



Ferdowsi University of
Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

<https://jmme.um.ac.ir>



Iron & Steel
Society of Iran

Investigation of Strain Induced Precipitation of γ' Phase of AD730 Ni base Superalloy Using Stress Relaxation Technique

Research Article

Zahra Mirzaie¹, Gholamreza Ebrahimi² , Hamid Reza Ezatpour³

DOI: [10.22067/jmme.2025.92945.1203](https://doi.org/10.22067/jmme.2025.92945.1203)

1- Introduction

Precipitation in Ni based superalloys can be changed by the strain induced by deformation at elevated temperatures for different duration times while affected the mechanical properties of the final product. So, the investigation of the effect of deformation on the precipitation kinetics of γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$) phase and microstructure evolutions such as DRV and DRX by the stress relaxation tests can be vital. The aim of this project is to examine the effect of deformation on the precipitation of the γ' phase at temperatures below the γ' dissolution temperature (1079 °C) in the new nickel-based superalloy AD730 based on slope variation of the stress relaxation curves, drawing the precipitation-time-temperature (PTT) diagrams and microstructure evolutions.

2- Experimental Procedure

For the stress relaxation tests, the cylindrical specimens were machined of as cast AD730 billet. Then, the specimens were subjected to homogenization heat treatment (1200 °C/100 min) and quenched rapidly in water. To investigate the effect of strain on the γ' precipitation kinetics, the relaxation tests were performed at 950 °C, 975 °C, 1000 °C, 1025 °C and 1050 °C, strain rate of 0.1 s^{-1} , strain of 0.05 for different time durations (up to 2 h).

3- Results and discussion

Fig. 1(a) shows the stress-relaxation curves of AD730 alloy after in the temperature range of 950-1050 °C. The results show that the applied stress decreases with the increase of the relaxation time (stress relaxation) as a result of work softening. Also, PTT diagram (Fig. 1(b)) shows a typical C shape which indicates the precipitation kinetics in AD730 alloy is controlled by the diffusion of the precipitation elements such as Al, Ti and Cr. In the PTT diagram, the shortest start time of precipitation is related

to 1000 °C. At temperatures lower than 1000 °C, the low diffusion of the elements and at temperatures higher than that, lower supersaturation result in lower nucleation rate of the precipitates.

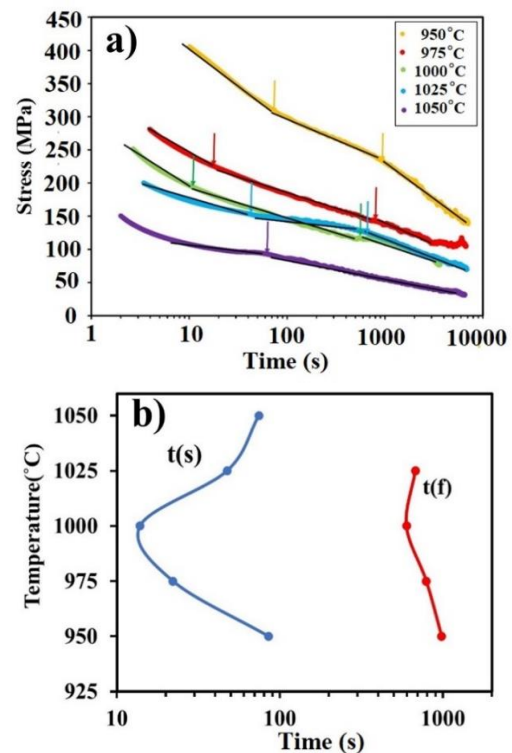


Fig. 1. (a) The stress relaxation curve and (b) PTT diagram in the start (blue curve) and the end (red curve) of the slope variation at 950-1050 °C.

SEM images of the deformed samples at 950 °C in the start and final times of PTT diagram indicate the formation of the fine precipitates when solute elements such as Ti and

*Manuscript received 2025 April 8, Revised 2025 May 11, Accepted 2025 July 22.

¹ PhD graduate, Department of Materials and Polymers Engineering, Faculty of Engineering, Hakim Sabzevari University, Sabzevar, Iran.

² Corresponding author. Professor, Department of Materials and Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran, Email: r.ebrahimi@um.ac.ir

³ Associate Professor, Department of Materials Engineering, Vali-e-Asr University of Rafsanjan, Rafsanjan, Iran.

Al lead to nucleation of the γ' precipitation. At 950 °C, with increasing time duration at a constant strain, the average size of γ' precipitates has increased. In other words, at times of 90 s and 990 s, the size of precipitates has increased from 18 nm to 35 nm from the start to the end of the process. Coarsening of precipitates occurs by two mechanisms of agglomeration and competitive growth.

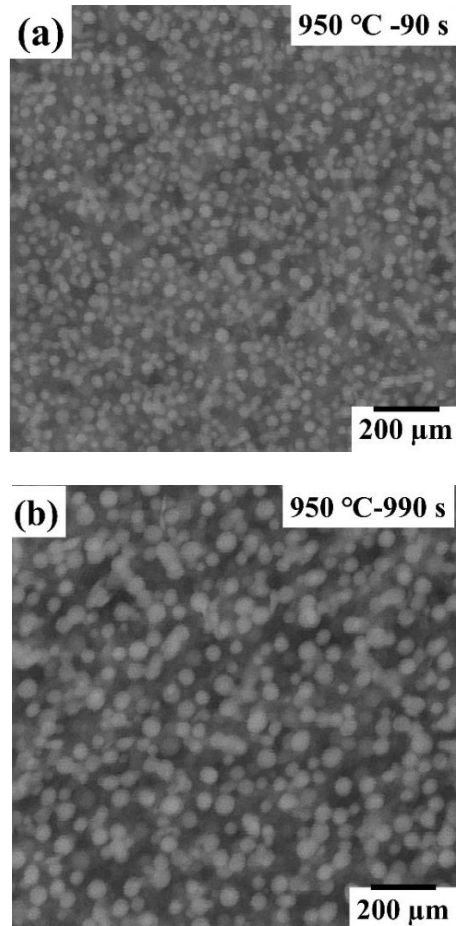


Fig. 2. SEM images of the deformed samples at 950 °C in the times of (a) start and (b) end of the slope variation of PTT diagram.

4-Conclusions

In the present study, the precipitation behavior of the γ' phase of AD730 alloy under the influence of a constant strain of 0.05 and in the temperature range of 950-1050 °C was investigated. The following important results were obtained:

- 1) The stress relaxation curves showed the applied stress decreases with the increase of the relaxation time (stress relaxation) as a result of work softening.
- 2) In the PTT diagram, the shortest start time of precipitation was indicated at 1000 °C. At temperatures lower than 1000 °C, the low diffusion of the precipitation elements and at temperatures higher than that, lower supersaturation resulted in lower nucleation rate of the precipitates.
- 3) The microstructural results showed by increasing the test temperature and/or time duration, the size of γ' precipitates was increased by two mechanisms of agglomeration and competitive growth.



بررسی رسوب گذاری ناشی از کرنش فاز γ' در سوپرآلیاژ AD730 با استفاده از آزمایش رهایی تنش*

مقاله پژوهشی

زهرا میرزایی^(۱) غلامرضا ابراهیمی^(۲) حمیدرضا عزت پور^(۳)

DOI: 10.22067/jmme.2025.92945.1203

چکیده در پژوهش حاضر، تأثیر تغییر شکل بر رسوب گذاری فاز گاماپرایم γ' در سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی AD730 با اندازه دانه اولیه درشت (بزرگ تر از یک میلی متر)، در محدوده دمایی $950 - 1050^\circ\text{C}$ و نرخ کرنش 0.1 s^{-1} با استفاده از آزمایش رهایی تنش، بررسی شد. نتایج نشان داد زمانی که رسوب گذاری γ' اتفاق می افتد، تغییر شیب در منحنی های رهایی تنش (منحنی های تنش - زمان) رخ می دهد و رهایی تنش به تأخیر می افتد. منحنی رسوب گذاری - زمان - دما (PTT) نشان داد که با افزایش دمای آزمون رهایی تنش از 950°C به 1000°C ، زمان شروع رسوب گذاری کاهش می یابد و سپس از دمای 1000°C تا دمای 1050°C افزایش می یابد که نشان دهنده تأثیر دما بر سینتیک رسوب گذاری γ' است. بررسی های ریزساختاری نشان داده است که با افزایش دمای آزمون و افزایش مدت زمان اعمال کرنش ثابت، اندازه رسوبات γ' با دو مکانیزم آگلومره شدن و رشد رقابتی، افزایش می یابد. با گذشت زمان و رسیدن به نقطه پایانی تغییر شیب، این رسوبات دیگر نقشی در استحکام بخشی ندارند و شیب منحنی رهایی تنش مجدداً تغییر می کند و میزان کار نرمی افزایش می یابد.

واژه های کلیدی سوپرآلیاژ پایه نیکل AD730، رسوب گذاری دینامیکی، آزمون رهایی تنش، رسوب گاماپرایم γ' .

Investigation of Strain Induced Precipitation of γ' Phase of AD730 Ni base Superalloy Using Stress Relaxation Technique

Zahra Mirzaie Gholamreza Ebrahimi Hamid Reza Ezatpour

Abstract In the present study, the effect of deformation on the precipitation of the γ' -phase in the as cast nickel-based superalloy of AD730 with a coarse initial size is investigated in the temperature range of $950-1050^\circ\text{C}$ and strain rate of 0.1 s^{-1} , using the stress relaxation technique. It is indicated that γ' precipitation leads to a slope change in the stress relaxation curves as a result of retardation of the stress relaxation in AD730. The precipitation-time-temperature (PTT) diagram shows that with increasing the test temperature from 950°C to 1000°C , the start time of precipitation decreases and then increases until the temperature of 1050°C , which confirms the effect of temperature on the precipitation kinetics of γ' phase. Microstructural studies illustrate that by increasing test temperature and duration time at constant strain, the size of γ' precipitates increases with two mechanisms of agglomeration and competitive growth. The slope change at the end of the relaxation curves indicates that these precipitations play no role in strengthening as a result of the increase of softening work.

Keywords AD730 Ni base superalloy, Dynamic precipitation, Stress relaxation test, γ' precipitation.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۴/۱/۱۹ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۴/۴/۳۱ می باشد.

(۱) دکتری مهندسی مواد، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه حکیم سبزواری، سبزوار.

(۲) نویسنده مسئول، استاد، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد.

(۳) دانشیار، گروه مهندسی علم مواد، دانشگاه ولی عصر (عج) رفسنجان، رفسنجان.

مقدمه

سوپرآلیاژ پایه نیکل AD730 به دلیل داشتن مقاومت به خوردگی و اکسیداسیون و استحکام تسلیم بالا، به عنوان ماده اولیه تولید دیسک در موتورهای جت مورد استفاده قرار می‌گیرد [1-6]. این آلیاژ معمولاً در شرایط فورج شده استفاده می‌شود و خواص مکانیکی عالی آن از طریق رسوبات کوهرنت و منظم γ' با ساختار $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ حاصل می‌شود [7]. در سوپرآلیاژهای پایه نیکل رسوبات γ' از محلول جامد فوق اشباع γ تحت شرایط سرد کردن مناسب حاصل می‌شود. دوکس و همکاران [4,8,9] نشان داده‌اند که با اعمال عملیات حرارتی مناسب، می‌توان فاز رسوبی γ' با کسر حجمی حدود ۳۷٪ در دمای 700°C در ریزساختار ایجاد شود.

مطالعاتی روی رسوب‌گذاری فاز γ' تحت شرایط عملیات حرارتی مختلف و نرخ‌های سرمایش مختلف در سوپرآلیاژ AD730 انجام شده است و مشخصات و سینتیک رسوبات γ' تعیین شده است [3,4,10-12]. با این وجود، تغییر شکل نیز می‌تواند بر رسوب‌گذاری این فاز با کاهش زمان نهفتگی برای جوانه‌زنی تأثیر بگذارد که منجر به شکل‌گیری رسوب‌گذاری ناشی از کرنش یا رسوب‌گذاری دینامیکی شود. از آنجایی که ساختار تغییر شکل می‌دهد یا به بیان دیگر ساختاری که در آن کرنش ذخیره شده وجود دارد، می‌تواند بر نحوه رسوب‌گذاری فاز γ' مؤثر باشد، برخی از محققان از آزمایش‌های تنش برای این منظور استفاده کرده‌اند. آزمایش‌های تنش اولین بار توسط Liu و Jonas برای آشکارسازی رسوبات $\text{Ti}(\text{CN})$ در آستنیت مورد استفاده قرار گرفته است [13]. بدائس [14] نشان داد که آزمون‌های تنش می‌تواند رفتارهای خزشی را به خوبی در سوپرآلیاژهای Waspaloy و IN738LC پیش‌بینی کند. همچنین آزمون‌های تنش به خوبی و در زمان‌های کوتاه‌تری می‌تواند خواص خزشی را شناسایی کند [15,16]. کالوو و همکارانش [17] نشان دادند که اعمال کرنش در محدوده حرارتی 950°C - 850°C در سوپرآلیاژ IN 718 سبب تسریع فرایند رسوب‌گذاری می‌شود. میرزایی و همکاران [18] رفتار رسوب‌گذاری γ' تحت تأثیر کرنش را در سوپرآلیاژ Nimonic80A با استفاده از آزمون‌های تنش در محدوده دمایی 900°C - 1000°C بررسی کردند و نشان دادند که دمای انحلال فاز رسوبی γ' تابع دما و میزان کرنش

اعمالی است، به گونه‌ای که در دمای 1000°C و در کرنش ثابت ۰/۰۵ هیچ گونه رسوب‌گذاری مشاهده نشد و با افزایش میزان کرنش تا ۰/۲، رسوب‌گذاری ابتدا رخ داد و مجدداً با افزایش زمان، رسوبات در زمینه حل شدند.

مناجاتی و همکاران [19,20] در سوپرآلیاژ U720 نشان دادند که حین تغییر شکل گرم در دماهای پایین‌تر از دمای انحلال فاز رسوبی γ' (1155°C)، رسوبات γ' مانع از تبلور مجدد دینامیکی می‌شوند. آن‌ها همچنین در بررسی فرایند رسوب‌گذاری متأثر از کرنش در این محدوده دمایی، با استفاده از آزمایش‌های تنش نشان دادند که منحنی‌های رهایی تنش در محدوده شروع و پایان رسوب‌گذاری به صورت مسطح هستند و با افزایش زمان نگهداری و در پایان رسوب‌گذاری، مجدداً افت تنش ادامه می‌یابد که همراه با درشت شدن و به هم پیوستن رسوبات γ' در ریزساختار است. وی و همکاران [21] فرایند رسوب‌گذاری فاز دلتا را تحت تأثیر کرنش در سوپرآلیاژ IN 718 در محدوده دمایی 850°C تا 950°C و با استفاده از تغییر شیب در منحنی‌های رهایی تنش بررسی کردند و نشان دادند که تغییر شکل سبب افزایش سرعت جوانه‌زنی و کاهش انرژی بحرانی جوانه‌زنی این فاز می‌شود و بر رسوب‌گذاری فازهای ثانویه تأثیرگذار است. همچنین در بررسی فرایند رسوب‌گذاری آلیاژ AD730 در شرایط ترمومکانیکال و استاتیک گزارش شده است که با اعمال کرنش ۰/۲ ضریب سرعت رشد رسوب‌ها ۱/۴۶ برابر شرایط استاتیک در دمای 750°C است. آن‌ها دلیل سرعت رشد بیشتر را افزایش انرژی فصل مشترک رسوب و زمینه و افزایش ضریب نفوذ عناصر سازنده γ' عنوان کردند [22].

بنابراین می‌توان نتیجه گرفت تغییر شکل سوپر آلیاژهای پایه نیکل در محدوده دمایی رسوب‌گذاری، بر تحولات ریزساختاری و سینتیک رسوب‌گذاری فاز γ' تأثیرگذار است و تأثیر رسوبات بر رفتار کارگرم و فرایندهای ترمیم (مانند بازیابی و تبلور مجدد دینامیکی) از اهمیت زیادی برخوردار است. با توجه به اینکه سوپرآلیاژ AD730، سوپرآلیاژ پایه نیکل جدیدی است و در شرایط فورج شده به کار برده می‌شود، مطالعه‌ای روی رسوب‌گذاری فاز γ' حین تغییر شکل گرم، حداقل در مقالات منتشر شده وجود ندارد. بنابراین هدف از پژوهش حاضر بررسی تأثیر تغییر شکل بر رسوب‌گذاری فاز γ' در دماهای زیر دمای انحلال γ' در سوپرآلیاژ پایه نیکل AD730 است.

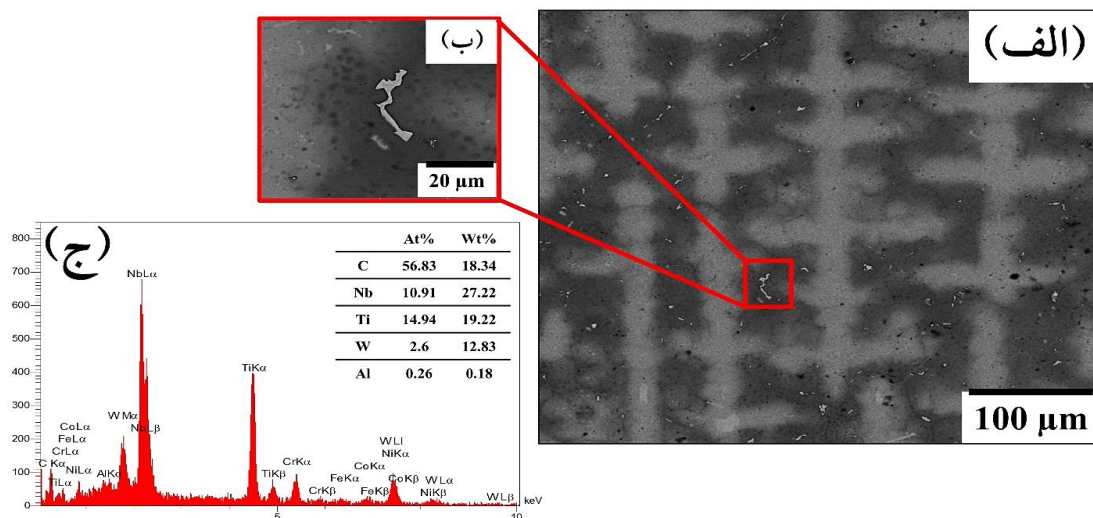
مواد و روش تحقیق

ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ ریختگی مورد پژوهش با استفاده از روش کوانتومتری بر حسب درصد وزنی در جدول (۱) نشان داده شده است. ریزساختار قطعه ریخته‌گری شده، دندریتی است و ریزساختار دندریتی، حاصل انجماد غیرتعادلی است (شکل ۱). تعدادی رسوبات سفید رنگ با مورفولوژی بی‌شکل در بازوهای دندریتی مشاهده شد. نتایج آنالیز EDS بر روی یکی از این رسوبات نشان می‌دهد که رسوبات کاربیدی هستند و غنی از تیتانیوم و نیوبوم و تنگستن می‌باشند (شکل ۱ - ج). چهارده نمونه استوانه‌ای با ارتفاع ۱۲ mm و قطر ۸ mm از قطعه ریختگی ماشین‌کاری شد. به منظور حذف ساختار دندریتی و انحلال رسوبات γ' ، نمونه‌های سوپرآلیاژ مورد پژوهش تحت

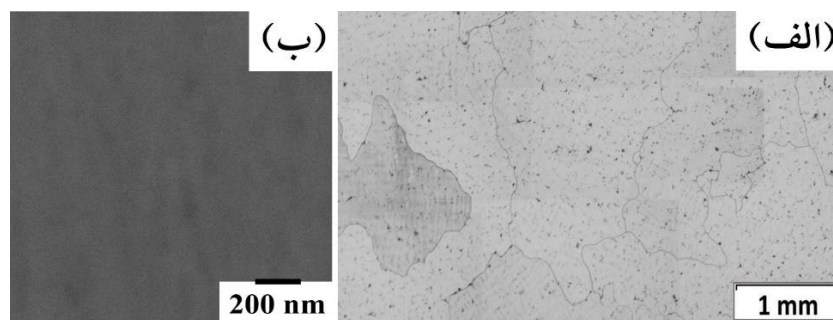
عملیات حرارتی انحلال در کوره الکتریکی تحت گاز محافظ آرگون در دمای 1200°C و به مدت ۱۰۰ دقیقه قرار گرفتند و سپس به سرعت در آب کوئنچ شدند. تصاویر ریزساختاری از نمونه‌های ریختگی - همگن شده در بزرگ‌نمایی‌های مختلف در شکل (۲) نشان شدند. اندازه دانه نمونه‌های آلیاژ ریختگی - همگن شده، خیلی بزرگ (بیشتر از یک میلی‌متر) است که توسط روش رهگیری خطی اندازه‌گیری شده است و هسته دندریت‌ها در اثر پدیده نفوذ بلند دامنه حذف شده است. تصاویر ریزساختاری در بزرگ‌نمایی‌های بالا، نشان می‌دهند که رسوبات γ' در زمینه حل شده‌اند. این نمونه به عنوان نمونه اولیه قبل از آزمون رهایی تنش در نظر گرفته شد.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی سوپرآلیاژ پایه نیکل AD730 بر حسب درصد وزنی

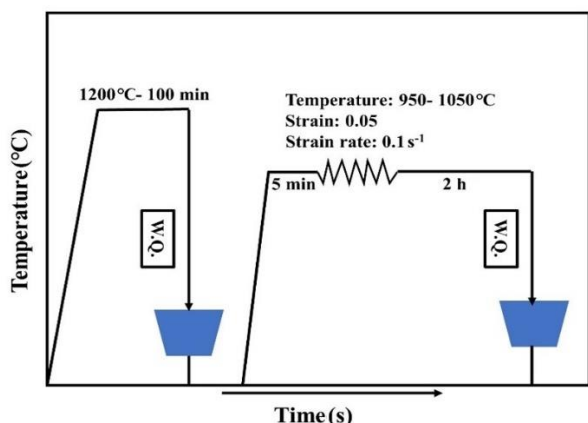
Ni	Al	Ti	W	Nb	Mo	Cr	Co	Fe	C	B
Bal.	2	2.7	2.8	0.98	3	14.5	9.8	4.8	0.0043	0.008



شکل ۱ (الف، ب) ریزساختار اولیه از آلیاژ ریختگی AD730 ریختگی، (ج) آنالیز EDS از رسوب مشخص شده در شکل ب



شکل ۲ (الف و ب) ریزساختار نمونه‌های ریختگی - همگن شده در دمای 1200°C و مدت زمان ۱۰۰ دقیقه در بزرگ‌نمایی‌های مختلف



شکل ۳ طرح کلی آزمون‌های تنش در پژوهش حاضر

نتایج و بحث

شکل (۴) منحنی‌های رهایی تنش سوپرآلیاژ AD730 را پس از اعمال کرنش ناچیز 0.05 در نرخ کرنش 0.1 s^{-1} و در محدوده دمایی $950 - 1050^\circ\text{C}$ نشان می‌دهد و کرنش مذکور برای مدت زمان ۲ ساعت روی نمونه‌ها ثابت نگه داشته شد. در واقع منحنی-های رهایی تنش، چگونگی تغییرات تنش را نسبت به زمان در دماهای مختلف نشان می‌دهند. نتایج نشان می‌دهند که تنش اعمال شده در نقطه انتهایی کرنش، ثابت نمی‌ماند و شروع به کاهش می‌کند و همراه با کار نرمی است که این افت تنش، به رهایی تنش معروف است [19,24]. بعد از اعمال کرنش ثابت اولیه و نگهداری نمونه در دمای ثابت، با گذشت زمان چگالی نابه‌جایی‌ها کاهش می‌یابد و این امر سبب کار نرمی یا افت سطح تنش می‌گردد. همچنین مشاهده شده است که با افزایش دمای آزمون، سطح تنش در منحنی‌های تنش - لگاریتم زمان کاهش می‌یابد. ونگ و همکاران [25] نیز گزارش کردند که رفتار رهایی تنش در آلیاژ FGH96 به صورت قابل ملاحظه‌ای تحت تأثیر دما است. همچنین مشاهده می‌شود با افزایش زمان، شیب منحنی‌های رهایی تنش تغییر می‌کند. با استفاده از پیکان‌هایی، ابتدا و انتهای این تغییر شیب‌ها در منحنی‌های رهایی تنش مشخص شده است. بیشترین نرخ رهایی تنش (تغییر شیب در منحنی رهایی تنش) در دمای 950°C است که علت آن را می‌توان به سرعت نفوذ پایین عناصر محلول در زمینه در دماهای پایین‌تر نسبت داد. همچنین با افزایش دمای آزمون‌های رهایی تنش، محدوده تغییر شیب در منحنی‌های رهایی تنش کمتر قابل تشخیص شده است، به گونه‌ای که در دمای 1050°C نقطه انتهایی تغییر شیب نامشخص

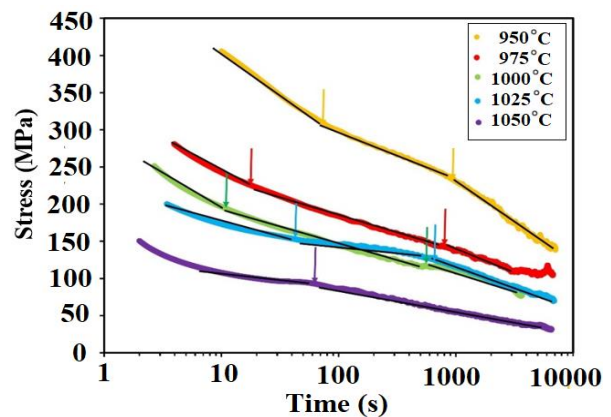
به منظور بررسی تأثیر کرنش بر رسوب‌گذاری فاز γ' ، مقدار محدودی کرنش (کرنش 0.05)، در نرخ کرنش ثابت 0.1 s^{-1} و در دماهای 950°C ، 975°C ، 1000°C و 1025°C و 1050°C بر نمونه‌های اولیه ریختگی - همگن شده اعمال و سپس برای مدت زمان‌های مختلف (حداکثر زمان نگهداری ۲ ساعت) این کرنش بر روی نمونه، ثابت نگه داشته شده است (شکل ۳). لازم به ذکر است که دماهای انتخاب شده برای آزمون‌های رهایی تنش زیر دمای انحلال فاز γ' در سوپرآلیاژ مورد پژوهش است. دمای انحلال فاز γ' در سوپرآلیاژ AD730 ریختگی، در پژوهش دیگری از نویسندگان این مقاله [23]، با استفاده از آنالیز حرارتی اختلافی (DTA)، 1079°C تعیین شده است.

به منظور تغییر شکل هم‌دما و از بین بردن شیب حرارتی، هر نمونه در دمای آزمون به مدت ۵ دقیقه پیش‌گرم شد و سپس تغییر شکل فشاری با استفاده از دستگاه Zwick/Roell Z250 روی نمونه‌ها اعمال گردید. پس از اعمال فشار و نگهداری در کرنش ثابت و دمای مشخص، نمونه‌ها بلافاصله در آب کوئچ شدند تا ریزساختار ایجاد شده در دماهای بالا حفظ شود. به منظور بررسی ریزساختار نمونه‌های تغییر شکل یافته از آزمون‌های رهایی تنش، هر یک از نمونه‌ها در راستای محور تنش، به دو نیم برش داده شدند. بررسی‌های میکروسکوپ نوری با استفاده از محلول ماربل با ترکیب $50 \text{ ml HCl} + 50 \text{ ml H}_2\text{O} + 10 \text{ gr CuSO}_4$ و بررسی‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی با استفاده از اچ الکترولیتی و محلول $170 \text{ ml H}_3\text{PO}_4 + 10 \text{ ml H}_2\text{SO}_4 + 1.6 \text{ gr CrO}_3$ انجام شد. در اچ الکترولیتی، یک نوار فولاد زنگ نزن به عنوان الکترود کاتد (قطب منفی) و نمونه به عنوان الکترود آند در نظر گرفته شده است. ویژگی این محلول این است که زمینه را مورد حمله قرار می‌دهد و رسوبات را به خوبی نمایان می‌سازد. مشاهدات ریزساختاری با استفاده از میکروسکوپ نوری Olympus مدل GX51 و میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM) مدل Tescan MIRA3 انجام شده است و از نرم‌افزار ImageJ برای اندازه‌گیری‌های کمی از تصاویر ریزساختاری استفاده شد.

است.

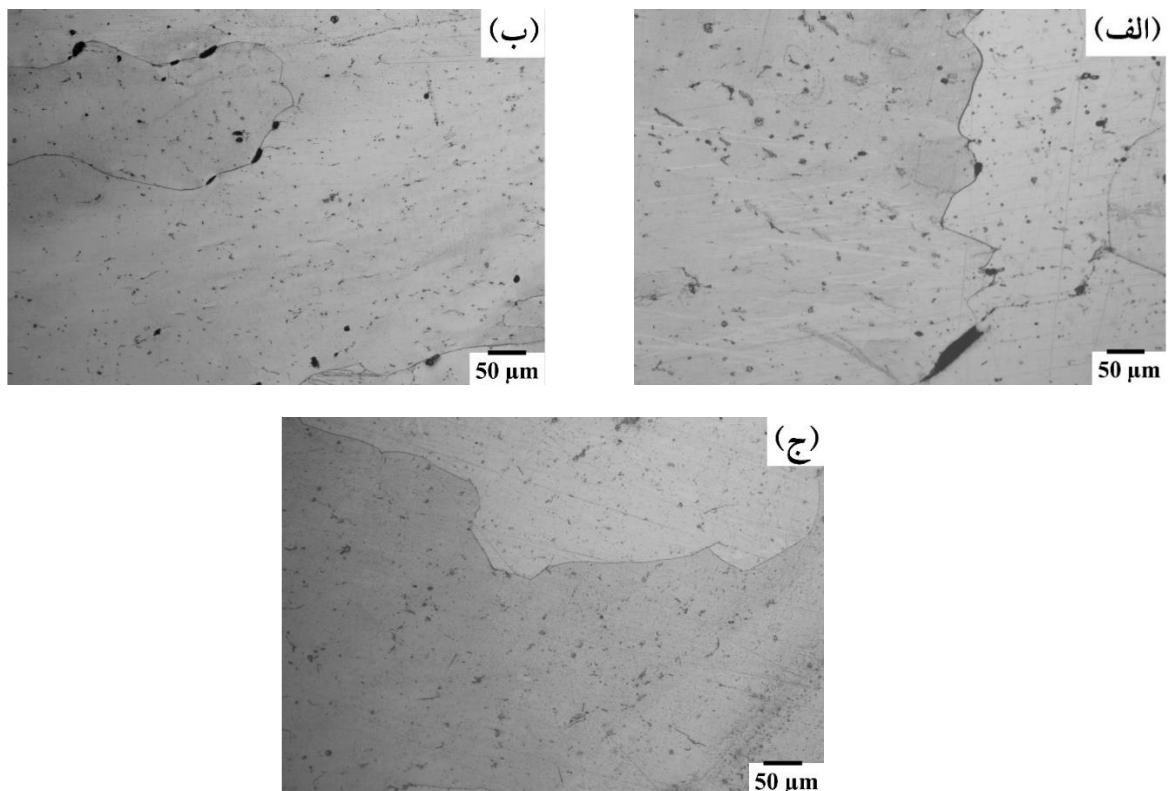
نمونه‌های آزمون رهایی تنش در دماهای ۹۵۰ °C و ۱۰۰۰ °C و ۱۰۵۰ °C بعد از ۲ ساعت نگهداری در کرنش ۰/۰۵ را نشان می‌دهند. تصاویر حاکی از آن است که در این محدوده دمایی دانه‌های ریز حاصل از تبلور مجدد تشکیل نشده و ریزساختار فاقد هر گونه کار نرمی حاصل از پدیده تبلور مجدد است و از آنجایی که کرنش اعمالی کمتر از کرنش بحرانی برای شروع تبلور مجدد بوده، تبلور مجدد در حین آزمون رهایی تنش رخ نداده است.

زمان‌های شروع و پایان تغییر شیب از روی منحنی‌های رهایی تنش (شکل ۴) تعیین شده است و به صورت دیاگرام رسوب‌گذاری - زمان - دما (PTT) در شکل (۶) نشان داده شده است که شکل C گونه کلاسیک دارد. به منظور بررسی تغییرات ریزساختاری در طی فرایند رهایی تنش و علت تغییر شیب در منحنی‌های رهایی تنش، تعدادی از نمونه‌ها با شرایط یکسان آزمون‌های اصلی ولی با زمان‌های رهایی تنش کوتاه‌تر (کمتر از ۲ ساعت) تهیه شدند. زمان‌های انتخاب شده، تقریباً مساوی با زمان‌های شروع و پایان در دیاگرام PTT است.



شکل ۴ منحنی‌های رهایی تنش با اعمال کرنش ۰/۰۵ در دماهای مختلف

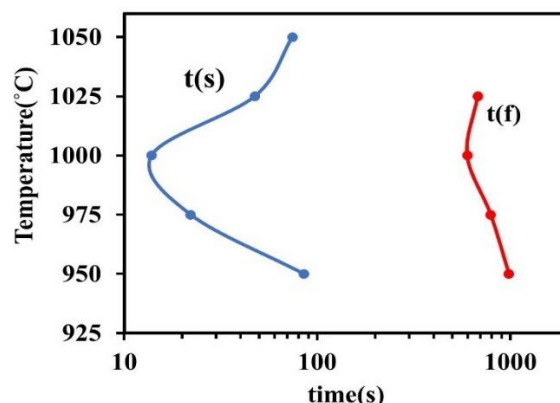
این تغییر شیب در منحنی‌های رهایی تنش، می‌تواند ناشی از پدیده‌هایی مثل رسوب‌گذاری یا فرایندهای ترمیم (بازیابی و تبلور مجدد) باشد که فرایند رهایی تنش یا همان کار نرمی را به تأخیر می‌اندازد [26]. شکل (۵) تصاویر میکروسکوپ نوری از



شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ نوری از نمونه‌های آزمون رهایی تنش بعد از ۲ ساعت نگهداری در کرنش ۰/۰۵ در دماهای (الف) ۹۵۰ °C، (ب) ۱۰۰۰ °C و (ج) ۱۰۵۰ °C

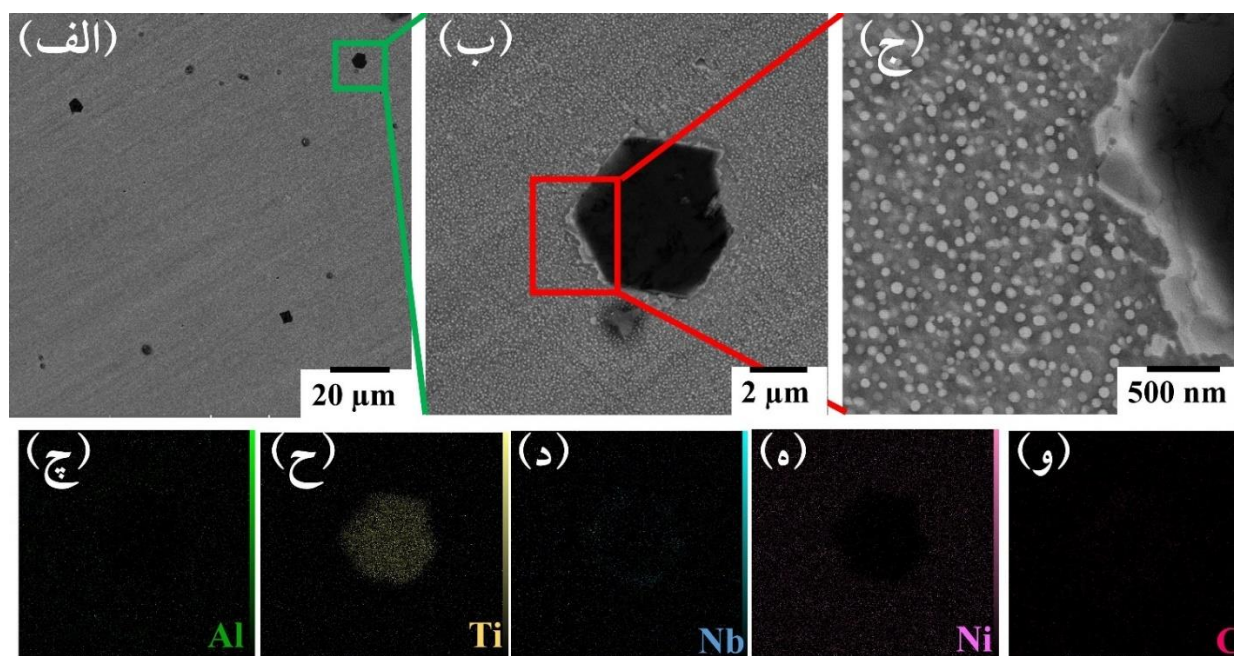
درشت سپاه‌رنگ (شکل ۷ - چ تا و) مشخص شد که این رسوبات، رسوباتی کاربیدی غنی از تیتانیوم و نیوبیوم هستند. اندازه این رسوبات درشت کاربیدی بیشتر از $3 \mu\text{m}$ و کسر حجمی آن در زمینه γ حدود ۵٪ - ۴٪ است. با توجه به حضور عناصر تیتانیوم و نیوبیوم در فاز کاربیدی، این فاز بایستی از نوع MC باشد [10]. نقش این فاز روی استحکام مرزدانه و بهبود داکتیلیتی در سوپرآلیاژها غیر قابل صرف نظر است [27].

بنابراین می‌توان ادعا کرد که علت تغییر شیب و تأخیر در رهایی تنش، رسوب‌گذاری فاز γ' می‌باشد. با قرار گرفتن در محدوده رسوب‌گذاری فاز γ' ، عناصر محلول در زمینه که تشکیل دهنده فاز رسوبی γ' می‌باشند، مانند آلومینیوم و تیتانیوم، شروع به جوانه‌زنی رسوبات γ' می‌کنند. شکل‌گیری رسوبات ریز γ' باعث افزایش استحکام می‌شوند که به اندرکنش رسوبات با حرکت ناب‌جایی‌ها مرتبط است. افزایش استحکام، همراه با کاهش شیب (کاهش نرخ رهایی تنش) در منحنی‌های رهایی تنش و کاهش کار نرمی است. رسوبات γ' پس از مدتی مشخص از رشد و در نقطه پایانی تغییر شیب، قابلیت استحکام‌بخشی آن‌ها کاهش و در نتیجه نرخ رهایی تنش افزایش می‌یابد.



شکل ۶: دیاگرام رسوب‌گذاری - زمان - دما (PTT) بر اساس منحنی‌های رهایی تنش در آلیاژ AD730 (منحنی آبی رنگ): شروع تغییر شیب، (منحنی قرمز رنگ): پایان تغییر شیب

در شکل (۷) تصاویر SEM در بزرگ‌نمایی‌های مختلف از نمونه رهایی تنش در دمای 1000°C و مدت زمان نگهداری ۶۰۰ ثانیه که تقریباً برابر با نقطه پایان تغییر شیب در منحنی PTT است، نشان داده شده است. ریزساختار شامل زمینه γ ، رسوبات γ' و رسوباتی سپاه‌رنگ است. مشاهده می‌شود که حین آزمایش رهایی تنش، رسوبات ریز γ' در زمینه γ تشکیل شده است. با استفاده از آنالیز نقشه پراکندگی روی یکی از رسوبات

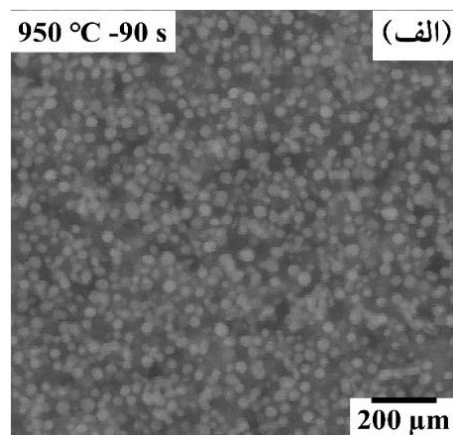
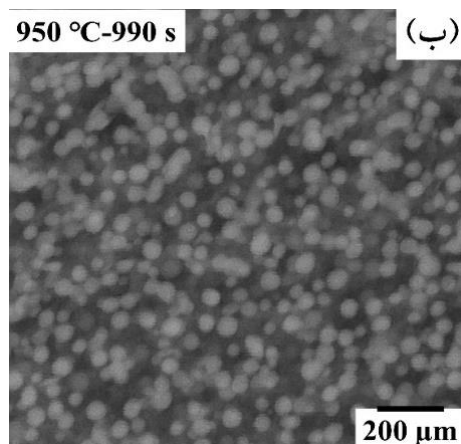


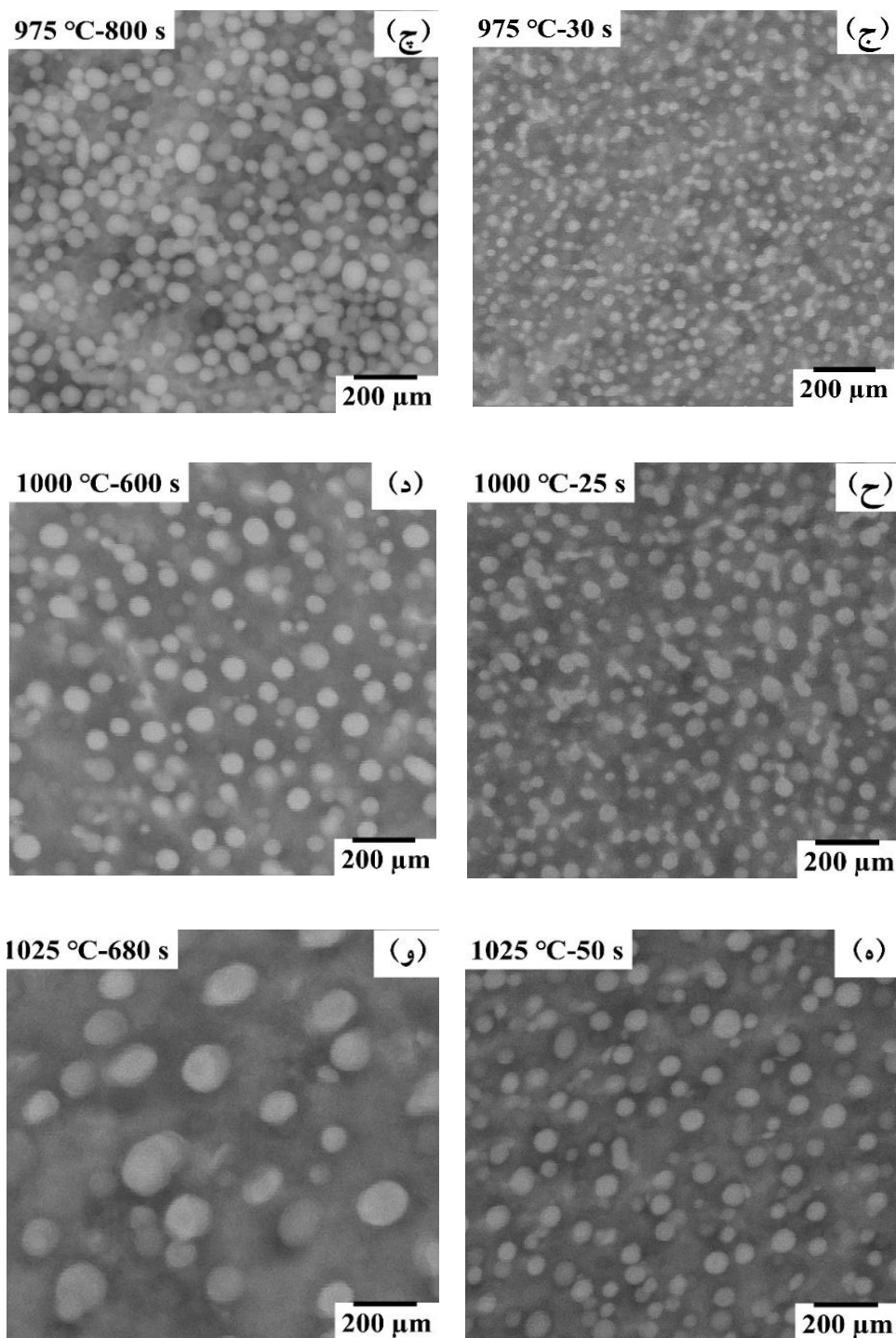
شکل ۷: (الف، ب، ج) ریزساختار SEM در بزرگ‌نمایی‌های مختلف، (چ تا و) EDS X-ray maps از رسوب شکل (ب) از نمونه آزمون رهایی تنش در دمای 1000°C و مدت زمان ۶۰۰ ثانیه

می‌شود در یک دمای مشخص، با افزایش زمان نگهداری نمونه‌ها تحت کرنش ثابت، اندازه متوسط رسوبات γ' افزایش یافته است. برای مثال نتایج آزمون رهایی تنش در دمای 950°C در زمان ۹۰ و ۹۹۰ s نشان می‌دهند که اندازه رسوبات از ابتدا تا انتهای رسوب‌گذاری از ۱۸ nm به ۳۵ nm افزایش یافته است (شکل ۸). در نقطه انتهایی رسوب‌گذاری و تغییر شیب ثانویه در منحنی رهایی تنش، رسوبات شروع به درشت شدن کرده‌اند. درشت شدن رسوبات فرایندی است که نیروی محرکه آن کاهش انرژی سطحی است. درشت شدن رسوبات با دو مکانیزم مصرف رسوبات کوچک‌تر در شرایط مناسب نفوذ در زمینه و دیگری به هم پیوستن رسوبات و تشکیل رسوبات بزرگ‌تر، رخ داده است [10]. به عبارتی درشت شدن به ترتیب، با دو مکانیزم آگلومره شدن و رشد رقابتی اتفاق افتاده است. در مکانیزم آگلومره شدن، ذرات رسوبی با اتصال به یکدیگر و تبدیل شدن به یک رسوب بزرگ‌تر، انرژی سیستم را کاهش می‌دهند. در مکانیزم دوم، ذرات بزرگ در رقابت با ذرات کوچک‌تری که در زمینه حل شده‌اند، رشد می‌کنند. چنین فرایندی را رشد رقابتی می‌نامند [22,29,30]. تأخیر در افت تنش تا زمانی که رسوب‌گذاری تکمیل گردد، ادامه می‌یابد و پس از تکمیل شدن رسوب‌گذاری، روند افت تنش از سر گرفته می‌شود. به عبارتی، با گذشت زمان و با رشد بیشتر رسوبات γ' ، میزان کار نرمی افزایش می‌یابد و این رسوبات دیگر نقشی در استحکام‌بخشی ندارند و شیب منحنی رهایی تنش مجدداً تغییر می‌کند و نرخ کار نرمی افزایش می‌یابد.

در شکل (۶) مشاهده می‌شود که زمان شروع رسوب‌گذاری فاز γ' با افزایش دمای آزمون‌های رهایی تنش تا 1000°C کاهش و در دماهای بالاتر از 1000°C یعنی 1025°C و 1050°C ، زمان شروع رسوب‌گذاری دوباره افزایش می‌یابد که تأثیر دما بر سینتیک رسوب‌گذاری فاز γ' را نشان می‌دهد. نیروی محرکه برای این گونه رسوب‌گذاری‌ها توسط میزان فوق اشباع عناصر رسوب‌زا مانند آلومینیوم، تیتانیوم و کروم کنترل می‌شود که به دما و میزان غلظت عناصر رسوب‌زا بستگی دارد [18,28]. در درجه حرارت‌های کمتر از 1000°C (یعنی در قسمت پایین دماغه) نفوذپذیری کم عناصر رسوب‌زا علت افزایش زمان رسوب‌گذاری است و در دماهای بالاتر از 1000°C (یعنی در قسمت بالای دماغه)، علی‌رغم افزایش نرخ نفوذ عناصر، فوق اشباع کمتر عناصر تشکیل دهنده رسوب γ' ، باعث شده است که نرخ جوانه‌زنی رسوب‌ها کاهش یابد.

تصاویر ریزساختاری مربوط به دماهای مختلف 950°C ، 975°C ، 1000°C و 1025°C در زمان‌های نگهداری مختلف در آزمون رهایی تنش (زمان‌های شروع و پایان تغییر شیب در منحنی‌های رهایی تنش)، در شکل (۸) نشان داده شد. نتایج نشان دهنده پیشرفت رسوب‌گذاری فاز γ' در ریزساختار است. به وضوح مشاهده می‌شود که با افزایش دما در آزمون‌های رهایی تنش، اندازه متوسط رسوبات γ' افزایش یافته است. همچنین با افزایش دمای آزمون‌های رهایی تنش، کسر حجمی رسوبات γ' کاهش یافته است. کاهش نرخ جوانه‌زنی رسوبات γ' در دماهای بالاتر، علت کاهش کسر حجمی رسوبات است. همچنین مشاهده





شکل ۸ تصاویر SEM از تغییرات فاز رسوبی γ' بعد از سرد کردن نمونه‌های آزمون رهایی تنش در دماها و زمان‌های نگهداری مختلف (الف) ۹۵۰ °C-۹۹۰ s، (ب) ۹۵۰ °C-۹۰ s، (ج) ۹۷۵ °C-۸۰۰ s، (چ) ۹۷۵ °C-۳۰ s، (ح) ۱۰۰۰ °C-۶۰۰ s، (ذ) ۱۰۰۰ °C-۲۵ s، (ه) ۱۰۲۵ °C-۶۸۰ s، (و) ۱۰۲۵ °C-۵۰ s

نتیجه‌گیری

AD730 بررسی شده و نتایج مهم زیر حاصل شده است:

۱. منحنی‌های رهایی تنش نشان دادند که تنش اعمال شده بر نمونه در نقطه انتهایی کرنش ثابت نمانده و شروع به افت می‌کند. بیشترین نرخ رهایی تنش در دمای ۹۵۰ °C مشاهده

در پژوهش حاضر رفتار رسوب‌گذاری فاز γ' تحت تأثیر کرنش ۰/۰۵، در دماهای کمتر از دمای انحلال فاز رسوبی γ' و در محدوده دمایی ۹۵۰-۱۰۵۰ °C در سوپرآلیاژ پایه نیکل ریختگی

تغییر شیب در منحنی رهایی تنش، این رسوبات دیگر نقشی در استحکام بخشی ندارند که منجر به افزایش میزان کار نرمی می شوند.

واژه نامه

آزمون رهایی تنش	(Stress relaxation test)
رسوب گذاری دینامیکی	(Dynamic precipitation)
تبلور مجدد دینامیکی	(Dynamic Recrystallization)
دیاگرام رسوب گذاری - زمان - دما	(Precipitation-Time-Temperature diagram (PTT))

سپاسگزاری

شده که علت آن سرعت نفوذ پایین عناصر محلول در زمینه بوده است.

۲. در دیاگرام PTT کوتاه ترین زمان شروع رسوب گذاری در دمای 1000°C است. در درجه حرارت های کمتر از 1000°C (یعنی در قسمت پایین دماغه) نفوذپذیری کم عناصر رسوبزا و در دماهای بالاتر از 1000°C (یعنی در قسمت بالای دماغه) فوق اشباع کمتر و در نتیجه نرخ جوانه زنی کمتر، علت افزایش زمان رسوب گذاری بوده است. این مطلب مؤید این موضوع است که سینتیک رسوب گذاری γ' تحت تأثیر دما بوده است.

۳. نتایج ریزساختاری به دست آمده از میکروسکوپ نوری و SEM نشان دادند که دانه های ریز ناشی از تبلور مجدد در ریزساختار شکل نگرفته است. همچنین با افزایش دمای آزمون رهایی تنش و افزایش مدت زمان اعمال کرنش ثابت 0.05 ، اندازه رسوبات γ' با دو مکانیزم آگلومره شدن و رشد رقابتی افزایش یافته است. با گذشت زمان و رسیدن به نقطه پایانی

مراجع

- [1] T. Konkova, S. Rahimi, S. Mironov, and T. Baker, "Effect of strain level on the evolution of microstructure in a recently developed AD730 nickel based superalloy during hot forging," *Materials Characterization*, vol. 139, pp. 437-445, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.03.027>
- [2] A. Coyne-Grell, J. Blaizot, S. Rahimi, I. Violatos, S. Nouveau, C. Dumont, A. Nicolaÿ, and N. Bozzolo, "Evolution of γ' precipitation during the early stages of industrial forging of a nickel-based superalloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 54, no. 5, pp. 2022-2036, 2023. <https://doi.org/10.1007/s11661-022-06878-w>
- [3] F. Masoumi, M. Jahazi, J. Cormier, and D. Shahriari, "Dissolution kinetics and morphological changes of γ' in AD730TM superalloy," in *MATEC Web of Conferences*, 2014, vol. 14: EDP Sciences, p. 13005. <https://doi.org/10.1051/mateconf/20141413005>
- [4] A. Devaux, L. Berglin, L. Thebaud, R. Delattre, C. Crozet, and O. Nodin, "Mechanical properties and development of supersolvus heat treated new nickel base superalloy AD730TM," *MATEC Web of Conferences*, vol. 14, p. 01004, 2014. <https://doi.org/10.1051/mateconf/20141401004>
- [5] J. Blaizot, L. Finet, A. Chabrier, A. Fornara, M. Fage, R. Remichi, M. Dadé, and M. Perez, "Gamma Prime Precipitation in Cast and Wrought AD730® Superalloy," in *International Symposium on Superalloys*, 2024: Springer, pp. 762-773. https://doi.org/10.1007/978-3-031-63937-1_72
- [6] Q. Zhou, T. An, K. Zhang, C. Zhou, H. Qian, D. Ying, Y. Li, and L. Zhang, "Effect of microstructure on hot corrosion behavior of new superalloy Ad 730 in 75 wt% Na_2SO_4 + 25 wt% NaCl molten salt," *Materials Letters*, vol. 341, p. 134231, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2023.134231>

- [7] S. Tabaie, F. Rézai-Aria, B. C. Flipo, and M. Jahazi, "Grain size and misorientation evolution in linear friction welding of additively manufactured IN718 to forged superalloy AD730™," *Materials Characterization*, vol. 171, p. 110766, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110766>
- [8] A. Devaux, B. Picqué, M. F. Gervais, E. Georges, T. Poulain, and P. Héritier, "AD730™—A new nickel-based superalloy for high temperature engine rotative parts," in *Superalloys 2012*, TMS, pp. 911–919, 2012. https://doi.org/10.7449/2012/Superalloys_2012_911_919
- [9] A. Devaux, E. Georges, and P. Héritier, "Development of New C&W Superalloys for High Temperature Disk Applications," *Advanced Materials Research*, vol. 278, pp. 405-410, 2011. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.278.405>
- [10] F. Masoumi, M. Jahazi, D. Shahriari, and J. Cormier, "Coarsening and dissolution of γ' precipitates during solution treatment of AD730™ Ni-based superalloy: Mechanisms and kinetics models," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 658, pp. 981-995, 2016. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.11.002>
- [11] A. Devaux, A. Helstroffer, J. Cormier, P. Villechaise, J. Douin, M. Hantcherli, and F. Pettinari-Sturmle, "Effect of Aging Heat-Treatment on Mechanical Properties of AD730™ Superalloy," in *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*: John Wiley & Sons, Inc., 2014, pp. 521-535.
- [12] A. Coyne-Grell, M. Pérez, I. Violatos, J. Blaizot, C. Dumont, and S. Nouveau, "Precipitation of γ' in Two γ - γ' Ni-Based Superalloys During the Solvus Transition Stage of Ingot to Billet Conversion: Effects on γ Grain Structure and Implications for Open Die Forging," in *International Symposium on Superalloys*, 2024: Springer, pp. 727-740. https://doi.org/10.1007/978-3-031-63937-1_69
- [13] W. J. Liu and J. J. Jonas, "Nucleation kinetics of Ti carbonitride in microalloyed austenite," *Metallurgical transactions A*, vol. 20, no. 4, pp. 689-697, 1989. <https://doi.org/10.1007/BF02667586>
- [14] J. Beddoes, "Prediction of creep properties for two nickel-base superalloys from stress relaxation testing," *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 46, no. 6, pp. 416-427, 2011. <https://doi.org/10.1177/0309324711407707>
- [15] G. R. Ebrahimi, A. Momeni, M. Jahazi, and P. Bocher, "Dynamic recrystallization and precipitation in 13Cr supermartensitic stainless steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, no. 4, pp. 2219-2231, 2014. <https://doi.org/10.1007/s11661-013-2119-7>
- [16] Z. Zhu, L.-W. Zhang, and S. Gu, "Stress relaxation test of Hastelloy C-276 alloy and its creep constitutive equation," *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, vol. 22, no. 4, pp. 1063-1067, 2012.
- [17] J. Calvo, M. Penalva, and J. M. Cabrera, "Characterization of strain-induced precipitation in Inconel 718 superalloy," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 25, pp. 3409-3417, 2016. <https://doi.org/10.1007/s11665-016-2154-9>

- [18] M. Mirzaee, A. Khodabade, H. Najafi, and G. R. Ebrahimi, "Investigation of gamma precipitation process under effect of strain in Nimonic80A nickel base superalloy," *Journal of New Materials*, vol. 12, no. 43, pp. 36-55, 2021. <https://dx.doi.org/10.30495/jnm.2021.4677>
- [19] H. Monajati, F. Zarandi, M. Jahazi, and S. Yue, "Strain induced γ' precipitation in nickel base superalloy Udimet 720 using a stress relaxation based technique," *Scripta Materialia*, vol. 52, no. 8, pp. 771-776, 2005. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.12.006>
- [20] H. Monajati, A. Taheri, M. Jahazi, and S. Yue, "Deformation characteristics of isothermally forged UDIMET 720 nickel-base superalloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 36, no. 4, pp. 895-905, 2005. <https://doi.org/10.1007/s11661-005-0284-z>
- [21] X.-p. Wei, W.-j. Zheng, Z.-g. Song, T. Lei, Q.-l. Yong, and Q.-c. Xie, "Strain-induced Precipitation Behavior of δ Phase in Inconel 718 Alloy," *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 21, no. 3, pp. 375-381, 2014. [https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(14\)60058-3](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(14)60058-3)
- [22] N. Mrozowski, G. Hénaff, F. Hamon, A.-L. Rouffié, J.-M. Franchet, J. Cormier, and P. Villechaise, "Aging of γ' precipitates at 750° C in the nickel-based superalloy AD730TM: a thermally or thermo-mechanically controlled process?," *Metals*, vol. 10, no. 4, p. 426, 2020. <https://doi.org/10.3390/met10040426>
- [23] Z. Mirzaie, G. R. Ebrahimi, H. Ezatpour, and S. Ali Akbari Sani, "Hot Deformation Behavior and Development of Constitutive Equations on a Novel γ - γ' /Ni-base Superalloy: AD730," *Iranian Journal of Materials Forming*, vol. 8, no. 3, pp. 4-17, 2021.
- [24] L. Li, E. Sun, and S. Tin, "Microstructure dependence of stress relaxation behavior of powder-processed Ni-base superalloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 814, p. 141146, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141146>
- [25] H. Wang, F. Fei, S. Liu, J. Li, R. Tong, S. Yang, and L. Song, "Effect of temperature on the stress relaxation behavior of the powder metallurgy superalloy FGH96," *Materials Today Communications*, vol. 43, p. 111736, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2025.111736>
- [26] A. Harte, M. Atkinson, A. Smith, C. Drouven, S. Zaefferer, J. Quinta da Fonseca, and M. Preuss, "The effect of solid solution and gamma prime on the deformation modes in Ni-based superalloys," *Acta Materialia*, vol. 194, pp. 257-275, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.04.004>
- [27] M. M. Barjesteh, S. M. Abbasi, K. Z. Madar, and K. Shirvani, "The effect of heat treatment on characteristics of the gamma prime phase and hardness of the nickel-based superalloy Rene® 80," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 227, pp. 46-55, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2019.01.038>
- [28] R. Sharghi-Moshatghin and S. Asgari, "The effect of thermal exposure on the γ' characteristics in a Ni-base superalloy," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 368, no. 1-2, pp. 144-151, 2004. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(03\)00699-6](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(03)00699-6)
- [29] Y. Wu, C. Li, X. Xia, H. Liang, Q. Qi, and Y. Liu, "Precipitate coarsening and its effects on the hot deformation

behavior of the recently developed γ' -strengthened superalloys," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 67, pp. 95-104, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.06.025>

- [30] L. Ge, X. N. Zhang, W. G. Guo, P. Dong, T. Yu, C. P. Liu, Y. Yuan, C. Y. Wang, and Z. Zhang, "The coarsening behavior of γ' phases in Ni-Al binary model single crystal superalloy at 1000 °C," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 911, p. 164989, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164989>