



617 Alaşımının Kuru Hava Atmosferindeki Yüksek Sıcaklıklarda Oksidasyon Davranışları

Şevval Kaplan¹, Hakan Us²

^{1*} Nükleer Enerji Mühendisliği, Sinop Üniversitesi, Türkiye, (ORCID: 0000-0002-4420-8781), nemsevalkaplan@hotmail.com

² Nükleer Enerji Mühendisliği, Sinop Üniversitesi, Türkiye, (ORCID: 0000-0001-6516-9614), hakanus@sinop.edu.tr

(1st International Conference on Engineering and Applied Natural Sciences ICEANS 2022, May 10-13, 2022)

(DOI: 10.31590/ejosat.1113120)

ATIF/REFERENCE: Kaplan, Ş. & Us, H. (2022). 617 Alaşımının Kuru Hava Atmosferindeki Yüksek Sıcaklıklarda Oksidasyon Davranışları. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, (36), 207-213.

Öz

Çok yüksek sıcaklık reaktörleri (VHTR), elektrik ve hidrojen üretimi konusunda en önemli IV. nesil reaktörlerinden biridir. IV. Nesil reaktörleri, özellikle çok yüksek sıcaklık reaktörlerinin (VHTR) yapısında birçok farklı malzeme düşünülmektedir. Nükleer reaktör aday malzemesi 617 alaşımının yüksek sıcaklıktaki oksidasyonu farklı sıcaklıklarda incelenmiştir. Kontrollü hava ortamlarında 24 saat boyunca 800 ° C ile 1000 ° C arasındaki sıcaklıklarda (100 ° C 'lik adımlarla) izotermal olarak oksidasyon hızı üzerindeki oksidasyon/korozyon etkisinin analizini Termogravimetrik analiz (TGA) ile incelendi. Oksidasyon öncesi ve sonrası (900 ° C) sıcaklıklardaki, malzemenin yüzeyleri hakkında elementel ve kimyasal bilgisi edinmek için yüzey analiz tekniği olan X-ray Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) kullanıldı ve yüzey morfolojisini incelemek için Atomik Kuvvet Mikroskopu (AFM) kullanılmıştır. Oksidasyon davranışı, Wagner'in parabolik oksidasyon kinetik hızı yasasını ile ve Arrhenius denkleminin çözümünü yaparak ilgili verilerle bağlantılı olarak, aktivasyon enerjisi 800 ° C ile 1000 ° C için 203.91 kJ/mol bulunmuştur. TGA sonuçlarına bakıldığında, 800°C ile 1000°C arasında kütle artışı görülmüştür. XPS tablosundaki verilere göre 617 alaşımı numunesinin üzerindeki Cr₂O₃ tabakasında sıcaklıkla birlikte artış görülmüştür. AFM analizi göz önüne alındığında, sıcaklık arttıkça açıklıklar, ara boşluklar ve taneçikli yapılar sıcaklığa bağlı olarak artış göstermiştir. Şekiller, dış oksit ölçeklerinin ve sıcaklıklarla tane sınırlarının sürekli büyümesini sırayla göstermektedir. 617 alaşımının oksit morfolojisi ve yapısı, ortamlardan güçlü bir şekilde etkilenmiştir. Sıcaklık arttıkça oksidasyon derinliği artar. Gözenek, boşluk ve tane sınırlarının oluşumuna atfedilen artan oksidasyon sıcaklıkları, yüksek sıcaklıklara maruz kalmanın etkisiyle oluşmuştur.

Anahtar Kelimeler: 617 Alaşımı, VHTR, TGA, XPS, AFM, Oksidasyon

Oxidation Behaviors of Alloy 617 at High Temperatures in Dry Air Atmosphere

Abstract

A very high temperature reactors (VHTR), the most important of the generation IV reactors for producing electricity and hydrogen production. Variety materials reviewed for Generation IV reactor concept, especially very high temperature reactors (VHTR). The high temperature oxidation of the nuclear reactor candidate material 617 alloy was investigated at different temperatures. The analysis of the oxidation/corrosion effect on the oxidation rate isothermally at temperatures between 800 °C and 1000 °C (in 100 °C steps) for 24 hours in controlled air environments was investigated by Thermogravimetric analysis (TGA). X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), a surface analysis technique, was used to obtain elemental and chemical information about the surfaces of the material at pre- and post-oxidation (900 °C) temperatures and Atomic Force Microscopy (AFM) was used to examine the surface morphology. The oxidation behavior, in conjunction with Wagner's law of parabolic oxidation kinetic rate and by solving the Arrhenius equation, the activation energy was found to be 203.91 kJ/mol for 800 °C to 1000 °C. Looking at the TGA results, mass increase was observed between 800°C and 1000°C. According to the data in the XPS table, the Cr₂O₃ layer on the 617-alloy sample increased with temperature. Considering the AFM analysis, as the temperature increased, the apertures, interspaces and granular structures increased depending on the temperature. The figures show, in sequence, the continuous growth of outer oxide scales and grain boundaries with temperatures. The oxide morphology and structure of the 617 alloy were strongly influenced by the environments. As the temperature increases, the oxidation depth increases. The increased oxidation temperatures attributed to the formation of pores, voids, and grain boundaries were generated by exposure to high temperatures.

Keywords: Alloy 617, VHTR, TGA, XPS, AFM, Oxidation

1. Giriş

Çok yüksek sıcaklık reaktörleri (VHTR), elektrik ve hidrojen üretimi konusunda önemli IV. nesil reaktörlerden biridir. IV. Nesil reaktörleri, özellikle çok yüksek sıcaklık reaktörleri (VHTR) için birçok farklı malzeme düşünülmektedir. Ni-bazlı alaşımlar, yüksek sıcaklık yapısal malzemeleri için aday malzeme kabul edilmektedir (Cabet, Terlain, Lett, Guetaz, & Gentzbittel, 2006), (Structural Materials for Innovative Nuclear Systems, 2015), (Murty & Charit, 2008). Ni-bazlı alaşımların, yüksek sıcaklıklarda sürünme mukavemeti, oksidasyon direnci, mükemmel malzeme özellikleri, faz kararlılığı ve yüksek verimli sistem olmaları nedeniyle birçok yüksek sıcaklık reaktöründe kullanılırlar (Natesan, Purohit, & Tam, 2003), (Yvon & Carré, 2009), (Giggins & Pettit, 1971). Şu anda, 617 alaşımı ve diğer Ni bazlı alaşımlar, oksidasyon, karbonlama ve karbonsuzlaştırma koşulları gibi çeşitli ortamlara karşı mükemmel yüksek sıcaklık korozyon direnci nedeniyle, ara ısı eşanjörü (IHX) ve sıcak gaz kanalı (HGD) için aday malzeme olarak kabul edilmektedir (Natesan, Purohit, & Tam, 2003), (Benz, Lillo, & Wright, 2013), (Kim, Jang, & Ryu, 2009). Bu malzemelerde, koruyucu dış Cr oksit, metal ve ortam arasındaki doğrudan etkileşimi engeller (Jang, et al., 2011). Krom (Cr) ve alüminyum (Al), yüksek sıcaklıklarda süreye karşı koruma sağlamak için yüzey oksit tabakasının oluşumu için önemlidir (Kewther, Hashmi, & Yilbas, 2001), (HAYNES 617 alloy, 2022), (Sah, Kim, Lee, & Jang, 2013).

İncelenen malzeme çeşitliliği arasında, birkaç nikel bazlı alaşım, bu yüksek sıcaklık bileşen malzemesi olarak ciddi şekilde kabul görmüştür. (Natesan, Purohit, & Tam, 2003), (Giggins & Pettit, 1971), (Jang, et al., 2011). Bu alaşımların oksidasyonu, yüksek sıcaklık korozyon direncine, süper alaşımların metal kaybına, dekarbürizasyona ve iç oksidasyon yoluyla mekanik özelliklerinin bozulması üzerinde etkileri olacağından endişe vericidir (Hussain, Shadid, Khan, & Rahman, 1995), (Kim, Jang, & Ryu, 2009).

617 alaşımı, yüksek sıcaklık dayanımı ve oksidasyon direncinin olağanüstü bir kombinasyonuna sahip katı çözelti, güçlendirilmiş nikel-krom-kobalt-molibden alaşımıdır (Hussain, Shadid, Khan, & Rahman, 1995), (HAYNES 617 alloy, 2022). Bu nedenle, oksitlerin oksidasyon davranışını ve kararlılığını anlamak için, alaşımların hava (Sharma, Ko, Li, & Kang, 2008), (Sharma, Li, Ko, & Kang, 2010), (Tung & Stubbins, 2012), (Al-Hatab, Al-Bukhaiti, & Krupp, 2014), (Jang, Lee, & Kim, Oxidation behaviour of an Alloy 617 in very high-temperature air and helium environments, 2008) ve çeşitli helyum atmosferlerinde (Jang, et al., 2011), (Hussain, Shadid, Khan, & Rahman, 1995), (Jang, Lee, & Kim, Oxidation behaviour of an Alloy 617 in very high-temperature air and helium environments, 2008), (Martins, Hosier, & Hassford, 1974), (Ganesan, Smith, & Yates, 1995), (CHIN, JOHNSON, & CHEN, 1982), (Kim, Lee, JEONG, KIM, & PARK, 2011), (Kim, Jang, & Ryu, 2009) yüksek sıcaklıkta oksidasyonu üzerine birkaç çalışma yapılmıştır. Simüle edilmiş bir VHTR atmosferindeki korozyon hasarı Bates (Bates, 1984), Christ ve diğerleri (Christ, Künecke, Meyer, & Sockel, 1988), (Christ, Künecke, Meyer, & Sockel, High-Temperature Corrosion of the Nickel-Based Alloy Inconel-617 in Helium Containing Small Amounts of Impurities, 1987), Jang (Jang, Lee, & Kim, Oxidation behaviour of an Alloy 617 in very high-temperature air and helium environments, 2008) tarafından

incelenmiştir ve Cabet ve diğerleri (Cabet, Terlain, Lett, Guetaz, & Gentzbittel, 2006), (Cabet, et al., 2008), (Cabet & Rouillard, Corrosion of high temperature metallic materials in VHTR, 2009), (Cabet & Rouillard, Corrosion Issues of High Temperature Reactor Structural Metallic Materials, 2009) tarafından incelenmiştir. Kim (Kim, Jang, & Ryu, 2009), Jang (Jang, Lee, & Kim, Oxidation behaviour of an Alloy 617 in very high-temperature air and helium environments, 2008) ve Wright (Wright, 2006) tarafından yüksek sıcaklıktaki helyum ve havada kısa süreli ve uzun süreli korozyonlar üzerine araştırmalar rapor edilmiştir. Bununla birlikte, yüksek sıcaklık oksidasyonu sırasında 617 alaşımının, oksitlerin evrimi ve mikroyapısal değişiklikleri açıkça tanımlanmamıştır.

Bu çalışmanın amacı, bir nikel-krom-kobalt-molibden alaşımı olan 617 alaşımını farklı sıcaklıklara maruz bırakarak oksidasyon davranışını çeşitli analitik tekniklerle farklı incelemektir. Termogravimetrik analiz (TGA) ile sıcaklığın oksidasyon hızı üzerindeki oksidasyon/korozyon etkisini analizini, malzemenin yüzeyleri hakkında elementel ve kimyasal bilgisi edinmek için yüzey analiz tekniği olan X-ray Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) ve yüzey morfolojisini incelemek için Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanılmıştır.

2. Materyal ve Metot

2.1. Malzemeler Ve Numune Hazırlama

617 ALAŞIMI

617 alaşımı Ni bazlı alaşımdır. Tablo 1, oksidasyon çalışmaları için kullanılan 617 alaşımının özelliklerini göstermektedir.

Tablo 1.617 alaşımı özellikleri (Special Metals Corporation. Inconel Alloy 617, 2005)

Yoğunluk	Erime aralığı	Bileşim (%)
8.36 g/cm ³	1603 K-1648 K	Ni(54), Cr(22), Co(125), Mo(9), Fe(1), Ti(0.3), Mn(2), C(0.07)

Elde edilen 617 alaşımı şeritleri ilk önce yaklaşık 15 mm x 12,8 mm x 0,4 mm boyutlarında test numunelerine kesildi ve her numune oksidasyon hızı sabitinin hesaplanması için ayrı ayrı ölçüldü. Numunelerin yüzeyleri, gerçek bileşenlerin yüzey pürüzlülüğünü simüle etmek için 400 grit silisyum karbür kağıt ile zımparalanmıştır. Bundan sonra numuneler metanol ve asetilen ile temizlendi ve 100° C'de fırın tüpleri ile bir saat kurutuldu. Bu geometriyi seçmemizin sebebi, termogravimetrik analiz cihazının aparatında kullanılan numune kovasına uyacak ideal geometri olmasındandır.

2.2. Kullanılan Yöntemler

Oksidasyon oranını izotermal olarak ölçmek için TGA kullandık. Daha sonra oksit tabaka yapısını XPS ve AFM ile inceledik.

2.2.1. TGA (Termogravimetrik Analizör)

617 alaşımının oksidasyonunu incelemek için kütle değişimi ve sıcaklık verilerini gerçek zamanlı veriler ile karşılaştırdı ve bu

verileri Thermo Scientific Thermo700 termogravimetrik analizörü ile elde edildi. Kovanın hacmi 35 ml'dir. 100 g kapasiteye ve $\pm 1.0 \mu\text{g}$ hassasiyete sahiptir. Deneyde, toplam akış hızı 50 mL / dak olan ultra yüksek saflıkta araştırma sınıfı helyum ile medikal kuru hava gazı karışımları kullanılmıştır. Akış hızlarını kontrol etmek için kütle akış kontrolörleri kullanıldı. Belirlediğimiz sıcaklıktaki kütle değişimlerini TGA cihazı ile izotermal olarak ölçüldü. Toplu değişim verileri, otomatik veri toplama yazılımı kullanılarak TGA'dan bir bilgisayara aktarıldı.

617 alaşımı numuneleri ilk önce ultra yüksek saflıkta helyumda istenen oksidasyon sıcaklığına ulaşılan kadar yaklaşık 5 K / dak sabit bir hızda ısıtıldı, istenilen sıcaklıktan sonra %100 kuru hava gazı ortamına geçildi. Numuneler 24 saat boyunca 800 ° C, 900 ° C ve 1000 ° C'de oksitlenmeye maruz bırakıldı.

2.2.2. XPS (X-ray Fotoelektron Spektroskopisi)

Kullanılan cihaz Kratos Axis 165 markalı Fotoelektron spektrometresidir. 0-1100 eV enerji aralığında tarama yapıldı.

2.2.3. AFM (Atomik Kuvvet Mikroskobu)

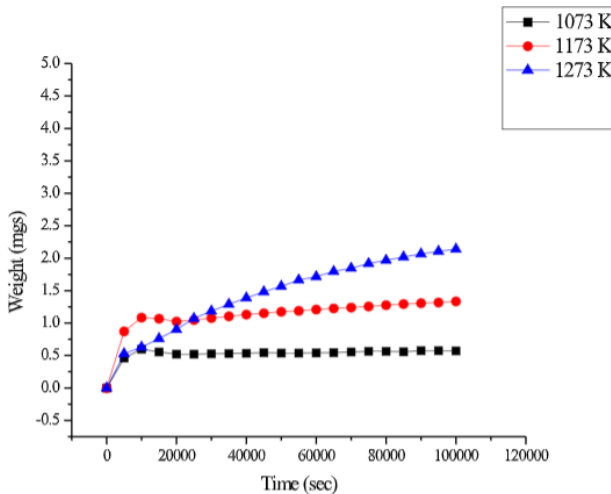
Applied NanoStructures Inc. tarafından yapılan Atomic force mikroskobu kullanıldı. AFM piezo değerleri x-y limiti yaklaşık olarak 13.5 micron ve z limit aralığı yaklaşık 3.5 micron olarak belirlendi.

3. Araştırma Sonuçları ve Tartışma

3.1. TGA'dan Oksidasyon Kinetiği Ve 617 Alaşımı İçin Oksidasyon Verileri

Numunenin ağırlık değişimleri %100 medikal kuru hava gazında 800 ° C ila 1000 ° C aralığında izotermal olarak ölçülmüştür.

Sonuçlar aşağıdaki şekildedir:



Şekil 1: 800° C ila 1000° C arasında değişen sıcaklıklarda TGA kullanılarak medikal kuru hava gazında 617 alaşımının oksidasyonu

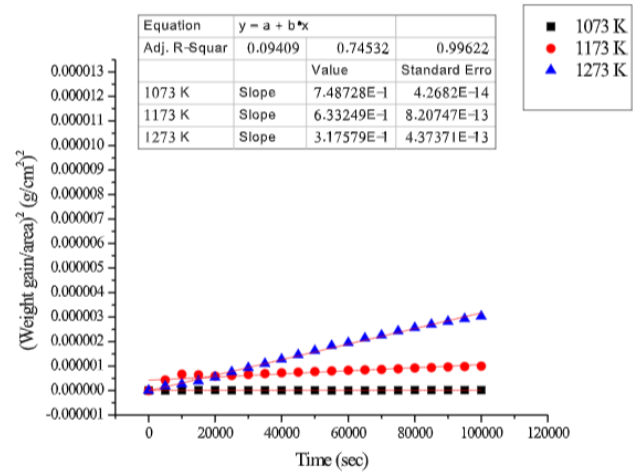
Tablo 2: 24 saatlik kuru havaya maruz bırakıldıktan sonra, belirlenen her sıcaklıkta (° C) toplam ağırlık kazancı

Sıcaklık (° C)	Ağırlık kazancı (mgs)
800	0.57
900	1.33
1000	2.14

Toplam ağırlık kazancı Tablo 2'de gösterilmektedir. Ağırlık kazancı gözlemlendi ve artan sıcaklıkla kütle kazancı arttı. İlk 20.000 saniye, ısıtma sıcaklık aralığını temsil ettiğinden dolayı değişken ağırlık kazanımları gözlenmiştir.

3.1.1. Oksidasyon Kinetiği/Hız Sabiti

617 alaşımının oksidasyon kinetiği, TGA kullanılarak kuru havada 800 °C-1000 ° C sıcaklık aralığında zamana bağlı olarak birim alan başına kütle kazancının ($\Delta m/a$) ölçülmesiyle sayısal veriler elde edildi.



Şekil 2: 617 alaşımı için oksidasyon kinetiği (birim alan başına kütle kazancı, $\Delta m/a$) ile 800°C ila 1000°C aralığındaki sıcaklıklar için oksidasyon süresi grafiği (t=0, 617 alaşımı numunesinin ayarlanmak istenen sıcaklığa ulaştığı süreyi belirtir.)

Parabolik hız sabitleri, Şekil 2'deki oksidasyon veri setleri üzerinde lineer doğru çizilerek belirlendi ve sonuçları şu şekildedir:

Tablo 3: Parabolik oksidasyon hızı sabitleri, 617 alaşımının kp değerleri

Sıcaklık (° C)	kp değeri ($\text{g}^2\text{cm}^{-4} \text{sn}^{-1}$)
800	7.487×10^{-14}
900	6.332×10^{-12}
1000	3.176×10^{-11}

3.1.2. Aktivasyon Enerjisi

Arrhenius denklemi, sıcaklığın oksidasyon gibi kimyasal tepkimelerin hızı üzerindeki etkisini açıklayan matematiksel bir denklemdir.

Oksidasyon hız sabiti olan k, Arrhenius denklemi ile tanımlanabilmektedir ve k Arrhenius denklemine göre, sıcaklığa bağlı olarak bulunur.

Aktivasyon enerjisi, oksidasyon davranışını tanımlamaya yardımcı olur. Aktivasyon enerjileri, elde edilen oksidasyon veri grafiğinin analizinden elde edilir.

Aktivasyon enerjisinin değerini bulmak için aşağıdaki Arrhenius denklemi kullanılır:

Denklem 1:

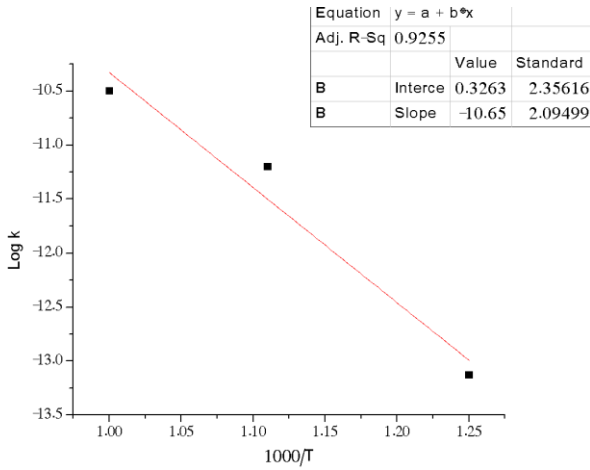
$$k=A \exp (-Q/RT)$$

Denklemde, k oksidasyon hız sabiti, A frekans faktörü, Q aktivasyon enerjisi, R gaz sabiti (8.31 J/mol K) ve T (Kelvin cinsinden) sıcaklıktır.

Denklemin logaritması alınır,

Denklem 2:

$$\text{Log } k=\text{Log } A-\left(Q / 2.3030 R\right)\left(1 / T\right)$$



Şekil

3: 617 alaşımı için aktivasyon enerjisi

Şekil 3'teki grafiğin eğimi alındığında elde edilen sonuç -10.65 çıktı ve bu değeri de kullanarak 617 alaşımının bir parabolik oksidasyon hızı için oksidasyon kaplama reaksiyonu Q'nun aktivasyon enerjisi 203.91 kJ/mol bulundu.

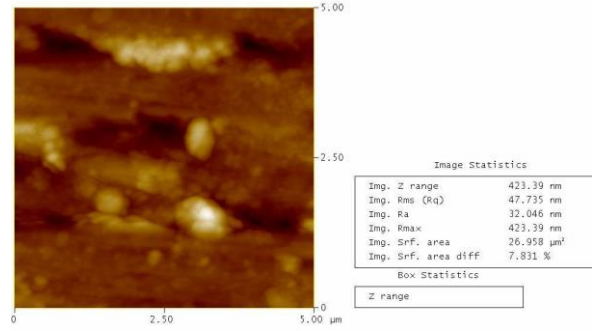
3.2. AFM İncelemesi

Bu analiz yöntemi ile 617 alaşımının birçok yüzey özelliklerinin elde edildi (yüzey morfoloji pürüzlülüğü, atomik seviyede yüzey kuvvetleri gibi). AFM yöntemini, farklı sıcaklıklarda 617 alaşımı yüzeyinde meydana gelen oksidasyon sonrasında, yüzeyde oluşan oksitlenmeler sonucu, yüzeyin özelliklerini incelemek amacıyla kullanıldı.

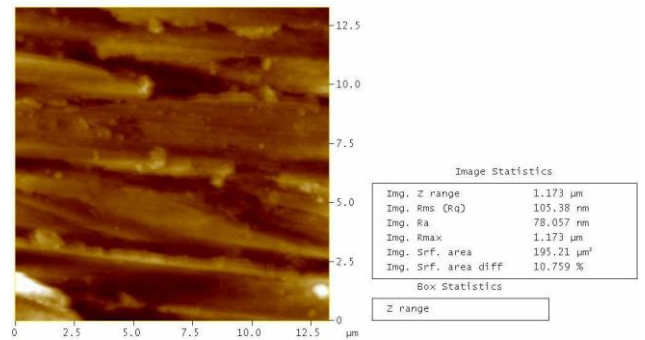
Şekil 4 ve 5 ile farklı çözünürlüklerde AFM görüntüleri incelendi, aynı tip bölgeden alınan bir çift yüksek büyütme AFM görüntüleridir. Filmin daha derin kısmındaki büyük bireysel taneler, daha sık olarak daha küçük parçacıkların birleşimidir. Ayrıca, daha düşük çözünürlükte basitçe görünmez olan, yaklaşık 10 nm veya daha küçük bir boyuta kadar mevcut bireysel parçacıklar da vardır. Oksidin dış kısmı, daha yüksek büyütmede bu tür alt bölümler göstermez (şekil 5).

Hem derin hem de dış oksit bölgelerinde filmin bir bölümünden diğerine yavaş değişen ortalama tane boyutunun var

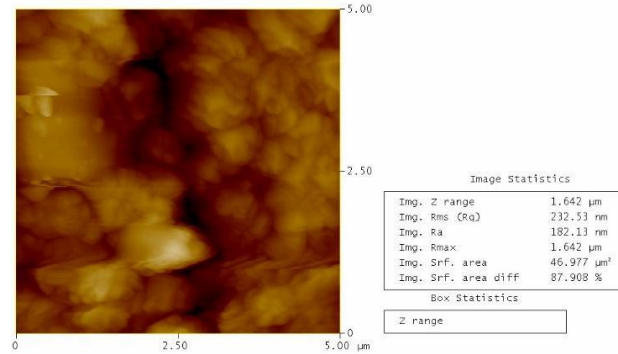
olduğunu görülmektedir. Şekil 6 ve şekilde 7'de gösterilen görüntüler "tipik" olmakla birlikte, ortalama tane boyutunun 2 veya 3 kat daha büyük veya daha küçük olabileceği başka bölgeler de mevcuttur.



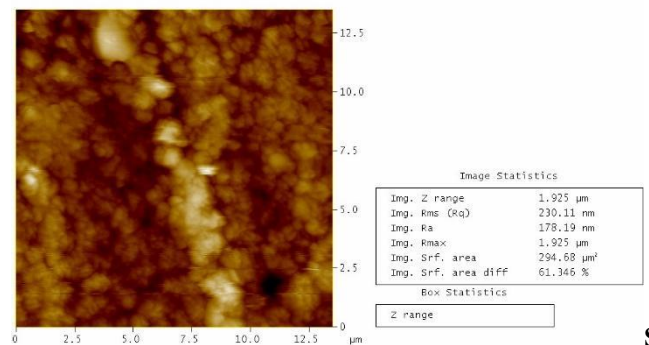
Şekil 4: 617 alaşımının oksidasyon öncesi AFM yüzey görüntüsü (5µm)



Şekil 5. 617 alaşımının oksidasyon öncesi AFM yüzey Görüntüsü (12.5µm)



Şekil 6: 617 alaşımının oksidasyon sonrası (900 C) AFM yüzey Görüntüsü (5µm)



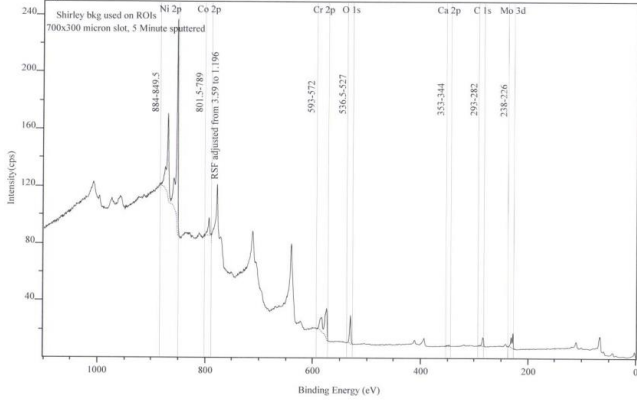
Şekil

7: 617 alaşımının oksidasyon sonrası (900 C) AFM yüzey Görüntüsü (12.5µm)

3.3. XPS İncelemesi

AFM, nesne hakkında kristalografik bilgi vermez. Bu nedenle, yüksek büyütme AFM görüntülerinde görülenlerin

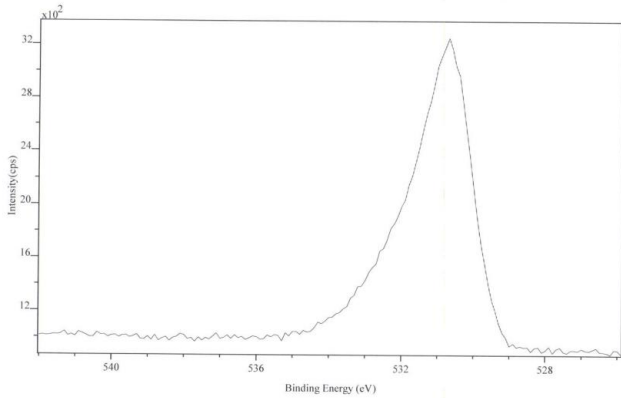
bireysel taneler olduğu sonucu sorgulanabilir. Bu nedenle XPS görüntüleri incelenecektir ve yüzey üzerinde elemental map bilgileri Şekil 8 ve 11, tablo 4 ve 5'te değerler verilmiştir. Şekil 9, 617 alaşımının oksidasyon öncesi XPS Oksijen elementi ve şekil 12, belirli bir sıcaklığa tabi tutulduktan sonraki oksidasyon sonrası değeri göstermektedir. Şekil 10, 617 alaşımının oksidasyon öncesi XPS krom elementinin ve şekil 13, belirli bir sıcaklığa tabi tutulduktan sonraki krom değerinin oksidasyon sonrası değerini göstermektedir.



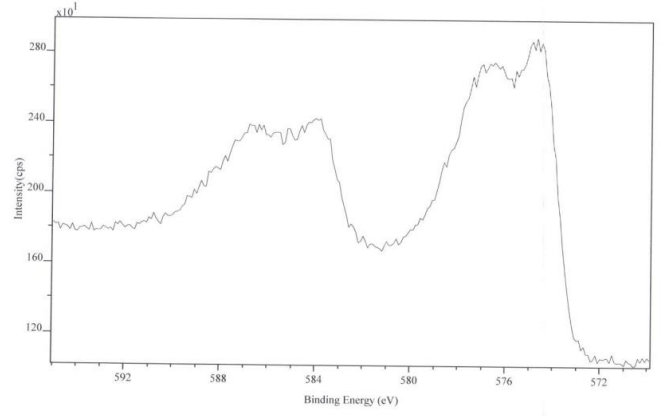
Şekil 8: 617 alaşımının oksidasyon öncesi XPS Analiz İncelemesi

Tablo 4: 617 alaşımının oksidasyon öncesi XPS Analiz(elementel) İncelemesi

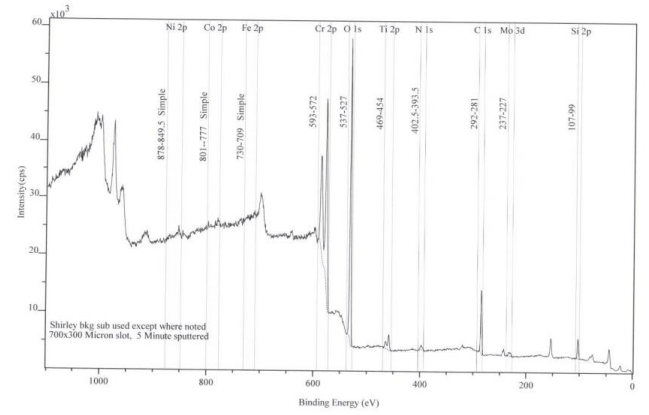
Pik	Tip	Pozisyon BE(eV)	FWHM(eV)	Raw Area(cps eV)	RSF	Atomik Kütle	Atomik konsantrasyon %	Kütle konsantrasyonu %
Ni 2p	Standart	853.000	2.090	737690.4	4.044	58.702	40.70	54.77
Co 2p	Standart	794.000	2.731	44225.3	1.196	58.933	8.18	11.05
Cr 2p	Standart	575.000	4.407	155940.2	2.427	51.996	14.18	16.90
O 1s	Standart	531.000	2.482	54804.9	0.780	15.999	15.71	5.76
Ca 2p	Standart	347.500	2.279	3190.7	1.833	40.078	0.41	0.38
C 1s	Standart	285.000	3.124	20727.0	0.278	12.011	18.02	4.96
Mo 3d	Standart	228.500	1.737	37896.3	3.321	95.922	2.81	6.17



Şekil 9: 617 alaşımının oksidasyon öncesi XPS Oksijen elementi incelemesi



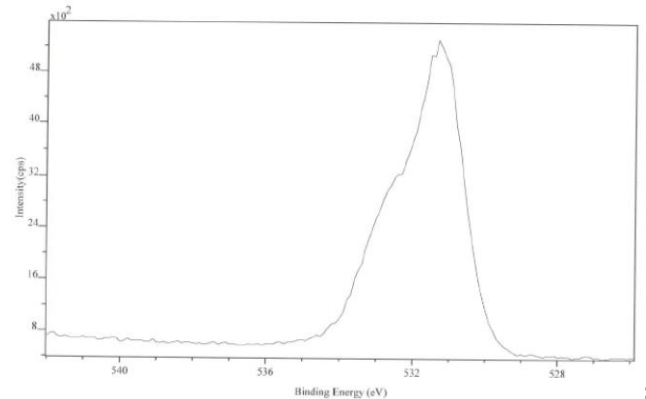
Şekil 10: 617 alaşımının oksidasyon öncesi XPS Krom elementi incelemesi



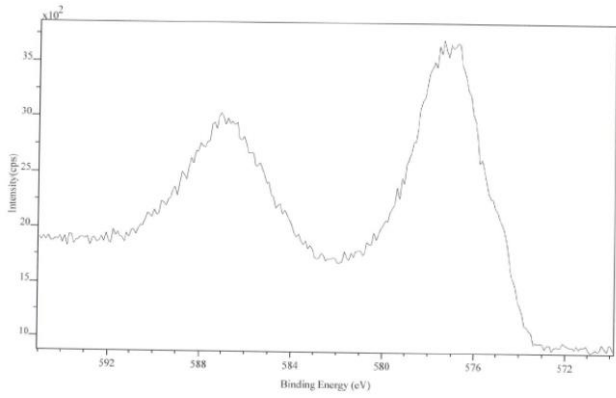
Şekil 11: 617 alaşımının oksidasyon sonrası XPS analiz İncelemesi

Tablo 5: 617 alaşımının oksidasyon sonrası XPS Analiz(elemental) İncelemesi

Pik	Tip	Pozisyon BE(eV)	FWHM(eV)	Raw Area (cps eV)	RSF	Atomik Kütle	Atomik konsantrasyon %	Kütle konsantrasyonu %
Ni 2p	Standart	854.500	1.253	7315.0	4.044	58.702	0.41	0.98
Co 2p	Standart	781.500	2.101	6973.6	3.590	58.933	0.44	1.05
Fe 2p	Standart	712.000	1.739	6635.9	2.957	55.846	0.51	1.15
Cr 2p	Standart	577.500	3.923	226527.3	2.427	51.996	21.10	44.41
O 1s	Standart	531.500	2.515	141607.4	0.780	15.999	41.60	26.94
Ti 2p	Standart	459.000	2.900	13717.3	2.001	47.878	1.60	3.11
N 1s	Standart	398.000	3.713	3263.1	0.477	14.007	1.63	0.93
C 1s	Standart	285.500	2.307	28501.9	0.278	12.011	25.40	12.35
Mo 3d	Standart	232.000	5.821	3767.8	3.321	95.922	0.29	1.11
Si 2p	Standart	103.000	2.328	8644.9	0.328	28.086	7.02	7.96



Şekil 12: 617 alaşımının oksidasyon sonrası XPS Oksijen elementi incelemesi



Şekil

13: 617 alaşımının oksidasyon sonrası XPS Krom elementi incelemesi

TGA sonuçlarına bakıldığında, 0-10.000 saniye (10000 sn= 2,78 saat) aralığında tüm sıcaklıklarda bir ağırlık artışı görülmüştür.

TGA da ilk başlarda hızlı ağırlık artışının sebebi, fırının sıcaklığını sabitleyene kadarki sürede fırının ısısının ani artışından kaynaklanmaktadır, bu göz ardı edilebilir. Ancak fırın sıcaklığı 800°C-900°C-1000°C değerlerinde 24 saatlik gözlemlenen ve tespit edilen verilerde orantısal bir ağırlık artışı olduğu gözlemlenmiş ve bunun en büyük sebebi de Cr2O3 tabakasında ve dış katmanda oksitlenme filminin olmasından kaynaklanmaktadır.

AFM verilerinde görüldüğü üzere, farklı piksel incelemelerinde bazı bölgelerde beyaz atma ile oksit tabakaları gözlemlenmektedir ve farklı yakınlaştırma modlarında bu değerler daha belirgin olarak gözlemleniyor, AFM ile ilgili diğer veri bilgileri de şekillerin yanında verilmiştir.

XPS'den elde ettiğimiz verilerde, farklı noktalarda kütle konsantrasyonlarında şekilde gösterilmektedir. Bu verilere ait bilgiler tablolar halinde verilmiştir. XPS için oksitlenmeden önceki ve sonraki verileri farklı tablolar halinde verileri incelenerek oksitlenmenin tabaka üzerinde elementel kütle değişimleri irdelenmiştir.

4. Sonuç

TGA sonuçlarında Şekil 2'deki grafikten elde edilen kp değerleri 800,900 ve 1000 için sırasıyla 7.487×10^{-14} , 6.332×10^{-12} ve 3.176×10^{-11} olarak bulunmuştur.

617 alaşımı için, oksidasyon davranışı parabolik oksidasyon hızı yasasına göre belirlenmiştir.

Arrhenius denkleminin çözümünü yaparak ilgili verilerle bağlantılı olarak, aktivasyon enerjisi 203.91 kJ/mol bulunmuştur.

TGA sonuçlarına bakıldığında, 800°C ile 1000°C arasında kütle artışı görülmüştür.

XPS tablosundaki verilere göre 617 alaşımı numunesinin üzerindeki Cr₂O₃ tabakasında sıcaklıkla birlikte artış görülmüştür.

AFM analizi göz önüne alındığında, sıcaklık arttıkça açıklıklar, ara boşluklar ve tanecikli yapılar sıcaklığa bağlı olarak artış göstermiştir.

Kaynakça

- Al-Hatab, K. A., Al-Bukhaiti, M., & Krupp, U. (2014). Cyclic oxidation kinetics and oxide scale morphologies developed on alloy 617. *Applied Surface Science*, 275-279.
- Bates, H. G. (1984). The Corrosion Behavior of High-Temperature Alloys During Exposure for Times up to 10 000 h in Prototype Nuclear Process Helium at 700 to 900°C. *Nuclear Technology*, 66(2), 415- 428.
- Benz, J., Lillo, T., & Wright, R. (2013). *Aging of Alloy 617 at 650 and 750 °*. Idaho Falls, Idaho: Idaho National Laboratory.
- Cabet, C., & Rouillard, F. (2009). Corrosion Issues of High Temperature Reactor Structural Metallic Materials. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, 131, 062902-1-062902-6.
- Cabet, C., & Rouillard, F. (2009). Corrosion of high temperature metallic materials in VHTR. *Journal of Nuclear Materials*, 392(2), 235-242.
- Cabet, C., Chapovaloff, J., Rauillard, F., Girardin, G., Kaczorowski, D., Wolski, K., & Pijolat, M. (2008). High temperature reactivity of two chromium-containing alloys in impure helium. *Journal of Nuclear Materials*, 375(2), 173-178.
- Cabet, C., Terlain, A., Lett, P., Guetaz, L., & Gentzittel, J. M. (2006). High temperature corrosion of structural materials under gas-cooled reactor helium. *Materials and Corrosion*, 57(2), 147-153.
- CHIN, J., JOHNSON, W. R., & CHEN, K. (1982). *Compatibility of aluminate-coated Hastelloy X and Inconel 617 in a simulated gas-cooled reactor environment*. General Atomic Company.
- Christ, H. J., Künecke, U., Meyer, K., & Sockel, H. G. (1987). High-Temperature Corrosion of the Nickel-Based Alloy Inconel-617 in Helium Containing Small Amounts of Impurities. *Mater. Sci. Eng.*, 87, 161-168.
- Christ, H. J., Künecke, U., Meyer, K., & Sockel, H. G. (1988). Mechanisms of High-Temperature Corrosion in Helium Containing Small Amounts of Impurities. II. Corrosion of the Nickel-Base Alloy Inconel-617. *Oxid. Met.*, 30, 27-51.
- Ganesan, P., Smith, G. D., & Yates, D. H. (1995). Performance of Inconel Alloy 617 in Actual and Simulated Gas Turbine Environments. *Materials and manufacturing Processes*, 10, 925-938.
- Giggins, C. S., & Pettit, F. (1971). Oxidation of Ni-Cr-Al Alloys Between 1000° and 1200°C. *Journal of The Electrochemical Society*, 118, 1782.
- HAYNES 617 alloy. (2022, 5 5). Haynes International: https://www.haynesintl.com/docs/default-source/pdfs/new-alloy-brochures/high-temperature-alloys/brochures/617-brochure.pdf?sfvrsn=a27229d4_26 adresinden alındı
- Hussain, N., Shadid, K. A., Khan, I. H., & Rahman, S. (1995). Oxidation of high-temperature alloys (superalloys) at elevated temperatures in air. II. *Oxidation of Metals*, 43(3/4), 363.
- Jang, C., Kim, D., Kim, D., Sah, I., Ryu, W., & Yoo, Y. (2011). Oxidation behaviors of wrought nickel-based superalloys in various high temperature environments. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, 1524-1531.
- Jang, C., Lee, D., & Kim, D. (2008). Oxidation behaviour of an Alloy 617 in very high-temperature air and helium environments. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 85(6), 368- 377.

- Kewther, A., Hashmi, M., & Yilbas, B. (2001). Corrosion properties of inconel 617 alloy after heat treatment at elevated temperature. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 108-113.
- Kim, D., Jang, C., & Ryu, W. S. (2009). Oxidation Characteristics and Oxide Layer Evolution of Alloy 617 and haynes 230 at 900 C and 1100 C. *Oxid Met*, 71, 271-293.
- Kim, D.-J., Lee, G.-G., JEONG, S., KIM, W., & PARK, J. (2011). Investigation on Material Degradation of Alloy 617 in High Temperature Impure Helium Coolant. *Nuclear Engineering and Technology*, 429-436.
- Martins, W. L., Hosier, J. C., & Hassford, T. H. (1974). Microstructure and phase stability of Inconel alloy 617. *Metallurgical Transaction*, 5, 2579.
- Murty, K., & Charit, I. (2008). Structural materials for Gen-IV nuclear reactors: Challenges and opportunities. *Journal of Nuclear Materials*, 189-195.
- Natesan, K., Purohit, A., & Tam, S. W. (2003). *Materials Behavior in HTGR Environments (NUREG/CR-6824, ANL-02/37)*. Washington, DC: Office of Nuclear Regulatory Research, U.S. Nuclear Regulatory Commission.
- Sah, I., Kim, D., Lee, H., & Jang, C. (2013). Development and oxidation resistance evaluation of Al-rich surface layer on Alloy 617. *Surface and Coatings Technology*, 400-404.
- Sharma, S., Ko, G., Li, F., & Kang, K. (2008). Oxidation and creep failure of alloy 617 foils at high temperature. *Journal of Nuclear Materials*, 144-152.
- Sharma, S., Li, F., Ko, G., & Kang, K. (2010). Strengthening effect of Cr₂O₃ thermally grown on alloy 617 foils at high temperature. *Journal of Nuclear Materials*, 165-170.
- Special Metals Corporation. Inconel Alloy 617. (2005). Technical Bulletin.
- (2015). *Structural Materials for Innovative Nuclear Systems*. Idaho Falls: Idaho National Laboratory.
- Tung, H.-M., & Stubbins, J. (2012). Incipient oxidation kinetics of alloy 617 and residual stress of the oxide scale formed in air at temperatures between 850 and 1000°C. *Journal of Nuclear Materials*, 23-28.
- Wright, R. N. (2006). *Summary of Studies of Aging and Environmental Effects on Inconel 617 and Haynes 230*. Idaho Falls, Idaho: Idaho National Laboratory.
- Yvon, P., & Carré, F. (2009). Structural materials challenges for advanced reactor systems. *Journal of Nuclear Materials*, 385, 217-222.