

Investigation the Effect of Ageing on Microstructure and Hardness of Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ High Entropy Alloy Research Article

Ebrahim Yousefi¹, Masumeh Seifollahi², Seyed Mahdi Abbasi³ DOI: 10.22067/jmme.2023.80793.1101

1. Introduction

The high entropy alloys are known as solid solution alloys that have 5-13 elements with the same or almost the same atomic percentage (5-35%). Solid solutions with several elements due to the high entropy tend to be stable at high temperatures. It is remarkable that these alloys have low diffusion coefficient, which causes the formation of nanometer precipitates, and severe lattice distortion due to the difference in atomic radii.

Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ high entropy alloy has superior tensile strenght and elongation till 800 °C, even beter than 800H and Inconel 617 superalloys. Ultimate tensile strenght and elongation of Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ alloy is reported 400-600 Mpa and 12-30%, respectively. Researches show that the microstructure of aged Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ alloy is consist of orderd γ' in γ matrix, FCC solid solution with acicular B2. It is reported that after 1000 °C, γ' precipitates dissolved and under 800 °C, the formation of brittle phases such as sigma and NiAl is possible. Fe2Cr ‹Fe0.2Ti0.8 and Ni2AlTi phases are reported as a strenghten phases of AlCrFeNiTi0.5 alloy.

Heat treatment process is an integral part of the industrial production components. New studies on high entropy alloys also show the need for further research in this field. Most of the researches has been done on the field of microstructure and mechanical properties of Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 alloy.

The production of this alloy and the improvement of its properties can provide a basis for replacing these alloys with superalloys and improving the performance of air engines in various industries in the coming years. AlCoCrFeNiTi high entropy alloys in the field of high temperature materials can fill the gap between steels and nickel based superalloys (temperatures greater than 650 and less than 850 °C) at a lower cost.

2. experiments

 $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ alloy was melted in a vacuum induction melting (VIM) furnace under a vacuum of 5×10^{-10}

4 Pa and remelted in vaccum arc remelting (VAR). The chemical composition of Al0.7CoCrFeNi alloy was measured using EDS analysis and the results are summarized in Table 1. Samples of 1×1×1 cm3 were homogenized at 1220 °C for 17 hr and furnace cooled till 950 °C and then air cooled. The ageing treatment were done at 850, 900 anf 950 °C for 1, 2, 4, 8 and 16 hr. In order to study the microstructure, the samples were polished and etched in 10ml HCL+ 10ml HNO3 + 10ml H2O solution. The microstructure was examined by Olympus optical microscope and Vega-Tescan scanning electron microscopy equipped with EDS analysis. The phase analyzed using XRD with CuKa and lengthwave of 1.54 angstrom. The tensile tests were performed at 600 using Instron 8502 machine. The samples were prepared according to ASTM 8.

Table1. chemical composition of alloy.

Elements	Ti	Ni	Fe	Cr	Co	Al
Nominal composition (wt%)	5.3	39.1	15.5	7.7	27.3	5
Nominal composition (at%)	6	36	15	8	25	10
EDS results (wt%)	5.3	39.4	15.3	7.3	26.9	5.4
EDS results (at%)	6	36	14.7	7.6	24.5	10.9

3. results and discussion

The microstructure of the alloy aged at 850, 900 and 950 °C for 4 and 16 hr is shown in figure 1. The γ' phases are seen in these figures. According to these microstructures and the other ageing situatians, the γ' precipitates size and volume fraction calculated and measured as a function of ageing times at different temperatures in figure 2 and 3.

As it is seen in figure 2, with increasing ageing temperature and at all times, the volume fraction and size of γ' decreased. For example, the volume fraction and size for 8 hr ageing decreased from 60 Vol% and 338 nm at 850°C to 31 Vol% and 123 nm at 950°C, respectively. The γ' primary morphology is cubic which changed to square

^{*}Manuscript received: January 28, 2023, Revised. April 25, 2023, Accepted, June 21, 2023.

¹ Faculty of Materials & Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology.

²Corresponding Author. Assistant professor Faculty of Materials & Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology . **Email**: m seifollahi@mut.ac.ir.

³ professor Faculty of Materials & Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology.

and semi-square like with increasing ageing time and temperature.



Figure 1. SEM images of Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ high entropy alloy aged at different temperatures and times



Figure 2: the variation of γ' size with ageing time a different temperature.

The hardness of alloy is 314, 329 and 327 Hv at 850, 900 and 950°C, respectively. The results of tensile tests at 600°C are shown in table 2. The best high temperature tensile properties of 840.9 MPa ultimate tensile strength and 17.9 elongation obtained at 850 °C. According to these results, 850°C for 8 hours is the best ageing conditions.



Figure 3: the variation of γ' volume fraction with ageing time at different temperature.

Table 2- high temperature tensile tests at 600°C for Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ alloy aged at different temperatures

Ageing	Yield Strength (MPa)	Ultimate tensile (MPa) strength	E l(%)
850C°/8h	520.2	840.9	17.9
900C°/8h	573.5	828.8	17.6
950C°/8h	573.9	763.4	16.6

4.Conclusion

- 1. The highest obtaind volume fraction of γ' was 60 Vol% at 850°C/8 hr ageing.
- 2. The γ 'primary morphology is cubic which changed to square and semi-square like with increasing ageing time and temperature.
- 3. In the best microstructural conditions, the hardness of alloy was 343Hv.
- 4. The highest amount of high temperature tensile properties and strain at 850 °C were 840.9 MPa and 17.9, respectively obtained.



بررسی اثر پیرسازی بر ریزساختار و سختی آلیاژ آنتروپی بالای Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti_{6*} مقاله پژوهشی

ابراهیم یوسفی^(۱) معصومه سیفاللهی^(۲) اسید مهدی عباسی^(۳) DOI: 10.22067/jmme.2023.80793.1101

چکیده در این پژوهش، تأثیر پارامترهای دما و زمان پیرسازی بر ریزساختار و سختی آلیاژ آنتروپی بالای AlıoCo25Cr8Fe15Ni36Ti6 مورد بررسی قرار گرفته است. نمونه اد دماهای ۸۵۰ ۵۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی گراد به ملت ۱۶ – ۱ ساعت پیرسازی شلنل و ریزساختار آنها توسط تفرق اشعه ایکس و میکروسکوپ الکترونی روبشی ارزیابی شلد. ریزساختار شامل رسوبات ۲ و فاز NiAl در زمینه ۲ است. با افزایش دمای پیرسازی، کسر حجمی و اندازه رسوبات ۲ در زمان ۸ ساعت از ۶۰ درصل و ۲۳۸ نانومتر در ۸۵۰ درجه سانتی گراد تا ۳۱ درصل و ۳۲۱ نانومتر در ۹۵۰ درجه سانتی گراد کاهش یافته است. همچنین مورفولوژی رسوبات ۲ اولیه از شبه کروی به کروی تغییر پیا، کرده است. با افزایش دمای پیرسازی، نمونه ما از ۲۳۱ تا ویکرز افزایش و سپس تا ۳۲۲ ویکرز کاهش پیا، کرده است. بهترین خواص کششی دمای بالا با استحکام کششی ۸۴۰/۹ مگاپاسکال و انعطاف پذیری ۱۷۰ درصل در دمای پیرسازی ۸۵۰ درجه سانتی گراد حاصل شلده است.

واژدهای کلیدی آلیاژ آنتروپی بالا، Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti6، گاماپرایم، ریزساختار، سختی.

Investigation the Effect of Ageing on Microstructure and Hardness of Al10C025Cr8Fe15Ni36Ti6 High Entropy Alloy

Ebrahim Yousefi Masumeh Seifollahi Seyed Mahdi Abbasi

Abstract The effect of ageing time and temperature on the microstructure and hardness of $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$ high entropy alloys is investigated in this article. The alloy melted in vacuum induction melting furnace and purified using vacuum arc remelting process. Then homogenized at 1220°C for 17 hours. Then sample aged at 850, 900 and 950°C for 1-16 hours and assessed using XRD and SEM. The microstructure is involved γ' and NiAl precipitates and γ matrix. With increasing ageing temperature, the volume fraction and size of γ' decreased from 60 Vol% and 338 nm at 850°C to 31 Vol% and 123 nm at 950°C, respectively. The γ' primary morphology is cubic which changed to square and semi-square like. The hardness of alloy is 314, 329 and 327 Hv at 850, 900 and 950 °C, respectively. According to these results, 850°C for 8 hours is the best ageing conditions. The best high temperature tensile properties of 840.9 MPa ultimate tensile strength and 17.9 elongation obtained at 850 °C.

Key Words High Entropy Alloy, Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6, Gamma Prime, Microstructure, Hardness

Email: m_seifollahi@mut.ac.ir

^{*} تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۱/۱۱/۸ تاریخ پذیرش آن ۳/۳۱/ ۱۴۰۲میباشد.

⁽۱) محقق ارشد، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوریهای ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر.

⁽۲) استادیار، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوریهای ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر.

⁽۳) استاد، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوریهای ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر.

۴

مقالات نیز تمرکز بر خواص فشاری است و به خواص کششی كمتر پرداخت شده است. در مورد آلياژ Al10C025Cr8Fe15Ni36Ti6 نيز بيشتر مطالعات انجام شده متمرکز بر تأثیر عناصر آلیاژی بر ریزساختار و خواص آلیاژ بوده است و تحقیقات کمی پیرامون پیرسازی این آلیاژ انجام شده است. با توجه به اینکه رسوبات 'γ در محدوده دمایی وسیعی در آلياژ Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ پايدار هستند، ضرورت بررسی های بیشتر عملیات حرارتی را که جزئی جدایی ناپذیر از توليد قطعات صنعتى است، نشان مىدهد. توليد اين آلياژ و بهبود خواص آن می تواند زمینهای برای جایگزینی این آلیاژها با سوپر آلیاژها و ارتقای عملکرد موتورهای هوایی در صنایع مختلف در سال،های آینده را فراهم کند [8]. آلیاژهای آنتروپی بالای AlCoCrFeNiTi در حوزه مواد دمای بالا می تواند شکاف بین فولادها و سوپرآلیاژهای پایه نیکل (دمای بیشتر از ۶۵۰ و کمتر از ۸۵۰ درجه سانتی گراد) را با هزینه کمتر پر کند [9]. مورفولوژی، اندازه و کسر حجمی مناسب در ساختار آلیاژ و جلوگیری از تشکیل رسوبات مضر و دستیابی به ریزساختاری برای کاربردهای دمایی بیشتر از ۶۰۰ درجه سانتی گراد، مستلزم بهینهسازی پارامترهای عملیات حرارتی پیرسازی است -10] [16. در مقاله [16,17]، اثر همگنسازی و زمان پیرسازی بر ريزساختار و خواص مكانيكي آلياژ آنتروپي بالاي Al_{0.7}CoCrFeNi توسط نویسندگان بررسی شده است. هدف از انجام این پژوهش، دستیابی به شرایط مناسب پیرسازی جهت دستیابی به بهترین خواص کششی در یک آلیاژ آنتروپی بالای حاوی فاز گاماپرایم است. زیرا یکی از چالشها در آلیاژهای آنتروپی بالا بهبود خواص کششی است.

روش آزمایش

آلیاژ آنتروپی بالای Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ از عناصر تشکیل دهنده با خلوص بالای ۹۹/۵ درصد در کوره ذوب القایی تحت خلأ ذوب و ریخته گری شد، برای رفع عیوب ریختگی و بهبود همگنی ساختار و کاهش ساختار دندریتی، آلیاژ تحت عملیات ذوب مجدد قوسی تحت خلأ قرار گرفت. مشخصات کورهها و شرایط ریخته گری در جدول (۱) ارائه شده است.

ابعاد شمش نهایی و پس از فرایند ذوب مجدد با قطر ۱۲ و طول ۲۵ سانتیمتر میباشد. مقدمه

آلیاژهای آنتروپی بالا به عنوان آلیاژهای محلول جامد و شامل حداقل پنج عنصر اصلی با درصدهای اتمی تقریبا مساوی (-۳۵ ٪۵) معرفی شدند. آنتروپی بالای این آلیاژها منجر به تشکیل محلول جامد با ریزساختار ساده به جای ریزساختار پیچیده می شود. خواص کششی آلیاژهای آنتروپی بالا به عواملی از جمله عناصر موجود در آلیاژ، فازهای تشکیل شده، ساختار کریستالوگرافی و همگنی ساختار بستگی دارد. تشکیل فاز γ (با ترکیب مشابه در سوپر آلیاژهای پایه نیکل) در برخی از آلیاژهای آنتروپی بالای حاوی تیتانیوم، در حین عملیات حرارتی پیرسازی منجر به افزایش استحکام تسلیم، استحکام کششی و داکتیلیته با افزایش دما می شود [1,2].

پس از معرفی آلیاژهای آنتروپی بالا برای کاربردهای دمای بالا، آلیاژ Alı7Co17Cu17Cu17Fe17Ni17 با کسر اتمی برابر بهعنوان یک ماده اولیه و طی یک مسیر بهینهسازی طولانی منجر به آلیاژ Alı0Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 شده است، که خواص مکانیکی امیدوارکنندهای را نشان میدهد. استحکام کششی و انعطاف پذیری این آلیاژ بر اساس ریزساختار پایدار تا محدوده دمایی ۸۰۰ درجه سانتی گراد، حتی از آلیاژ ۲۰۰۴ و اینکونل ۶۱۷ بهتر میباشد. همچنین در این محدوده دمایی دارای خواص مکانیکی بهتری نسبت به سایر آلیاژهای آنتروپی بالا و آلیاژهای پیچیده ترکیبی میباشد [3].

تحقیقات [4] نشان داده که ریزساختار آلیاژ آنتروپی بالای Al $_{10}$ Co $_{25}$ Cr $_{8}$ Fe} $_{15}$ Ni $_{36}$ Ti $_{6}$ پس از پیرسازی شامل فاز ' γ منظم L1 در زمینه γ ، محلول جامد FCC به همراه رسوبات سوزنی شکل B2 است. گزارش شده [3,5,6] که در دماهای سوزنی شکل 20 است. گزارش شده [3,5,6] که در دماهای بالاتر از ۲۰۰۰ درجه سانتی گراد، رسوبات ' γ حل خواهند شد و در دماهای کمتر از ۲۰۰ درجه سانتی گراد، امکان تشکیل و تثبیت فازهای شکننده مانند سیگما و NiAl وجود دارد. در تحقیقی دیگر [7] سه فاز Feo.2Tio.8 ، Fe₂Cr و iTl $_{12}$ در آلیاژ افزایش استحکام می شوند؛ در حالی که دارای انعطاف پذیری معقولی در مقایسه با AlcrFeNiTio است. همچنین بیان شده است افزایش استحکام می شوند؛ در حالی که دارای انعطاف پذیری معقولی در مقایسه با AlcrFeNiTio است. همچنین بیان شده است در محدوده ۲۰۰ الی ۲۰۰ مگاپاسگال با کرنش شکست ۱۲ الی در محدوده ۲۰۰ الی ۲۰۰ مگاپاسگال با کرنش شکست ۱۲ الی ۳۰ درصد است.

تحقیقات در حوزه آلیاژهای آنتروپی بالا نسبتا جدید بوده و اولین مقاله در سال ۲۰۰۴ به چاپ رسیده است. در اکثر

خلأ اوليه		قالب	بوته	فيت توان		ظر	نام كوره
۵× ^{۴-} ۱۰ میلی بار	ی	گرافيت	آلومينيايي	۳۰ کیلو وات	يلوگرم	5 19	VIM
قالب			ولتاژ	ىدت جريان	<u>م</u>	رە	نام کو
مسی آبگرد	۳۰-۳۱ ولت			۳۵۰۰ آمپر		V	AR

جدول ۱ مشخصات کورهها و شرایط ریخته گری

	جماره ، شایسه در خیب ،شکلی ، نیاز ب در خیب شکلس تو نیک شاه						
Ti	Ni	Fe	Cr	Co	Al	عنصر آلياژي	
۵/۳	۳۹/۱	۱۵/۵	V/V	۲۷/۳	4	ترکیب اسمی(درصد وزنی)	
۶	۳۶	۱۵	٨	۲۵	۱.	ترکیب اسمی(درصد اتمی)	
۵/٣	۳٩/۴	۱۵/۳	V/٣	۲۶/۹	۵/۴	نتایج EDS(درصد وزنی)	
۶	۳۶	14/V	V/۶	۵/۲۴	۱۰/۹	نتايج EDS(درصد اتمي)	

جدول ۲ مقایسه ترکیب اسمی آلباژ یا ترکیب شمش تولید شده

ترکیب شیمیایی آلیاژ آنتروپی بالای Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ تهیه شده با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل MEGA3 و به کمک آنالیزگر EDS اندازهگیری شد و نتایج آن در جدول (۲)، ارائه شده است.

آلیاژ در دمای ۱۲۲۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۷ ساعت همگن شد، برای جلوگیری از ایجاد ترک در مرز دانهها شمش تا دمای ۹۵۰ درجه سانتی گراد با نرخ ۰/۰۸ درجه سانتی گراد بر ثانیه در کوره و سپس در هوا تا دمای محیط سرد شد. نمونههای همگن شده به ابعاد ۱ سانتی متر مکعب در دماهای ۸۵۰ ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی گراد به مدتهای ۱، ۲، ۶، ۸ و ۱۶ ساعت تحت عملیات حرارتی پیرسازی قرار گرفتند.

نمونه به ابعاد ۱×۱×۱ سانتی متر از کناره های شمش پس از سنگ زنی توسط وایر کات برش داده شدند. جهت بررسی های ریز ساختاری پس از آماده سازی سطحی (سنباده زنی تا سنباده شماره ۳۰۰۰ و پولیش نمونه ها با خمیر آلومینا)، نمونه ها در محلول ۳۰۰۰ و پولیش نمونه ها با خمیر آلومینا)، مدت زمان ۳ دقیقه اچ شدند. جهت بررسی های ریز ساختاری از مدت زمان ۳ دقیقه اچ شدند. جهت بررسی های ریز ساختاری از میکرو سکوپ نوری OLYMPUS و میکرو سکوپ الکترونی روبشی MIRA3 مجهز به آنالیز عنصری EDS استفاده شد. اندازه گیری قطر و تعیین کسر حجمی رسوبات 'γ بر اساس اندازه انجام شد. همچنین جهت فازیابی از دستگاه XRD استها انجام شد. همچنین جهت فازیابی از دستگاه XRD

ASENWARE مدل AW-XDM300 با تابش CuKa و طول موج ۱/۵۴ آنگستروم استفاده شد. جهت تحلیل دادههای آنالیز XRD از نرمافزار Xpert استفاده شد.

خواص کششی نمونههای مختلف در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد توسط دستگاه کشش Instron مدل ۸۵۰۲ متصل به کامپیوتر انجام گرفت. نمونه تخت به ابعاد کلی ۳ × ۱۰ × ۸۰ میلیمتر و ابعاد سنجه ۳ × ۶/۲۵ × ۲۵ میلیمتر، مطابق با استاندارد ASTM-E8 به وسیله وایرکات برای آزمایش کشش گرم تهیه شدند. آزمایش کشش با نرخ کرنش ^۲-s ۲۰ × ۱/۳ انجام شد. پس از هم دمایی نمونه با دمای آزمایش، نمونه به مدت ۱۰ دقیقه در آن دما نگهداری شد و پس از آن تا وقوع شکست کشیده شد.

همچنین سختی نمونهها با دستگاه سختیسنج ویکرز مدل DVRB-TV ساخت شرکت ESEWAY و تحت نیروی کیلوگرم، انجام شد. هر عدد سختی گزارش شده میانگین ۵ اندازهگیری می باشد.

نتايج و بحث

ریزساختار نمونههای پیرسازی شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد به مدتهای ۱، ۲، ۴، ۸ و ۱۶ ساعت در شکل (۱) نشان داده شده است. رسوبات فاز 'γ در تصاویر به شکلهای شبه کروی و مکعبی مشاهده می شود. در زمانهای مختلف پیرسازی، توزیع متفاوتی از اندازه رسوبات 'γ مشاهده می شود.

نشریهٔ مهندسی متالورژی و مواد

با افزایش زمان پیرسازی اندازه و مورفولوژی رسوبات 'م تغییر میکند، با افزایش زمان پیرسازی در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد اندازه متوسط رسوبات 'م اولیه که در حین سرد کردن شمش از دمای آنیل ۱۲۲۰ درجه سانتی گراد تشکیل شده بودند، به صورت پیوسته افزایش پیدا میکند. همچنین مورفولوژی رسوبات از حالت شبه کروی به حالت مکعبی سوق پیدا کرده است. این موضوع به این معنی میباشد

که تشکیل و رشد 'γ یک استحاله نفوذی است و اندازه و مورفولوژی این رسوبات به دما و زمان پیرسازی بستگی دارد. تصاویر ریزساختاری آلیاژ آنتروپی بالای مانتی گراد به مدت ۱، ۲، ۴، ۸ و ۱۶ ساعت در شکل (۲) نشان داده شده است.



به مدت: الف) ۱، ب) ۲، ج) ۴، د) ۸، و ه) ۱۶ ساعت



شکل ۲ تصویری FESEM از ریزساختار آلیاژ آنتروپی بالای All0Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 پیرسازی شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد به مدت: الف) ۱، ب) ۲، ج) ۴، د) ۸۰ و ه) ۱۶ ساعت

با افزایش دمای پیرسازی تا ۹۰۰ درجه سانتی گراد، رسوبات 'γ اولیه در زمینه حل شده و رسوبات ثانویه با اندازه متوسط کوچکتر در حدود ۲۲ نانومتر تشکیل میشوند، اندازه رسوبات همانند پیرسازی قبلی با افزایش زمان به صورت پیوسته افزایش پیدا میکنند. مورفولوژی رسوبات در این عملیات حرارتی به صورت شبه کروی میباشد.

شکل (۳) تصاویر تهیه شده توسط FESEM از ریزساختار آلیاژ آنتروپی بالای Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti6 پس از عملیات حرارتی در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد به مدت زمانهای ۱، ۲، ۴، ۸ و ۱۶ ساعت را نشان میدهد.

مشابه حالت قبل با افزایش دمای پیرسازی، رسوبات ۲ اولیه که در نمونه انحلالی وجود داشتند حل شده و با شروع عملیات حرارتی در زمان ۱ ساعت رسوبات ۲ نسبتا درشت (با اندازه متوسط حدود ۲۵۰ نانومتر) تشکیل می شوند. با افرزایش

زمان پیرسازی تا ۸ ساعت اندازه رسوبات به صورت پیوسته در حال افزایش است و مورفولوژی رسوبات به صورت آهسته از حالت شبه کروی خارج و به حالت مکعبی نزدیک میشوند. بر اثر سرمایش در کوره پس از عملیات انحلالی،

برای جوانی زنی در اختیار دارند؛ تشکیل می شوند که به آنها 'γ برای جوانی زنی در اختیار دارند؛ تشکیل می شوند که به آنها 'γ اولیه گفته می شود و در حین عملیات حرارتی پیرسازی، 'γهای اولیه رشد می کنند. به عبارتی می توان گفت جوانی زنی، فارغ از نرخ سرمایش، در طول فرایند سرد شدن اتفاق می افتد. جوانی زنی 'γ به دو عامل مهم انرژی آزاد شیمیایی (مربوط به زمینه فوق اشباع) و انرژی مرزدانه ای که شامل انرژی های سطحی و انرژی الاستیک (توسط عدم تطابق شبکه بین رسوبات 'γ و γ تعیین می شود) است بستگی دارد.





شکل ۳ تصویری FESEM از ریزساختار آلیاژ آنتروپی بالای AlıoCo25CrsFe15Ni36Ti6 پیرسازی شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد به مدت: الف) ۱، ب) ۲، ج) ۴، د) ۸ و ه) ۱۶ ساعت



شکل ۴- منحنی تغییرات الف) اندازه رسوبات و ب) کسرحجمی 'γ در آلیاژ آنتروپی بالای AlıoCo25Cr8Fe15Ni36Ti6 با افزایش زمان پیرسازی در دماهای ۹۰۰، ۸۵۰ و ۹۵۰ درجه سانتیگراد

تغییرات اندازه و کسر حجمی رسوبات 'γ بر حسب زمان اندازه گیری شده و در شکل (۴) نشان داده شده است. به طور کلی روند افزایش اندازه رسوبات تا زمان ۲ ساعت تند بوده و با افزایش بیشتر زمان پیرسازی این روند کندتر شده است. با توجه به شکل (۴)، در دمای ۹۵۰ درجه سانتی گراد، با افزایش زمان پس از ۴ ساعت، و در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد پس از ۸ ساعت، کسر حجمی کاهش و اندازه رسوبات افزایش مییابد، به علت بالا بودن دما و نفوذی بودن فرایند، با افزایش زمان، شرایط برای انحلال رسوبات فراهم شده و کسر حجمی کاهش می یابد. در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد، روند پس از ۲ ساعت کند شده که نشان از کاهش فوق اشباع زمینه است. لازم به ذکر است با توجه به اینکه آلیاژ آنتروپی بالای مورد بحث در این پژوهش دارای زمینه محلول جامد است و فازهای ثانویه که جلوی تشکیل رسوبات را بگیرند، وجود ندارد؛ لذا تشکیل رسوبات به سرعت انجام گرفته و در همان زمانهای اولیه، تشکیل رسوبات انجام شده و کامل می شود و فوق اشباع به سرعت كاهش مىيابد.

پارامتر عدم انطباق شبکه (δ) γ و ' γ برای نمونههای پیرسازی شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد برای زمانهای متفاوت در محدوده ^۳-۲۰×۲/۲ الی ^۳-۲۰×۵/۲ گزارش شده است [18]. در مورد پژوهش حاضر عدم تطابق مثبت وجود دارد. عدم تطابق مثبت در برخی از سوپرآلیاژهای پایه نیکل مانند [19] Scio و Scio MC520 و اغلب سوپر آلیاژهای پایه Co وجود دارد. طبق بر روی علامت و بزرگی عدم تطابق شبکه ' γ - γ در سوپر آلیاژها، عدم تطابق شبکه مثبت می تواند نشانهای برای خواص کششی خوب در دمای بالا باشد [21].

همانطور که در شکلهای (۱) تا (۴) مشاهده می شود، با افزایش دمای پیرسازی، اندازه و شکل ذرات رسوبی ۲۷ اولیه تغییر پیدا کرده است. ذرات رسوبی ایجاد شده، مکعبی شکل هستند و با شروع پیرسازی در دمای ۰۸۸ درجه سانتی گراد شروع به رشد می کنند. با افزایش دمای پیرسازی تا ۹۰۰ درجه سانتی گراد مورفولوژی ذرات به سمت چند وجهی و کروی متمایل شده است. به عبارتی با افزایش دمای پیرسازی،

مورفولوژی ذرات رسوبی 'γ اولیه از حالت مکعبی به حالت چند وجهی و کروی تغییر میکند. مطابق اندازهگیریهای انجام شده، با شروع عملیات پیرسازی اندازه رسوبات 'γ اولیه از ۲۷۳ تا ۳۴۹ نانومتر افزایش پیدا میکند و سپس زمانی که دمای پیرسازی به ۹۰۰ درجه سانتی گراد می رسد، اندازه ذرات رسوبی γ ثانویه نسبت به دمای پیرسازی ۸۵۰ درجه سانتی گراد به حدود ۷۲ نانومتر در زمان پیرسازی ۱ ساعت کاهش پیدا میکند. لازم به ذکر است که در همه دماهای پیرسازی با افزایش زمان، روند افزایشی اندازه رسوبات وجود دارد. در حین پیرسازی در ۹۰۰ درجه سانتی گراد، اندازه رسوبات از ۷۲ نانومتر در زمان ۱ ساعت به ۱۷۰ نانومتر در زمان ۱۶ ساعت افزایش پیدا میکند. با افزایش بیشتر دمای پیرسازی تا ۹۵۰ درجه سانتی گراد، اندازه ذرات 'γ به ۳۰۶ نانومتر در زمان ۸ ساعت افزایش پیدا میکند، و با ادامه افزایش زمان پیرسازی، رسوبات 'γ شروع به انحلال در زمینه میکنند. مشابه این شرایط در پژوهش [22] نیز مشاهده شده است. به طور کلی با افزایش دمای پیرسازی از ۸۵۰ تا ۹۵۰ درجه سانتی گراد در زمان ثابت ۸ ساعت كسر حجمي رسوبات 'γ كاهش پيدا ميكند. بيشترين کسر حجمی رسوبات 'γ مربوط به پیرسازی ۸ ساعت و در حدود ۶۰٪ حجمی است.

درشت شدن، مرحلهای از استحاله فازی است که در بسیاری از سیستمهای فلزی و غیرفلزی که در آن ذرات با اندازههای متفاوت در زمینه توزیع شدهاند، مشاهده شده است. نیروی محرکه برای این فرایند، کاهش انرژی سطحی کل است که با رشد ذرات بزرگتر در رقابت با ذرات کوچکتر که در زمینه حل میشوند اتفاق میافتد. انرژی کل یک سیستم دو فازی میتواند از طریق افزایش اندازه فاز دوم و در نتیجه کاهش در فصل مشترک کل، کاهش یابد [23].

شکل (۵) الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به آلیاژ آنتروپی بالای Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ را در شرایط مختلف ریختگی و عملیات حرارتی شده نشان میدهد. پیکهای مشاهده شده در آنالیز XRD در حالت ریختگی با فاز بین فلزی NiAl و فاز 'γ مطابقت دارد. با انجام عملیات حرارتی همگن

سازی در دمای ۱۲۲۰ درجه سانتی گراد، پیکهای مطابق با فاز NiAl و برخی پیکهای مطابق فاز 'γ حذف شدهاند. پس از پیرسازی در دماهای ۵۵۰ ۵۰۰ و ۵۵۰ درجه سانتی گراد، مجددا فازها تشکیل میشوند. مقایسه پیکهای XRD آلیاژهای پیرسازی شده در دمای ۵۵۰ ۵۰۰ و ۵۵۰ درجه سانتی گراد نشان میدهد که شدت پیک XRD با افزایش دمای پیرسازی ابتدا افزایش و سپس کاهش پیدا کرده است. قلههای (۱۱۱)، (۱۰۰) و (۲۲۰) برجستهترین پیکها هستند، معمولا پیک (۱۱۱) بیشترین شدت را در ساختارهای کریستالی FCC دارد. بازتابهای (۱۱۱)، (۲۰۰) و (۲۲۰) برای هر دو فاز γ و 'γ رخ میدهد که نشاندهنده ساختار منظم L1 است. پیکهای (۱۱۰)

فازی XRD، نتایج به دست آمده با میکروسکوپ الکترون روبشی را تأیید میکند و مطابقت بالایی با آنها دارد.

شکل (۹) تصویر FESEM مناطق دندریتی و بین دندریتی آلیاژ پیرسازی شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد را به همراه آنالیز EDS از این مناطق نشان می دهد. غلظت عناصر آلومینیوم، تیتانیوم و نیکل در مناطق بین دندریتی افزایش یافته است، که با استناد به نتایج آنالیز XRD می توان بیان کرد که فازهای سوزنی EDS در مناطق بین دندریتی تشکیل شدهاند. نتایج EDS مناطق A و B نشان داده شده در شکل (۶) در جدول (۳) ارائه شده است.



شکل ۵ الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به آلیاژ آنتروپی بالای Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 در شرایط مختلف ریختگی و عملیات حرارتی



شکل ۶ تصاویر FE-SEM از آلیاژ Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 پیرسازی شده در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۶ ساعت

	0			J	<u> </u>		
منطقه	عنصر	Al	Со	Cr	Fe	Ni	Ti
	A%	11/14	۲۲/۳۰	۴/۳۷	۱۰/۳۸	*7/٣٣	A/VQ
منطقة ٨ (بين دندريني)	W%	۶	24/01	4/70	۱۰/۸۴	46/49	V/۸۴
منطقه B (دندریتی)	A%	1./07	20/47	۷/۶۲	10/5.	30/14	۵/۳۹
	W%	$\Delta/\Upsilon V$	$\nabla V/\Lambda S$	٧/٣۵	10/14	۳۸/۹۹	4/29

جدول ۳ نتایج آنالیز EDS مناطق A و B نشان داده شده در شکل (۶)

جدول ۴ نتایج آزمون کشش گرم در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد

$Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$	ى بالاي	آنتر و يے	آلياژ	بر ای
10 20 0 10 00 0	0.0	,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	J	$\mathcal{L}_{\mathcal{J}}$

شرايط عمليات حرارتي	استحكام تسليم (MPa)	استحکام کششی (MPa)	E f(/.)
1220 C°/17h-850C°/8h	52.12	٨٤•/٩	11/9
1220 C°/17h-900C°/8h	۵۷۳/۵	۸۲۴/۸	۱۷/۶
1220 C°/17h-950C°/8h	۵۷۳/۹	V9W/4	18/8

نتایج آزمون کشش در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد برای آلیاژ آنتروپی بالای Al₁₀Co₂₅Cr₈Fe₁₅Ni₃₆Ti₆ پیرسازی شده در دماهای ۸۵۰، ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۸ ساعت در جدول (۴) نشان داده شده است.

با افزایش دمای پیرسازی، مقدار استحکام کششی و انعطاف پذیری کاهش و استحکام تسلیم افزایش مییابد. استحکام تسلیم ابتدا با افزایش دمای پیرسازی از ۸۵۰ به دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد به طور قابل ملاحظهای افزایش یافته و سپس با افزایش دمای پیرسازی به ۹۵۰ سانتی گراد، در حدود ۵۷۳/۹ مگاپاسکال ثابت مانده است. این اتفاق را می توان به کاهش کسر حجمی رسوبات 'γ که به دلیل افزایش دمای پیرسازی است و منجر به کاهش عدم انطباق شبکه 'γ با γ و افزایش سختی می شود مرتبط نمود.

با انجام آزمون سختی سنجی، سختی نمونه همگن شده در دمای ۱۲۲۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۷ ساعت با اندازه متوسط ۲۷۳ نانومتر و کسر حجمی ۳۹ درصد برای رسوبات ۲۷ مقدار ۳۸۱ ویکرز به دست آمده است.

جدول (۵)، تغییرات سختی ویکرز آلیاژ آنتروپی بالای Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 با افزایش زمان پیرسازی در دماهای ۸۵۰ ، ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی گراد را نشان میدهد. با افزایش زمان پیرسازی در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد رسوبات '۷ اولیه (رسوبات موجود در نمونه انحلالی) شروع به رشد میکنند، فرایند رشد کردن موجب کاهش انرژی سطحی شده و سیستم با افزایش اندازه رسوبات به جهتی حرکت میکند که انرژی کل سیستم کاهش پیدا کند. با افزایش اندازه رسوبات و همچنین افزایش کسر حجمی رسوبات ' ۲ تا زمان پیرسازی ۴ ساعت ابتدا سختی از ۳۱۲ ویکرز در زمان پیرسازی ۱ ساعت تا ۳۴۳ ویکرز در زمان پیرسازی ۴ ساعت افزایش پیدا میکند و سپس با افزایش زمان پیرسازی و افزایش اندازه متوسط رسوبات 'γ سختی تا ۳۱۳ ویکرز در زمان پیرسازی ۱۶ ساعت، کاهش پیدا میکند. تشکیل فاز 'γ که مانعی بر سر راه حرکت نابهجاییها در صفحات لغزش هستند، علت پيرسختي اين سوپرآلياژ ميباشد. با افزایش زمان پیرسازی و درشت شدن رسوبات، ذرات همسیمایی خود را با زمینه از دست داده و نابهجاییهایی که در پشت ذرات و در مرزدانهها انباشته شدهاند؛ رها شده و سختی

کاهش مییابد. درشت تر شدن رسوب های فاز 'γ پس از تجمع رسوب ها بر روی هم، رسیدن اندازه آنها به حد بحرانی و افزایش فاصله بین آنها منجر به عبور نابجایی ها از رسوب ها از طریق حلقه زدن و کاهش سختی می گردد.

سختی ویکرز متناظر با دمای پیرسازی ۹۰۰ درجه سانتی گراد و در زمان ۱ ساعت برابر با ۳۶۹ ویکرز می باشد. با افزایش زمان پیرسازی در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد و افزایش اندازه و کسر حجمی رسوبات '۲، سختی ابتدا تا زمان ۲ ساعت روند افزایشی داشته و سپس با افزایش زمان به ۸ ساعت روند کاهشی دارد. با افزایش زمان پیرسازی از ۸ تا ۱۶ ساعت یک افزایش اندازه چشم گیر در اندازه متوسط رسوبات '۲ وجود دارد افزایش اندازه چشم گیر در اندازه متوسط رسوبات '۲ وجود دارد افزایش پیدا کرده است. با افزایش زمان پیرسازی در دمای ۹۵۰ و در این بازه زمانی مجددا سختی از ۲۹۹ به ۳۶۵ ویکرز افزایش پیدا کرده است. با افزایش زمان پیرسازی در دمای ۵۰۰ و سپس روند کاهشی از خود نشان می دهد. در زمان پیرسازی و سپس روند کاهشی از خود نشان می دهد. در زمان پیرسازی به انحلال می کنند و کسر حجمی رسوبات تا ۲۱ درصد کاهش و سختی نیز تا ۳۲۳ ویکرز کاهش پیدا می کند.

جدول ۵ مقادیر سختی نمونههای همگن و پیرسازی شده بر حسب ویکرز

۱۶h	∧h	۴h	۲h	۱h	زمان پیرسازی دمای پیرسازی
۳۱۳	714	٣۴٣	۳۲۹	۳۱۲	۸۵۰°C
360	۳۲۹	348	361	368	٩٠٠°C
۳۲۳	۳۲۷	۳۳۵	۳۳۹	378	۹۵۰°C
		۳۸۱			همگن شده در شرایط ۱۲۲۰°C/۱۷h

نتيجه گيري

در این پژوهش، اثر پیرسازی بر ریزساختار و خواص کششی آلیاژ آنتروپی بالای ارزیابی شده است که نتایج در ادامه بیان شده است: شرایط ریزساختاری، سختی ۳۴۳ ویکرز به دست آمده

انعطافپذیری کاهش و استحکام تسلیم افزایش مییابد. بیشترین استحکام کششی و انعطافپذیری در دمای ۸۵۰

درجه سانتی گراد به میزان ۸۴۰ MPa و ۱۷/۹ درصد به

تقدير و تشكر

- ۲- کسر حجمی رسوبات 'γ در دمای پیرسازی ۸۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۸ ساعت، ۶۰ درصد حجمی است. اندازه گیری شده که بیشترین مقدار در بین نمونه های ۴۰ با افزایش دمای پیرسازی مقدار استحکام کششی، عملیات حرارتی شده است. این مقدار در دمای ۹۰۰ و ۹۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱۶ ساعت، به ترتیب ۴۰ و ۲۱ درصد اندازهگیری شده است.
 - ۲- مورفولوژی رسوبات 'γ اولیه به صورت مکعبی بوده و با افزایش دمای پیرسازی از ۸۵۰ تا ۹۵۰ درجه سانتی گراد مورفولوژی رسوبات به حالت شبه کروی و کروی تغییر یبدا کردہ است.
 - ۳- سختی از ۸۵۰ تا ۹۰۰ درجه سانتی گراد افزایش و سیس در ۹۵۰ درجه سانتیگراد کاهش پیدا کرده است. در بهترین مراجع

[1] B.S. Murty and J.W.Yeh, High Entropy Alloys", 1st ed. Elsevier, 2019.

دست آمده است.

- [2] Sh. Kumar, M. Mangish, S. Kumar, A. Sharma, B. Ahn, V. Kumar, "A review on High-Temperature Applicability: A milestone for high entropy alloys", Engineering Science and Technology, an International Journal, vol. 35, pp. 101211, 2022.
- [3] H. M. Daoud, A. M. Manzoni, N. Wanderka, U. Glatzel, "High-temperature tensile strength of Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 compositionally complex alloy (high-entropy alloy)", Journal of materials, vol. 67, pp. 2271-2277, 2015.
- [4] J. Y. He, H. Wang, Y. Wu, X. J. Liu, H. H. Mao, T. G. Nieh, Z. P. Lu, "Precipitation behavior and its effects on tensile properties of FeCoNiCr high-entropy alloys", Intermetallics, vol. 79, pp. 41-52, 2016.
- [5] A. M. Manzoni, S. Haas, H. Daoud, U. Glatzel, C. Förster, N. Wanderka, "Tensile behavior and evolution of the phases in the Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 compositionally complex/high entropy alloy", Entropy, vol. 20, pp. 646-665, 2018.
- [6] L. Jiang, H. Jiang, Y. Lu, T. Wang, Z. Cao, T. Li, "Mechanical properties improvement of AlCrFeNi2Ti0. 5 high entropy alloy through annealing design and its relationship with its particle-reinforced microstructures", Journal of Materials Science & Technology, vol. 31, pp. 397-402, 2015.
- [7] A. Munitz, S. Salhov, G. Guttmann, N. Derimow, M. Nahmany, "Heat treatment influence on the microstructure and mechanical properties of AlCrFeNiTi0. 5 high entropy alloys", Materials Science and Engineering: A, vol. 742, pp. 1-14, 2019.
- [8] Q. Guo, X. Xu, X. Pei, Z. Duan, P. K. Liaw, H. Hou, Y. Zhao, "Predict the phase formation of high-entropy alloys by compositions", Journal of Materials Research and Technology, vol. 22, pp. 3331-3339, 2022.

- [9] A. Semenyuk, S. Zherebtsov, N. Stepanov, "The as-cast precipitation-strengthened N-doped Fe40Mn40Co10Cr10 high-entropy alloys", *Materials Letters*, vol. 335, pp.133756, 2023.
- [10] A. Munitz, S. Salhov, S. Hayun, N. Frage, "Heat treatment impacts the micro-structure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy", Journal of Alloys and Compounds, vol. 683, pp. 221-230, 2016.
- [11] T.M. Butler, and M. L. Weaver, "Investigation of the phase stabilities in AlNiCoCrFe high entropy alloys", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 691, pp. 119-129, 2017.
- [12] J. Yuan, H. Zhang, Z. Wang, P. Han, J. Qiao, "Contribution of coherent precipitates on mechanical properties of CoCrFeNiTi0.2 high-entropy alloy at room and cryogenic temperatures", *Intermetallics*,vol. 154, pp. 107820, 2023.
- [13] L. Ma, J. Wang, Z. Lai, Z. Wu, B. Yang, P. Zhao, "Microstructure and mechanical property of Al56xCo24Cr20Nix eutectic high-entropy alloys with an ordered FCC/BCT phase structure", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 936, pp. 168194, 2023.
- [14] X. Zeng, F. Li, X. Zhou, W. Yan, J. Li, D. Dongye Yang, Q. Shen, X. Wang, M. Liu, "The phase stability at intermediate-temperature and mechanical behavior of the dual-phase AlCoCr0.5FexNi2.5 high entropy alloys", *Materials Chemistry and Physics*, vol. 297, pp. 127314, 2023.
- [15] Q. Shen, D. Huang, F. Li, M. Liu, X. Wang, "Microstructures and mechanical properties of the precipitation strengthened Al0.4Cr0.7FexNi2V0.2 high entropy alloys", *Materials Science and Engineering*: A, vol. 864, pp. 144606, 2023.
- [16] M. Asgarkhani, M. Seifollahi, S. M. Abbasi, A. Akhondzadeh, "The effects of Homogenization on microstructure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloys", 8th International Conference on Mechanical Engineering, Materials and Metallurg, Tehran, pp. October 7-8, 2019. (In Persian)
- [17] M. Asgarkhani, M. Seifollahi, S. M. Abbasi, "Effect of ageing on the microstructure and mechanical properties of Al0.7CoCrFeNi high entropy alloy", *International Journal of Engineering*, vol. 36, pp. 1-7, 2023.
- [18] A. M. Manzoni, S. Haas, J. M. Yu, H. M. Daoud, U. Glatzel, H. Aboulfadl, N. Wanderka, "Evolution of γ/γ'phases, their misfit and volume fractions in Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 compositionally complex alloy", *Materials Characterization*, vol. 154, pp. 363-376. 2019.
- [19] T. K. Tsao, A. C. Yeh, C. M. Kuo, K. Kakehi, H. Murakami, J. W. Yeh, S. R. Jian, "The high temperature tensile and creep behaviors of high entropy superalloy", Scientific reports, vol. 7, pp. 1-9, 2017.
- [20] R. Völkl, U. Glatzel, M. Feller-Kniepmeier, "Measurement of the lattice misfit in the single crystal nickel based superalloys CMSX-4, SRR99 and SC16 by convergent beam electron diffraction", *Acta materialia*, vol. 46, pp. 4395-4404, 1998.
- [21] H. Biermann, M. Strehler, H. Mughrabi, "High-temperature measurements of lattice parameters and internal stresses of a creep-deformed monocrystalline nickel-base superalloy", *Metallurgical and Materials Transactions*

A, vol. 27, pp. 1003-1014, 1996.

- [22] M. Shamsian, H. Arabi, M. A. Boutorabi, "Investigation of Morphology and Particle Size of γ' in Nickel Base Superalloy X-750 under Different Aging Temperatures", *Journal of Advanced Materials and Technologies*, Vol.9, 43-51, 2020. In Persian
- [23] A. Baldan, A. "Review progress in Ostwald ripening theories and their applications to nickel-base superalloys Part I: Ostwald ripening theories", *Journal of materials science*, vol. 37, pp. 2171-2202, 2002.