) نمونه ها بعد از آزمایشMT نشان داده شده است.



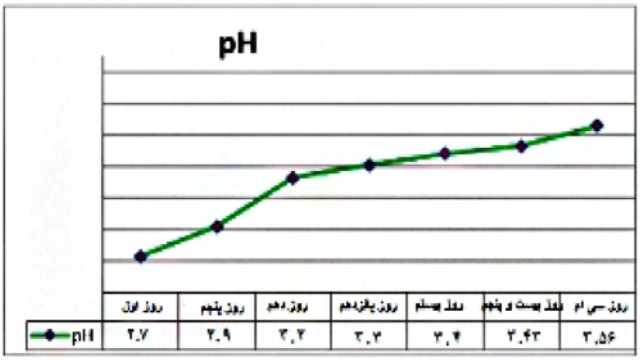
شکل 6- تغییرات میکرو سختی نمونه ها قبل و بعد از عملیات حرارتی

شکل 7- نمودار دمایی نمونه ها در طول آزمایش SSCC

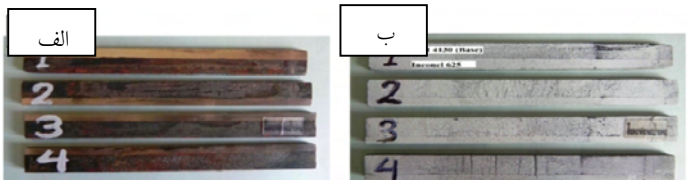


شکل8- اسیدیته آزمایش خوردگی SSCCدر طول 30 روز

تصویر SEM بدست آمده از نمونهPWHT شده در دمای ۸۵۰درجه سانتیگراد پس از آزمایش خوردگی تنشیSSCC نشان می‌دهد که ترک های به وجود آمده از نوع ترک های مرزدانه ای هستند شکل(۱۱). همچنین مشخص گردید امتداد ترک علاوه برBM به CL نیز رسیده و در امتداد فصل مشترک فلز جوش و فلز پایه گسترش یافته است.این در حالی است که در سایر نمونه های آزمایش خوردگی تنشی SSCC هیچگونه ترکی مشاهده نشد. همانطور که به نظر می رسد جوانه زنی و اشاعه ترک به ریز ساختار BM و CL که خودشان وابسته به مشخصه PWHT هستند، بستگی دارد. به طور کلی ریز ساختار فلزات به خصوص سوپرآلیاژهای پایه نیکل به پارامترهای عملیات حرارتی وابسته است[۱۱،۲۱و۲۹].فصل مشترک فازهای ثانویه و کاربیدها با زمینه نرم و آستنیتی γبه جهت بالا بودن بی نظمی و فاکتور عدم تطبیق می تواند بستری مناسب برای جوانه زنی ترک باشد که در پی اعمال تنش و در حضور گاز هیدروژن رشد کرده اند. از تصاویر SEM نمونه ها قبل و بعد از PWHTو بعد از آزمایش SSCC و همچنین نتایج خود آزمون SSCC چنین بر می آید که فاز δ ایجاد شده پس از عملیات حرارتی مقاومت کمتری در برابر جوانه زنی و رشد ترک از خود ارائه می دهد.



شکل9-آزمایش ذرات مغناطیسی بر روی نمونه ها بعد از خوردگی تنشیSSCC . الف) قبل از آزمایش MT و ب) بعد از MT. نمونه 1 بدون عملیات حرارتی، نمونه 2 عملیات حرارتی شده در 650 درجه سانتیگراد، نمونه 3 عملیات حرارتیشده در 750 درجه سانتی گراد و نمونه 4 نمونه عملیات حرارتی شده در 850 درجه سانتیگراد



شکل10- تصویر SEM ترک رشد کرده از BM به CL در نمونه عملیات حرارتی شده در 850 درجه سانتیگراد بعد از خوردگیSSCC

تشکر و قدردانی

تیم پژوهشی بر خود لازم می داند تا از شرکت معظم کاوش جوش به جهت فراهم نمودن امکانات و از زحمات بی دریغ جناب آقای مهندس یزدان شجریکه در تحلیل نتایج این تحقیق یاری رسان ما بودند، تشکر به عمل آورد.

4-نتیجه گیری

با بررسی داده های بدست آمده از تحقیق حاضر نتایج زیرحاصل می گردد:

۱- عملیات حرارتی پس از جوشکاری PWHT منجر به کاهش ناچیز سختیBM می‌گردد که این تغییرات ناچیز قابل چشم‌پوشی می باشد. با افزایش دمای PWHT سختی در منطقهHAZ به طرز چشمگیری کاهش می یابد که به دلیل از بین رفتن مارتنزیت تمپر شده در آن ناحیه می باشد. با افزایش دمای PWHT سختی منطقه CL افزایش می یابد.

۲- با افزایش دمای PWHT میزان فاز لاوه در CL کاهش و توزیع رسوبات ثانویه در بین دندریت ها افزایش می یابد. این افزایش دما نقش بسزایی در پایداری کاربیدهای NbC دارد.

۳- در دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد فاز ناپایدار γ'' به صورت برشی به فاز سوزنی شکل و پایدار δ تبدیل می گردد.

۴- با افزایش دمای PWHT تا ۸۵۰ درجه سانتیگراد پس از ۷۲۰ ساعت آزمایش SSCC ترک مرز دانه ای در BM که به منطقه CL نیز گسترش یافته است مشاهده گردید. ریزساختار تمامی مناطق متالورژیکی بر جوانه زنی و رشد ترک در آزمون SSCC تاثیر گذار است. این موضوع نشان می دهد که حضور فاز δ منجر به کاهش مقاومت در برابر خوردگی تنشی سولفیدی می گردد.

منابع

1- Abedi, S.S., Abdolmaleki, A. and Adibi, N., "Failure analysis of SCC and SRB induced cracking of a transmission oil products pipeline", *Engineering Failure Analysis*, Vol. 14(1), pp.250-261, 2007.

2- Zhang, Q., Zhang, L., Xu, C. and Xie, B., "January. Development Of Internal Anti-Corrosion Coating Technology For Sour Gas Gathering Pipelines", *CORROSION*. NACE International, 2007.

3- Wang, L., Li, H., Liu, Q., Xu, L., Lin, S. and Zheng, K., "Effect of sodium chloride on the electrochemical corrosion of Inconel 625 at high temperature and pressure" *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 703, pp.523-529, 2017.

4- Javaherdashti, R., Nwaoha, C. and Tan, H., *Corrosion and materials in the oil and gas industries*. CRC Press, 2013.

5- Liqing, H., Guobiao, L., Zidong, W., Hong, Z., Feng, L. and Long, Y., "Study on corrosion resistance of 316L stainless steel welded joint", *Rare Metal Materials and Engineering*, Vol. 39(3), pp.393-396, 2010.

6- Zhang, P., Zhu, Q., Chen, G., Qin, H. and Wang, C., "Effect of Heat Treatment Process on Microstructure and Fatigue Behavior of a Nickel-Base Superalloy", *Materials*, Vol. 8(9), pp.6179-6194, 2015.

7- Jonšta, P., Sojka, J., Matocha, K.,Konečná, K., and Jonšta, Z.,"Evaluation of duplex steel resistance to sulfide stress cracking using tensile test and four point bendingtest", *Brno, Czech Republic, EU*, Vol. 5, pp. 23 – 25, 2012.

8- Ziaei, S.M.R., Kokabi, A.H. and Nasr-Esfehani, M., "Sulfide stress corrosion cracking and hydrogen induced cracking of A216-WCC wellhead flow control valve body", *Case Studies in Engineering Failure Analysis*, Vol. 1(3), pp.223-234, 2013.

9- Liu, Z.Y., Wang, X.Z., Liu, R.K., Du, C.W. and Li, X.G., "Electrochemical and sulfide stress corrosion cracking behaviors of tubing steels in a H_2S/CO_2 annular environment", *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 23(4), pp.1279-1287, 2014.

10-Hwang, S.S., Lim, Y.S., Kim, S.W., Kim, D.J. and Kim, H.P., "Role of grain boundary carbides in cracking behavior of Ni base alloys", *Nuclear Engineering and Technology*, Vol. 45(1), pp.73-80, 2013.

11-Longlong, G., Hualin, Z., Shaohu, L., Yueqin, L., Xiaodong, X. and Chunyu, F., "Formation quality optimization and corrosion performance of inconel 625 weld overlay using hot wire pulsed TIG", *Rare Metal Materials and Engineering*, Vol. 45(9), pp.2219-2226, 2016.

12-Xu, F.J., Lv, Y.H., Xu, B.S., Liu, Y.X., Shu, F.Y. and He, P., "Effect of deposition strategy on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy fabricated by pulsed plasma arc deposition", *Materials & Design*, Vol. *45*, pp.446-455.

13-Shankar, V., Rao, K.B.S. and Mannan, S.L., 2001. Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy. *Journal of Nuclear Materials*, 288(2-3), pp.222-232.

14-DuPont, J.N., "Solidification of an alloy 625 weld overlay." *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27(11), pp.3612-3620, 1996.

15-Elango, P. and Balaguru, S., "Welding parameters for Inconel 625 overlay on carbon steel using GMAW", *Indian Journal of Science and Technology*, Vol. 8(31), 2015.

16-Hu, Y.L., Lin, X., Yu, X.B., Xu, J.J., Lei, M. and Huang, W.D., "Effect of Ti addition on cracking and

24-ASTM G39 – 99(2011), Standard Practice for PreparationandUseofBent-BeamStress-CorrosionTestSpecimens.
25-Huang, C.C., Pan, Y.C. and Chuang, T.H., "Effects of post-weld heat treatments on the residual stress and mechanical properties of electron beam welded SAE 4130 steel plates", *Journal of materials engineering and performance*, Vol. 6(1), p.61, 1997.
26-Mirak, A.R. and Nili-Ahmadabadi, M., "Effect of modified heat treatments on the microstructure and mechanical properties of a low alloy high strength steel", *Materials science and technology*, Vol. 20(7), pp.897-902, 2004.
27-Kumar, A., Shankar, V., Jayakumar, T., Rao, K.B.S. and Raj, B., 2002. Correlation of microstructure and mechanical properties with ultrasonic velocity in the Ni-based superalloy Inconel 625. *Philosophical Magazine A*, *82*(13), pp.2529-2545.
28-Kim, S., Jang, J., Kim, J., Kim, B.J., Sohn, K.Y. and Nam, D.G., "Microstructure and Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy on Low Carbon Steel by Heat Treatment after Overlay Welding", *Journal of the Korean Institute of Metals and Materials*, Vol. 54(8), pp.585-591, 2016.
29-Hasson, D.F., Zanis, C., Aprigliano, L. and Fraser, C., "Corrosion and corrosion-fatigue behavior of IN625 Weld Surfaced 3.25 Nickel Steel", *Journal of materials for energy systems*, Vol. 7(3), pp.256-264, 1985.
30-ANSI/NACE MR0175/ISO 15156, Petroleum andnatural gas industries - Materials for use in H_2S containing environments in oil and gas production, 2015.
microhardness of Inconel 625 during the laser solid forming processing", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 711, pp.267-277, 2017.
17-Ban, S.D., Shin, Y.T., Lee, S.R. and Lee, H.W., "Corrosion Resistance of Inconel 625 Overlay Welded Inside Pipes as a Function of Heat Treatment Temperature", *International Journal of Electrochemical Science*, Vol. 11(9), pp.7764-7774, 2016.
18-Xing, X., Di, X. and Wang, B., "The effect of post-weld heat treatment temperature on the microstructure of Inconel 625 deposited metal", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 593, pp.110-116, 2016.
19-Lo, I.H. and Tsai, W.T., "Effect of heat treatment on the precipitation and pitting corrosion behavior of 347 SS weld overlay", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. *355*(1-2), pp.137-143, 2003.
20-Amato, K., Hernandez, J., Murr, L.E., Martinez, E., Gaytan, S.M., Shindo, P.W. and Collins, S., "Comparison of microstructures and properties for a Ni-base superalloy (alloy 625) fabricated by electron beam melting", *Journal of Materials Science Research*, Vol. 1(2), pp. 3-10, 2012.
21-Guo, L., Zheng, H., Liu, S., Li, Y., Feng, C. and Xu, X., "Effect of Heat Treatment Temperatures on Microstructure and Corrosion Properties of Inconel 625 Weld Overlay Deposited by PTIG", *Int. J. Electrochem. Sci*, Vol. 11, pp.5507-5519, 2016.
22-Boyar, H.E., Practical Heat Treating, ASM International, Metals Park, pp. 91-121, 1984.
23-Donachie, M.J. and Donachie, S.J., Superalloys: a technical guide. ASM international, 2002.