

## تأثیر عملیات رسوب گذاری بر همگن سازی و خواص مکانیکی آلیاژ $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$ با آنتروپی بالا

فریده سلیمیان فرد، محمدرضا طرقي نژاد\* و مهدی علی زاده

دانشگاه صنعتی اصفهان، دانشکده مهندسی مواد، اصفهان، ایران، کد پستی: ۸۴۱۵۶۸۳۱۱۱

(تاریخ دریافت: ۱۴۰۳/۳/۱۵؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۵/۲۰)

<https://doi.org/10.47176/jame.43.2.1056>

چکیده: این مطالعه به بررسی تأثیر عملیات رسوب گذاری بر ریزساختار و خواص مکانیکی آلیاژ آنتروپی بالای  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$  پرداخته است. نمونه‌ها ابتدا در دمای  $1080^\circ\text{C}$  درجه سانتی گراد به مدت ۱۲ ساعت همگن سازی شدند و سپس تحت عملیات رسوب گذاری در دمای  $800^\circ\text{C}$  درجه سانتی گراد به مدت های ۶، ۲۴ و ۴۸ ساعت قرار گرفتند. ریزساختار نمونه‌ها با استفاده از میکروسکوپ های نوری و الکترونی روبشی بررسی شد. آزمون پراش پرتو ایکس تشکیل رسوبات  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  را تأیید کرد. نتایج نشان داد که عملیات رسوب گذاری به طور مؤثری نواحی غنی از کروم در مرز دانه‌ها را حذف کرده و منجر به ایجاد ریزساختار یکنواخت تری پس از نورد سرد و آنیل شد. بررسی خواص مکانیکی توسط آزمون سنبه برشی نشان داد که پس از نورد سرد با کاهش ضخامت  $80\%$  درصد و آنیل در دمای  $1000^\circ\text{C}$  درجه سانتی گراد، نمونه‌های رسوب گذاری شده نسبت به نمونه‌های همگن شده بدون رسوب گذاری، استحکام و شکل پذیری بهتری از خود نشان دادند. تشکیل رسوبات  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  و کاهش اندازه دانه‌ها عوامل اصلی بهبود خواص مکانیکی بودند. این مطالعه نشان داد که عملیات رسوب گذاری به طور قابل توجهی استحکام و شکل پذیری آلیاژ  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$  را بهبود می بخشد.

واژه‌های کلیدی: آلیاژ آنتروپی بالا، جدایش کروم، رسوب، نورد سرد، کاهش اندازه دانه.

\* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: [toroghi@cc.iut.ac.ir](mailto:toroghi@cc.iut.ac.ir)

## Influence of Precipitation Treatment on the Homogenization and Mechanical Properties of FeNi<sub>1.5</sub>CrCu<sub>0.5</sub> High-Entropy Alloy

F. Salimyanfard, M.R. Toroghinejad\* and M. Alizadeh

Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan 84156-83111, Iran

### ABSTRACT

This study investigates the effect of precipitation treatment on the microstructure and mechanical properties of the high-entropy FeNi<sub>1.5</sub>CrCu<sub>0.5</sub> alloy. The samples were first homogenized at 1080 °C for 12 hours, followed by precipitation treatment at 800 °C for 6, 24, and 48 hours. The microstructure of the samples was examined using optical and scanning electron microscopy. X-ray diffraction patterns confirmed the formation of Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> precipitates. The results demonstrated that the precipitation treatment effectively eliminated chromium-rich regions at the grain boundaries, and resulted in a more uniform microstructure after cold rolling and subsequent annealing. Mechanical properties, analyzed through shear punch testing, revealed that following cold rolling with an 80% thickness reduction and annealing at 1000 °C, the precipitated samples exhibited superior strength and ductility compared to the homogenized sample. The formation of Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> precipitates and the reduction in grain size were primary factors contributing to the improved mechanical properties. This study demonstrated that precipitating treatment significantly enhanced the strength and ductility of the FeNi<sub>1.5</sub>CrCu<sub>0.5</sub> alloy.

**Keywords:** High-entropy alloy, Chromium segregation, Precipitation, Cold-rolling, Grain size reduction.

### ۱- مقدمه

میکروساختار و خواص مکانیکی آلیاژهای آنتروپی بالای حاوی مس توسط برخی محققان مورد بررسی قرار گرفته است. در تمام این آلیاژهای آنتروپی بالای حاوی مس، ساختار دندریتی همراه با جدایش عنصری<sup>۳</sup> در نواحی دندریتی<sup>۴</sup> و بین دندریتی<sup>۵</sup> در حالت ریختگی مشاهده می شود (۲۴-۲۰). تمامی این آلیاژها حاوی مقادیری از عنصر آهن و کروم هستند و آنتالپی مثبت مس با آهن و کروم باعث می شود که مس از دندریتها که غنی از آهن و کروم هستند پس زده شود و در نواحی بین دندریتی قرار گیرد.

تحقیق حاضر به فرایند همگن سازی آلیاژ آنتروپی بالا با نسبت اتمی غیر مساوی FeNi<sub>1.5</sub>CrCu<sub>0.5</sub> می پردازد. در این آلیاژ از عنصر گران قیمت کبالت استفاده نشده است و برای کاهش مشکلات ناشی از جدایش مس، مقدار آن کم تر از سایر عناصر در نظر گرفته شده است. به منظور همگن کردن آلیاژ و به هم ریختن ساختار دندریتی، ابتدا نمونه ای از آلیاژ ریختگی تهیه و تحت عملیات فورج داغ قرار گرفت اما، متأسفانه کاملاً متلاشی شد. بنابراین سعی شد توسط عملیات حرارتی، همگن سازی آلیاژ انجام شود. به این منظور و براساس تجربیات دیگر

آلیاژهای آنتروپی بالا<sup>۱</sup> که حاوی حداقل چهار عنصر اصلی در نسبت های اتمی نزدیک به هم یا برابر هستند، به دلیل خواص چشم گیر خود امروزه توجه زیادی را به خود جلب کرده اند (۶-۱). از جمله خواصی که این آلیاژها را از آلیاژهای معمول متمایز می کند، می توان به ترکیب استحکام و شکل پذیری عالی (۷)، خواص مکانیکی استثنایی در دمای بالا (۸ و ۹) و پایین (۱۰ و ۱۱) و مقاومت خوب در برابر خوردگی (۱۲) اشاره کرد. در میان آلیاژهای آنتروپی بالا، آلیاژ تک فاز با ساختار مکعبی وجوه پر<sup>۲</sup> و نسبت اتمی مساوی CoCrFeMnNi به شدت مورد توجه قرار گرفته است (۳ و ۱۶-۱۳). با وجود خواص منحصر به فرد این آلیاژ، کاربرد مهندسی آن به دلیل منابع محدود عنصر کبالت و هزینه بالای آن محدود می شود. بنابراین، در سال های اخیر محققان به طراحی آلیاژهای آنتروپی بالای عاری از کبالت روی آورده اند (۱۷-۱۹). در بین عناصر فلزات انتقالی، مس به عنوان جایگزین مناسبی برای کبالت به نظر می رسد، زیرا هم قیمت آن حدود یک دهم قیمت کبالت است و هم این که مشابه کبالت اثر پایدارکننده برای ساختار مکعبی وجوه پر دارد.

جدول ۱- ترکیب شیمیایی آلیاژ آنتروپی بالای  $FeNi_{1.5}CrCu_{0.5}$  که توسط طیف سنجی فلورسانس پرتو ایکس اندازه گیری شده است

نام عنصر	مس % اتمی	روی % اتمی	کرم % اتمی	آهن % اتمی	کبالت % اتمی	نیکل % اتمی	تیتانیوم % اتمی	سرب % اتمی
آلیاژ آنتروپی بالا	۱۰/۱	۰/۹	۲۵/۲۶	۲۸/۱۷	-	۳۳/۶۷	۰/۲۱	-

جدول ۲- نام گذاری نمونه های آلیاژ آنتروپی بالای  $FeNi_{1.5}CrCu_{0.5}$  بر اساس عملیات حرارتی انجام گرفته

نام گذاری نمونه آلیاژ آنتروپی بالای $FeNi_{1.5}CrCu_{0.5}$	عملیات حرارتی انجام گرفته روی نمونه
H1	حرارت دادن در دمای $1200^{\circ}C$ به مدت ۴ ساعت و سپس کونچ در آب.
H2	حرارت دادن در دمای $1080^{\circ}C$ به مدت ۱۲ ساعت و سپس کونچ در آب.
P1	حرارت دادن در دمای $1080^{\circ}C$ به مدت ۱۲ ساعت، سپس کاهش دمای کوره تا $800^{\circ}C$ و ماندن در این دما به مدت ۶ ساعت و سپس کونچ در آب.
P2	حرارت دادن در دمای $1080^{\circ}C$ به مدت ۱۲ ساعت، سپس کاهش دمای کوره تا $800^{\circ}C$ و ماندن در این دما به مدت ۲۴ ساعت و سپس کونچ در آب.
P3	حرارت دادن در دمای $1080^{\circ}C$ به مدت ۱۲ ساعت، سپس کاهش دمای کوره تا $800^{\circ}C$ و ماندن در این دما به مدت ۴۸ ساعت و سپس کونچ در آب.

پس از انجام ریخته گری، به منظور کاهش جدایش و از بین رفتن ریزساختار انجمادی، نمونه تحت عملیات حرارتی همگن سازی قرار گرفت. از این رو نمونه هایی از آلیاژ اولیه به طول ۲۰، عرض ۱۵ و ارتفاع ۱۰ میلی متر تهیه و تحت عملیات همگن سازی مختلف به صورتی که در ادامه شرح داده خواهد شد، قرار گرفتند. سپس نمونه های همگن سازی شده به همراه نمونه هایی که تحت عملیات رسوب گذاری<sup>۷</sup> قرار گرفته بودند تحت فرایند نورد سرد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد قرار گرفتند و در دمای  $1000^{\circ}C$  به مدت یک ساعت آنیل شدند. جدول (۲) نام گذاری نمونه ها بر اساس عملیات حرارتی مختلف را نشان می دهد. ریزساختار نمونه ها در شرایط مختلف توسط میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۸</sup> مجهز به طیف سنج پراش انرژی پرتو ایکس<sup>۹</sup> در دانشکده مواد دانشگاه صنعتی اصفهان انجام شد. آزمون پراش پرتو ایکس<sup>۱۰</sup> برای تعیین رسوبات توسط دستگاه پراش پرتو ایکس در شرکت نقش پراش در شهرک علمی تحقیقاتی دانشگاه صنعتی اصفهان

محققان (۲۵ و ۲۶) سیکل های عملیات حرارتی مختلف انجام شد. همچنین تأثیر عملیات رسوب گذاری روی خواص مکانیکی و ریزساختاری آلیاژ مورد بررسی قرار گرفته است.

## ۲- مواد و روش تحقیق

آلیاژ آنتروپی بالای  $FeNi_{1.5}CrCu_{0.5}$  با استفاده از کوره القایی با توان ۲۵ کیلووات و تحت اتمسفر کنترل شده تولید شد. قبل از انجام ذوب، محفظه کوره تا فشار  $2 \times 10^{-2}$  میلی بار خلأ شد، سپس گاز آرگون با خلوص بالاتر از ۹۹/۹۹۹ درصد حجمی سه مرتبه به درون آن دمیده شد تا فشار ۸۰۰ میلی بار به دست آید. به منظور بهبود یکنواختی ترکیب شیمیایی آلیاژ، پس از اتمام فرایند ریخته گری شمش حاصل (طول ۱۰۰، عرض ۶۰ و ارتفاع ۲۰ میلی متر) به قطعات کوچک بریده شد و عملیات ذوب مجدد انجام گرفت. ترکیب شیمیایی آلیاژ توسط طیف سنجی فلورسانس پرتو ایکس<sup>۹</sup> مورد بررسی قرار گرفت که نتایج آن در جدول (۱) آورده شده است.

خطی بین داده‌های آزمون سنبه برشی و کشش برای استحکام تسلیم و استحکام نهایی به ترتیب به صورت روابط (۲) و (۳) پیشنهاد کردند.

$$\sigma_{0.02} = \alpha \tau_{1.00} \quad \text{که} \quad \alpha = 1.77 \quad (2)$$

$$\sigma_{UTS} = \beta \tau_{USS} \quad \text{که} \quad \beta = 1.80 \quad (3)$$

تلسزکو و همکاران (۲۸)، رابطه خطی دیگری بین مؤلفه کرنش سختی حاصل از داده‌های آزمون سنبه برشی و ازدیاد طول یکنواخت به صورت رابطه (۴) پیشنهاد کردند:

$$\left( \frac{n_\tau}{0.002} \right)^{n_\tau} = \frac{\tau_{USS}}{\tau_{SYS}} \quad (4)$$

و

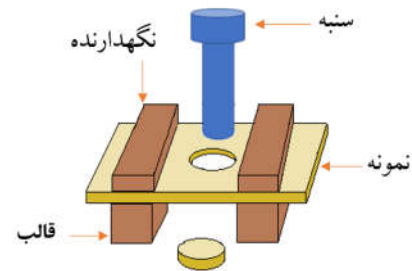
$$\varepsilon_u \% = 2.26n_\tau - 0.15 \quad (5)$$

که (%)  $\varepsilon_u$  ازدیاد طول برشی یکنواخت،  $n_\tau$  ضریب کرنش سختی در آزمون سنبه برشی و  $\sigma_{0.02}$  و  $\tau_{1.00}$  به ترتیب، توسط تخمین نقطه تسلیم از طریق روش آفست<sup>۱۲</sup> در مقدار ازدیاد طول ۰/۰۲ درصد در آزمون کشش و مقدار جابه‌جایی نرمال شده یک درصد در آزمون سنبه برشی حاصل می‌شوند.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- بررسی میکروساختار

ابتدا یک نمونه در دمای  $1200^\circ\text{C}$  به مدت چهار ساعت داخل کوره قرار گرفت و سپس در آب کونچ شد (نمونه H1). میکروساختار نمونه توسط میکروسکوپ نوری مورد بررسی قرار گرفت. شکل (۲-الف و ب) به ترتیب، تصاویر میکروسکوپی نوری از نمونه ریختگی و نمونه H1 را نشان می‌دهد. دانه‌های ستونی طویل در نمونه H1 تشکیل شده است. مرز این دانه‌های طویل به صورت مرزهای دندانه‌دار مشاهده شد. دندانه‌دار شدن مرزدانه ناشی از جدایش اتمی ناپیوسته است که با هدف کاهش انرژی کرنش الاستیک بیش از حد ناشی می‌شود (۲۹). فرایند دندانه‌زنی این پتانسیل را دارد که مرزهای دانه را از یک پیکربندی «تصادفی» به مرزهای ویژه تبدیل کند. مرزدانه‌های ویژه با مشخصه انرژی پایین ترشان

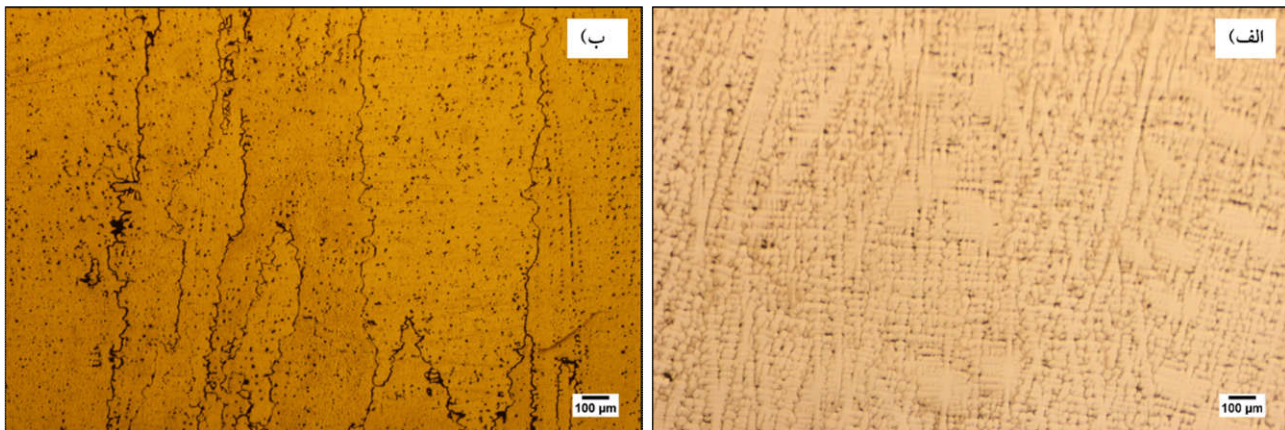


شکل ۱- شماتیک تجهیزات آزمون سنبه برشی.

انجام شد. برای تعیین خواص مکانیکی نمونه‌ها از آزمون سنبه برشی<sup>۱۱</sup> استفاده شد. زمانی که مقدار نمونه محدود باشد، برای تعیین خواص مکانیکی آلیاژ مورد نظر مانند استحکام تسلیم و حداکثر استحکام نهایی از آزمون سنبه برشی استفاده می‌شود. تجهیزات آزمون سنبه برشی مطابق شماتیک نشان داده شده در شکل (۱) شامل دو قسمت است. سنبه که در محفظه بالایی دستگاه نصب می‌شود و قالب که در محفظه پایین نصب می‌شود. جنس قالب و سنبه آزمون سنبه برشی مورد استفاده در این تحقیق فولاد ابزار سخت شده در هوا AISI D2 با سختی  $60 \pm 2$  راکول سی بود. نمونه با ضخامت کم‌تر از  $500$  میکرومتر بین قالب و یک واشر، که به منظور قرار گرفتن صحیح نمونه در محل خود با دو پیچ محکم می‌شود، قرار می‌گیرد. سنبه که دارای سطح صاف است به سمت نمونه حرکت کرده و داخل نمونه وارد می‌شود و یک دیسک دایره‌ای شکل از نمونه بریده می‌شود. سنبه را با هر اندازه‌ای می‌توان ساخت. در مطالعه حاضر پانچ با قطر  $3$  میلی‌متر و قالب به قطر  $3/04$  میلی‌متر استفاده شد. سنبه و قالب بر روی دستگاه تست Hounsfield H25KS نصب و بر روی هر نمونه سه مرتبه آزمون انجام شد و مقادیر متوسط در اینجا گزارش شده است. منحنی حاصل از نیروی برشی و جابه‌جایی سنبه حین آزمون سنبه برشی بسیار شبیه به منحنی آزمون کشش است. تنش برشی با استفاده از رابطه (۱) به دست می‌آید:

$$\tau = \frac{P}{\pi Dt} \quad (1)$$

که  $D$  میانگین قطر سنبه و ماتریس،  $P$  نیروی به کار رفته و  $t$  ضخامت نمونه است. گادورو و همکاران (۲۷)، یک رابطه



شکل ۲- تصاویر میکروسکوپی نوری الف) نمونه ریختگی و ب) نمونه H1 از آلیاژ آنتروپی بالای  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$ .

ب) به ترتیب تصاویر میکروسکوپی نوری و الکترونی روبشی به همراه طیف‌سنجی پراش انرژی اشعه ایکس از ناحیه جدایش یافته مرز نمونه H2 را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که با وجود افزایش زمان همگن‌سازی تا ۱۲ ساعت، همچنان نواحی جدایش یافته غنی از کروم به‌طور ناپیوسته در مرزها وجود دارند.

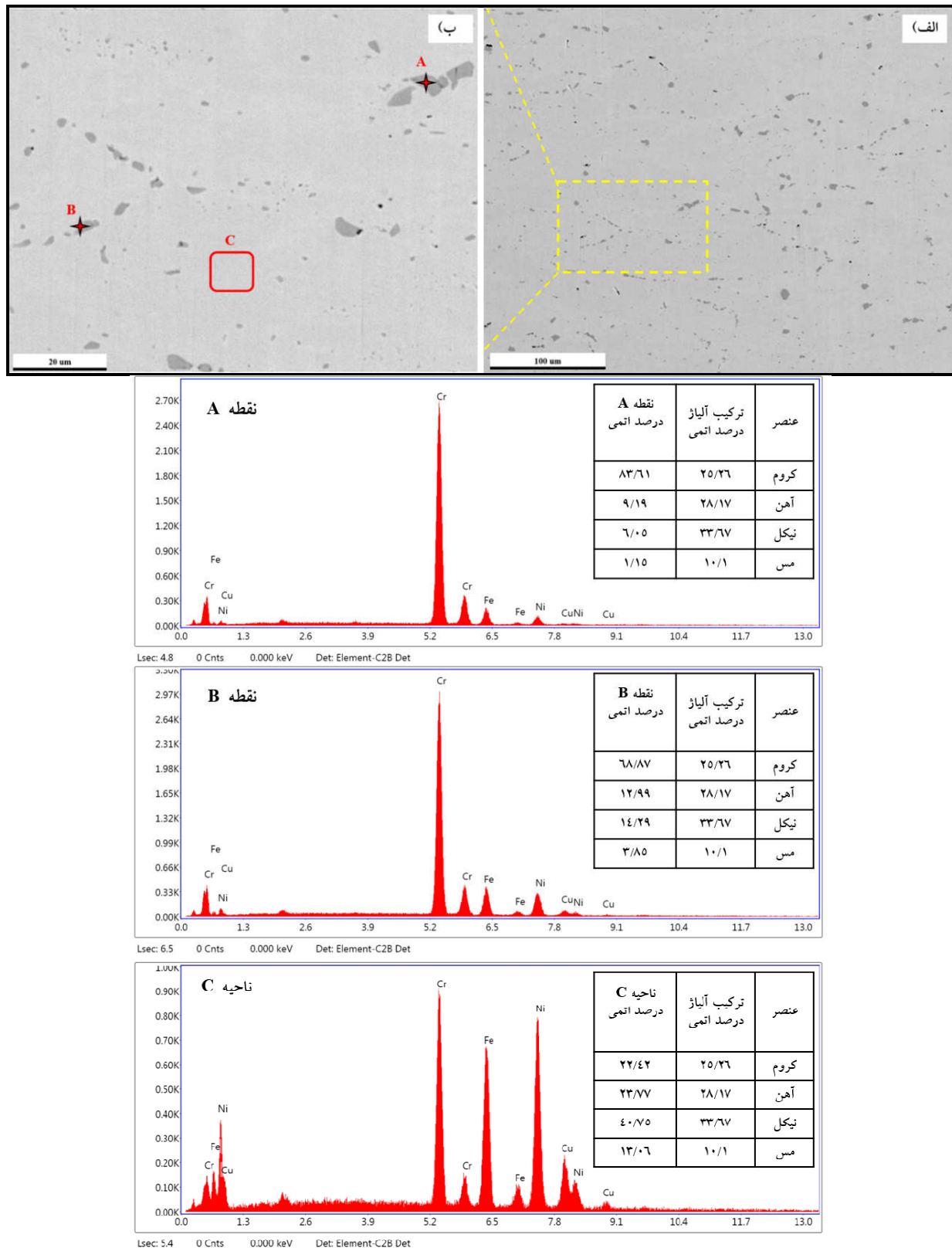
به‌منظور از بین بردن نواحی جدایش کروم در مرزها، از عملیات رسوب‌گذاری استفاده شد. بنابراین نمونه‌هایی از آلیاژ آنتروپی بالای  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$  پس از همگن‌سازی در دمای  $^{\circ}\text{C}$  ۱۰۸۰ به مدت ۱۲ ساعت، در دمای  $^{\circ}\text{C}$  ۸۰۰ به مدت زمان‌های مختلف ۶ (نمونه P1)، ۲۴ (نمونه P2) و ۴۸ ساعت (نمونه P3) قرار گرفتند (شکل ۵-الف-ج).

از آنجایی که بررسی تصاویر میکروسکوپی نوری تغییری در ساختار نمونه‌ها نشان نداد، برای بررسی تأثیر هرکدام از عملیات حرارتی فوق روی شکل‌پذیری و استحکام آلیاژ، نمونه‌های فوق تحت عملیات نورد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد قرار گرفتند (شکل ۶) و سپس در دمای  $^{\circ}\text{C}$  ۱۰۰۰ به مدت ۱ ساعت آنیل شدند.

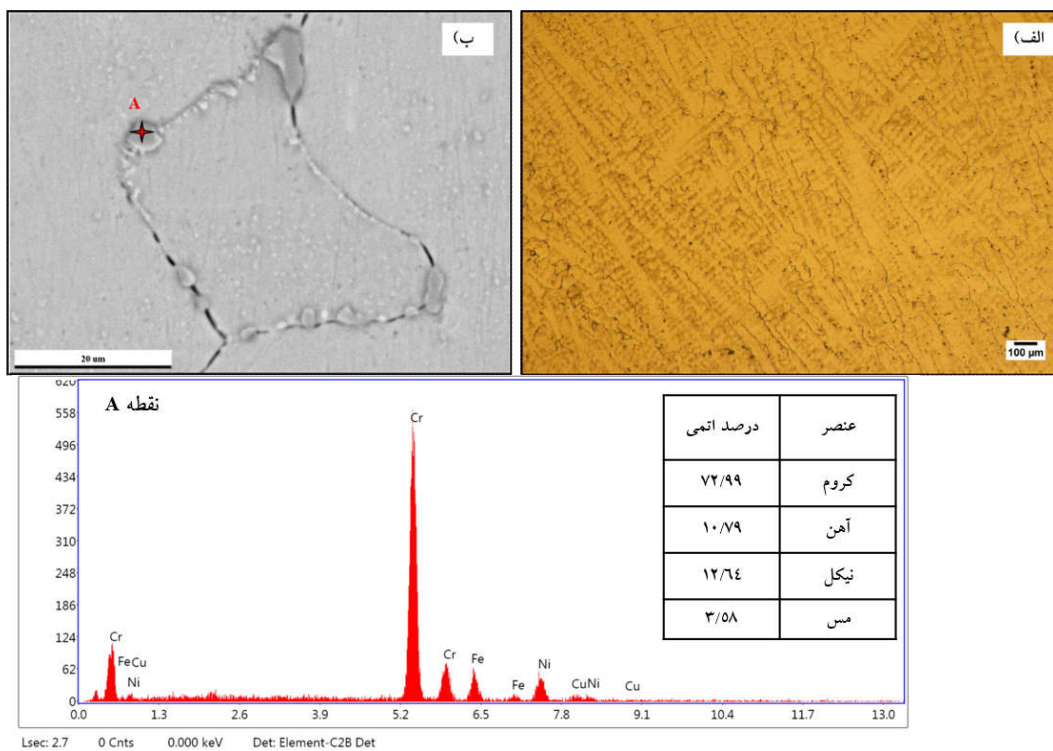
شکل (۶)، ریزساختار نمونه‌های نورد شده با کاهش ضخامت ۸۰ درصد را که از صفحه RD-ND نمونه‌ها تهیه شده است به ترتیب برای نمونه H2 (الف) و نمونه‌های P1 (ب)، P2 (ج) و P3 (د) نشان می‌دهد. باندهای برشی به وضوح در تصاویر قابل مشاهده هستند که تراکم این باندهای برشی در

تعریف می‌شوند و به صفحات مرزی با شاخص پایین مانند {۱۱۱} ختم می‌شوند (۳۰). در نتیجه، انگیزه اساسی زیربنای دندانه‌زدن مرزها تا حدی از کاهش انرژی آزاد سطحی در واحد سطح در مرزهای دانه ناشی می‌شود (۳۱). برای بررسی بیش‌تر ریزساختار نمونه پس از همگن‌سازی، تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه به همراه طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس در نواحی مختلف نمونه در شکل (۳) نشان داده شده است. مقایسه نتایج طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس با ترکیب شیمیایی آلیاژ نشان می‌دهد که کروم تمایل به جدایش دارد و نواحی غنی از کروم به‌صورت نواحی تیره رنگ در تصویر شکل (۳) ظاهر شده است. بنابراین مقدار کروم در نقطه A از حدود ۲۵ درصد در آلیاژ ریختگی به ۸۴ درصد افزایش و مقادیر نیکل، آهن و مس کاهش قابل توجه یافته است. در نقطه B هم روند مشابهی مشاهده می‌شود. ترکیب شیمیایی زمینه (ناحیه C) مشابه آلیاژ ریختگی است و مقدار کروم و آهن تقریباً برابر، نیکل بیش‌تر از سایر عناصر و مس مقدار کم‌تری دارد. تغییر ترکیب شیمیایی زمینه در مقایسه با آلیاژ ریختگی به دلیل تشکیل مناطق جدایش یافته ناپیوسته غنی از کروم است.

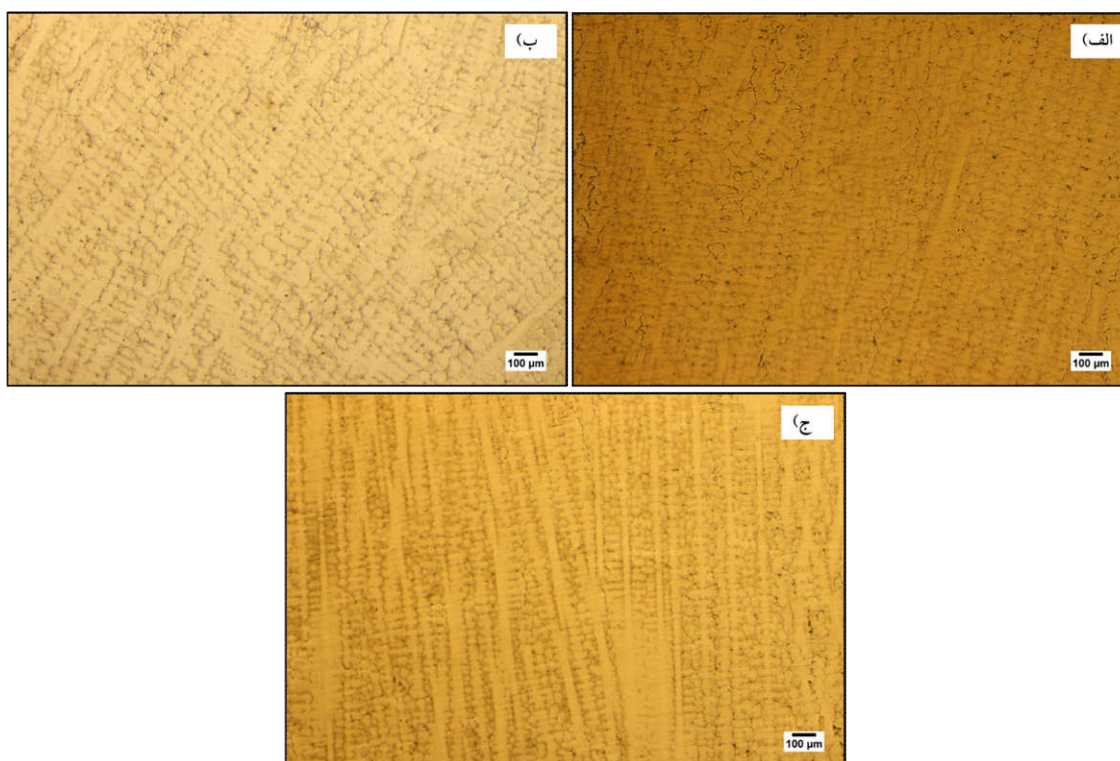
به‌منظور افزایش هم‌وزنیته ساختار زمان همگن‌سازی افزایش یافت و نمونه به مدت ۱۲ ساعت در دمای  $^{\circ}\text{C}$  ۱۰۸۰ قرار گرفت و سپس در آب کونچ شد (نمونه H2). شکل (۴-الف و



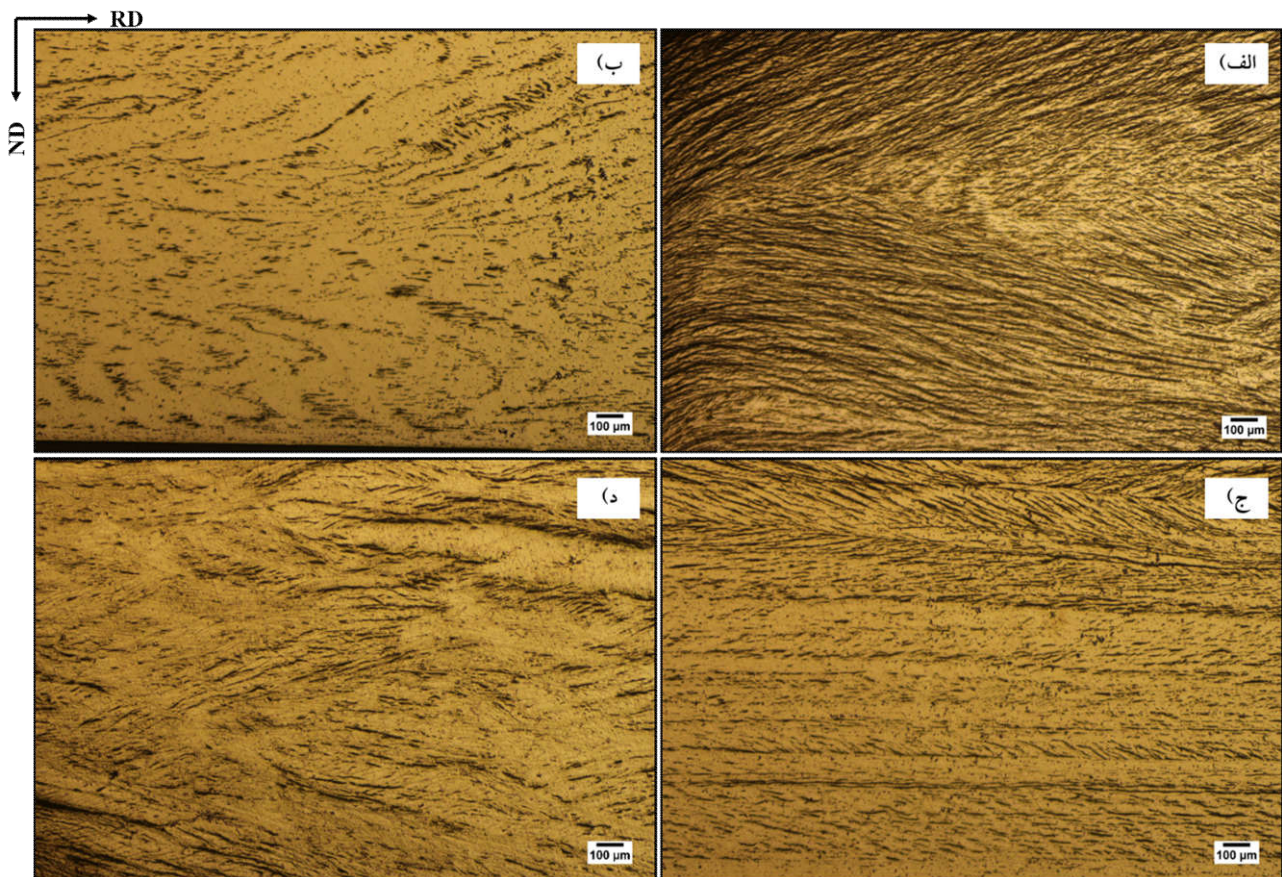
شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی آلیاژ اُنترِویی بالای  $FeNi_{1.5}CrCu_{0.5}$  در حالت H1  
الف) بزرگنمایی کم و ب) بزرگنمایی بالا به همراه طیف سنجی پراش انرژی اشعه ایکس از نواحی مختلف.



شکل ۴- الف) تصویر میکروسکوپی نوری و ب) تصویر میکروسکوپی الکترونی رویشی به همراه نتیجه طیف سنجی پراش انرژی اشعه ایکس از ناحیه جدایش یافته در مرز نمونه آلیاژ آنتروپی بالای  $FeNi_{1.5}CrCu_{0.5}$  در حالت H2.



شکل ۵- تصاویر میکروسکوپی نوری از آلیاژ آنتروپی بالای  $FeNi_{1.5}CrCu_{0.5}$  در شرایط عملیات حرارتی مختلف الف) P1، ب) P2 و ج) P3.



شکل ۶- تصاویر میکروسکوپی نوری آلیاژ آنتروپی بالای  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$  پس از نورد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد. نمونه‌ها قبل از نورد تحت عملیات حرارتی مختلف (الف) H2، (ب) P1، (ج) P2 و (د) P3 قرار گرفتند.

میکروسکوپی الکترونی روبشی از نمونه‌های آلیاژ آنتروپی بالای  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$  پس از آنیل در دمای  $1000^\circ\text{C}$  به مدت یک ساعت، در دو حالت H2 و P3 به ترتیب در شکل‌های (۹-الف) و (ب) ارائه شده است. همچنین، تصویر نمونه P3 با استفاده از الکترون‌های ثانویه به منظور تشخیص واضح تر رسوبات، در شکل (۹-ج) نمایش داده شده است. تأثیر عملیات رسوب گذاری بر کاهش اندازه به وضوح قابل مشاهده است و همچنین، شکل غیرکروی رسوبات نیز مورد توجه قرار گرفته است.

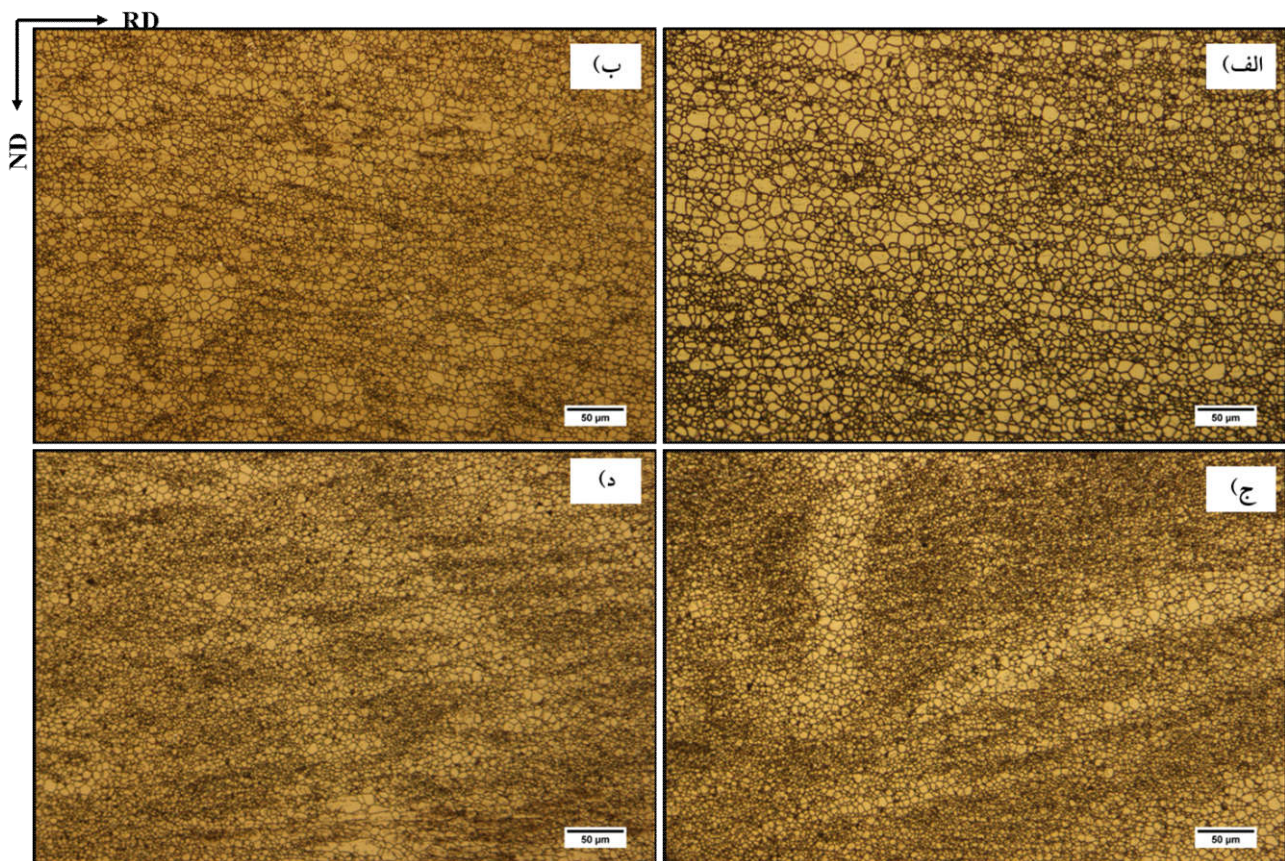
### ۳-۲- تعیین رسوب

برای تعیین رسوبات تشکیل شده در آلیاژ مورد مطالعه، از روش مورد استفاده توسط مهدی زاده و همکاران (۳۲)، بهره گرفته

نمونه H2 بیش تر به نظر می‌رسد. با افزایش زمان رسوب گذاری، شکل پذیری آلیاژ و کیفیت سطح نورد بهبود قابل توجهی پیدا می‌کند. شکل (۷) تصاویر میکروسکوپی نوری و شکل (۸) نمودار توزیع اندازه دانه برای نمونه‌های آلیاژ آنتروپی بالای  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$  تحت عملیات همگن سازی و رسوب گذاری با زمان‌های مختلف که پس از نورد سرد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد در دمای  $1000^\circ\text{C}$  به مدت یک ساعت آنیل شده‌اند را نشان می‌دهد. کاهش اندازه دانه‌ها در نمونه P1 (شکل ۷ و ۸) نسبت به نمونه H2 (شکل ۷ و ۸ الف) به وضوح قابل مشاهده است. با افزایش زمان رسوب گذاری به ۲۴ ساعت (شکل ۷ و ۸ ج) و ۴۸ ساعت (شکل ۷ و ۸ د)، تغییر قابل توجهی در اندازه دانه مشاهده می‌شود.

به منظور مشاهده دقیق تر رسوبات و مقایسه بهتر، تصویر



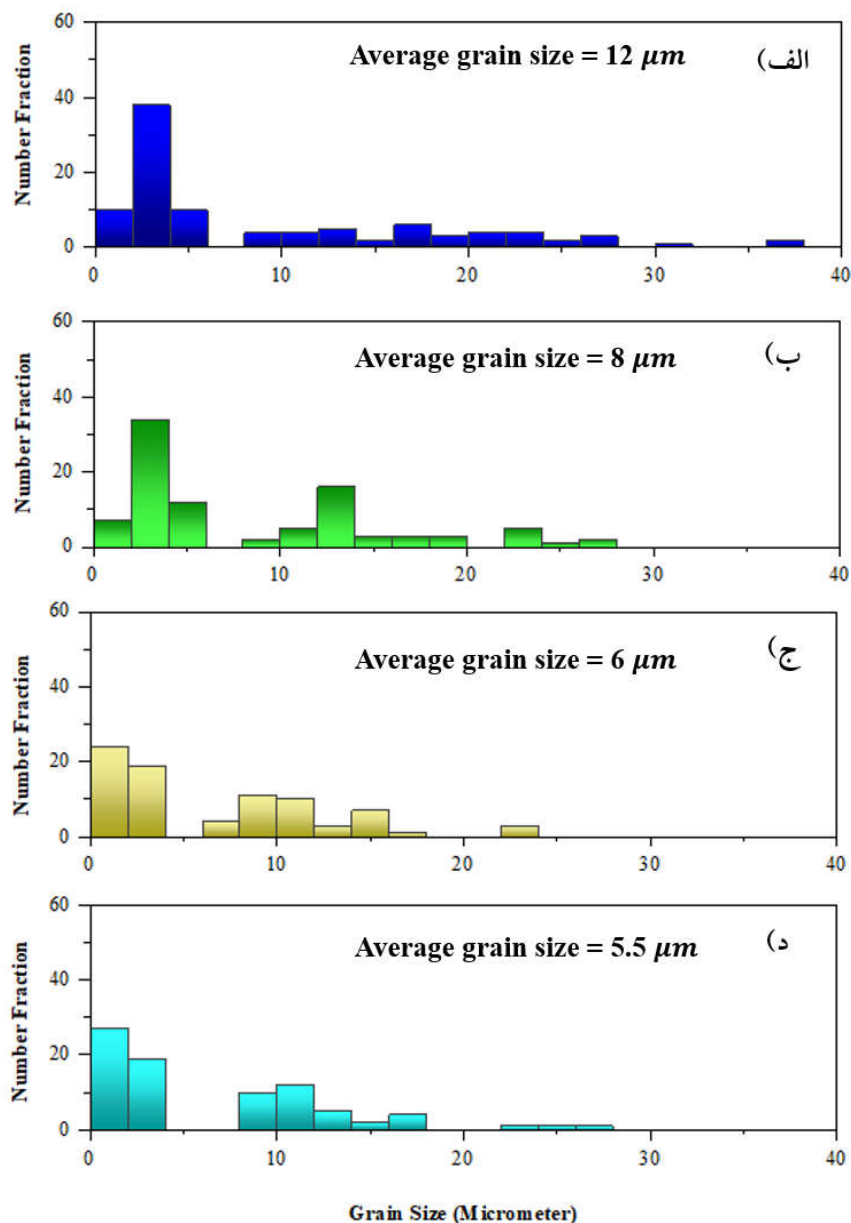


شکل ۷- تصاویر میکروسکوپی نوری آلیاژ آنتروپی بالای  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$  که پس از نورد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد در دمای  $1000^\circ\text{C}$  به مدت یک ساعت آنیل شده است. نمونه‌ها قبل از نورد تحت شرایط عملیاتی مختلف الف (H2، ب) P1، ج) P2 و د) P3 قرار گرفتند.

### ۳-۳- خواص مکانیکی

شکل (۱۱) نمودار نیرو برحسب مقدار جابه‌جایی نرمال شده را برای نمونه‌های H2 و P3 در حالت اولیه، پس از نورد با ۸۰ درصد کاهش ضخامت، و آنیل در دمای  $1000^\circ\text{C}$  به مدت یک ساعت نشان می‌دهد. با استفاده از رابطه (۱) و در نظر گرفتن میانگین قطر سنبه و ماتریس به‌عنوان D و ضخامت نمونه t، تنش برشی برای هر جابه‌جایی محاسبه می‌شود. متغیرهای مکانیکی مانند استحکام برشی نهایی<sup>۱۳</sup>، استحکام تسلیم برشی<sup>۱۴</sup> و ازدیاد طول برشی<sup>۱۵</sup>، از منحنی‌های آزمون سنبه برشی محاسبه و در جدول (۳) ارائه داده شده است. شکل (۱۲) نمودار ستونی استحکام تسلیم برشی و حداکثر استحکام برشی نمونه‌های H2 و P3 را برای سهولت بیش‌تر مقایسه نشان می‌دهد. هیچ روش استاندارد برای تعیین نقطه تسلیم در نمودار

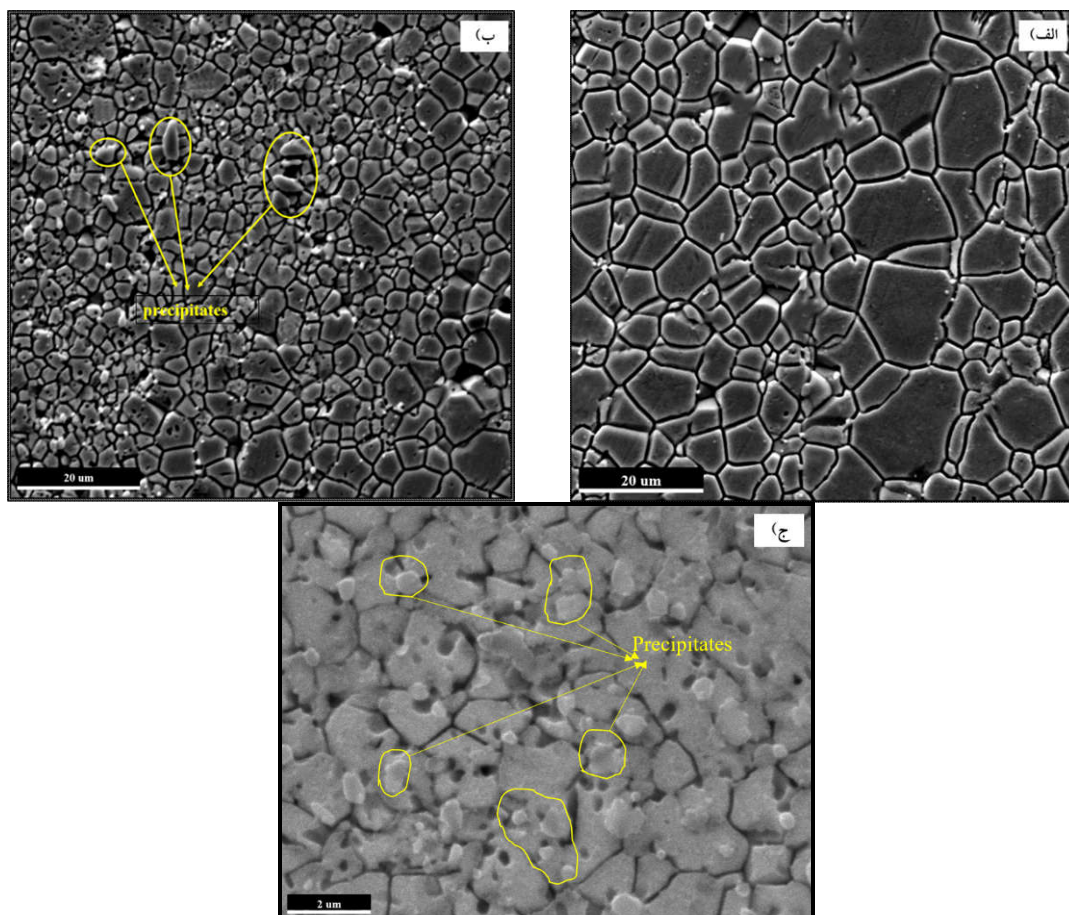
شد. بر این اساس، نمونه‌ای از آلیاژ  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$  پس از عملیات حرارتی همگن‌سازی در دمای  $1080^\circ\text{C}$  به مدت ۱۲ ساعت و رسوب‌گذاری در دمای  $800^\circ\text{C}$  به مدت ۴۸ ساعت، به وزن  $4/189$  گرم به‌عنوان کاتد و یک صفحه تیتانیوم با روکش پلاتین به‌عنوان آند به منبع تغذیه با دانسیته جریان  $1/2$  آمپر متصل و در محلول ۹۰ درصد اتانول+۱۰ درصد اسید کلریدریک قرار گرفت. پس از یک ساعت، نمونه به‌طور کامل حل شد و محلول سبز رنگی حاصل شد. محلول از کاغذ صافی به‌آرامی عبور داده و رسوبات جمع‌آوری شد. سپس، آزمون پراش اشعه ایکس برای تعیین نوع رسوبات انجام شد (شکل ۱۰). نتیجه آزمون پراش پرتو ایکس نشان داد که رسوبات از نوع  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  هستند.



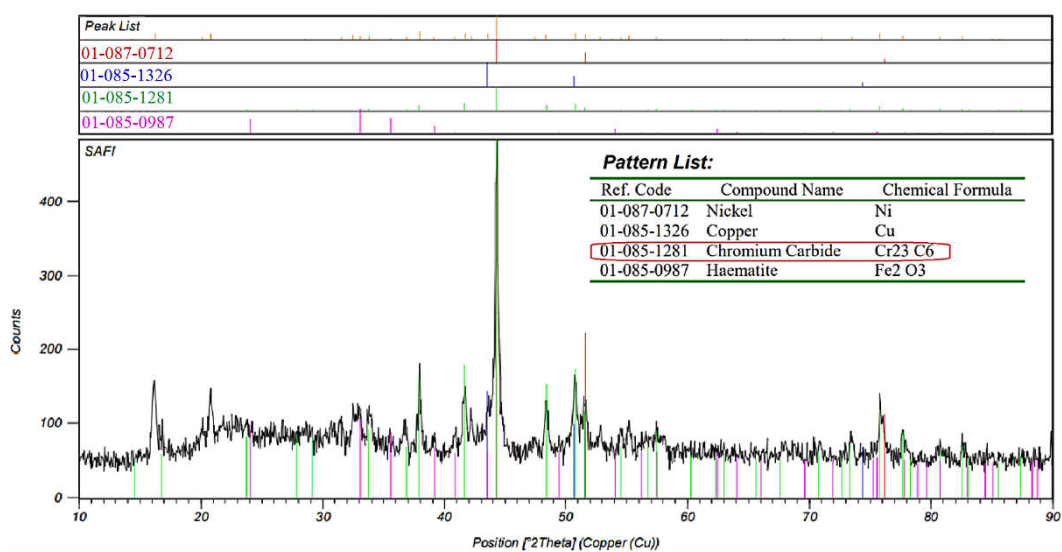
شکل ۸- توزیع اندازه دانه برای نمونه‌های آلیاژ آنتروپی بالای  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$  که پس از نورد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد در دمای  $^{\circ}\text{C}$  ۱۰۰۰ به مدت یک ساعت آئیل شده‌اند. نمونه‌ها قبل از نورد در شرایط مختلف (الف)  $\text{H2}$ ، (ب)  $\text{P1}$ ، (ج)  $\text{P2}$  و (د)  $\text{P3}$  عملیات حرارتی شدند.

منحنی در اینجا پس از رفتار خطی، قبل از رسیدن به حداکثر تنش، از حالت خطی منحرف می‌شود. نقطه انحراف از حالت خطی، نقطه استحکام تسلیم برشی (SYS) و نقطه حداکثر منحنی، حداکثر استحکام برشی (USS) است. با به دست آوردن تنش تسلیم برشی و حداکثر تنش برشی به ترتیب با استفاده از روابط (۲) و (۳)، می‌توان استحکام تسلیم و حداکثر استحکام را

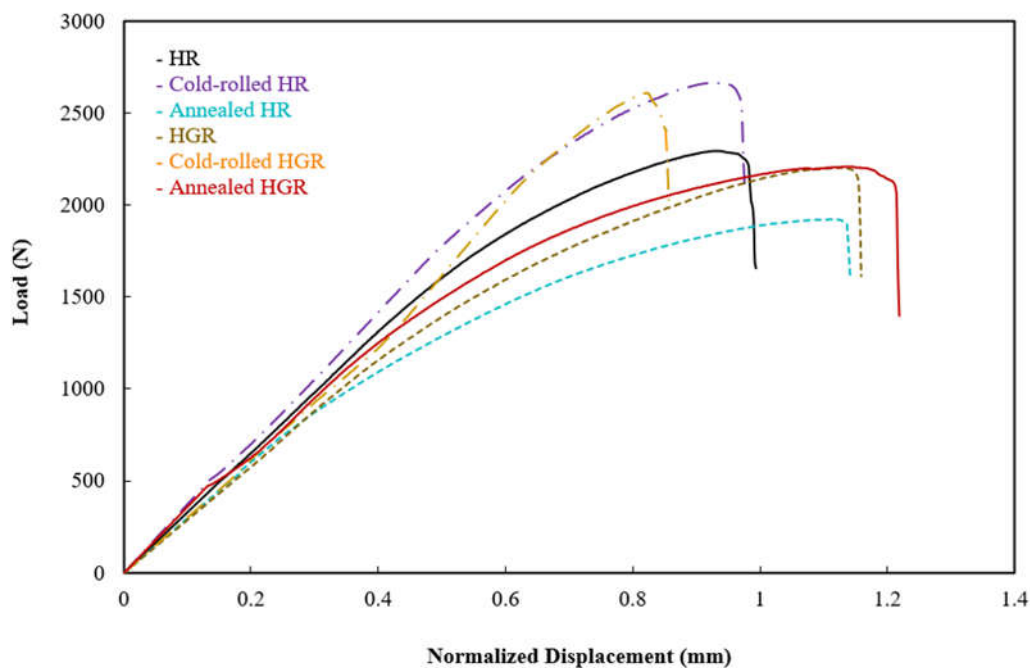
آزمون سنبه برشی وجود ندارد. با این حال، سه روش توسط محققین مختلف پیشنهاد شده است. روش مورد استفاده در این تحقیق روش آفست یک درصد در نمودار جابه‌جایی نرماله شده (نمودار افقی حاصل تقسیم مقدار جابه‌جایی سنبه به ضخامت نمونه که تحت عنوان جابه‌جایی نرماله شده است  $(\delta/t)$  بیان می‌شود) (۳۳). مشابه منحنی تنش- کرنش در آزمون کشش،



شکل ۹- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM) از آلیاژ آنتروپی بالای  $FeNi_{1.5}CrCu_{0.5}$  پس از نورد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد و آنیل در دمای  $1000^{\circ}C$  به مدت یک ساعت. حالت نمونه‌ها قبل از نورد: (الف) H2، (ب) P3. (ج) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی با الکترون‌های ثانویه از نمونه P3 برای تشخیص واضح تر رسوبات.



شکل ۱۰- الگوی پراش اشعه ایکس رسوبات جمع آوری شده از آلیاژ آنتروپی بالای  $FeNi_{1.5}CrCu_{0.5}$  در حالت P3.



شکل ۱۱- نمودار نیرو برحسب جابه‌جایی برای نمونه‌های H2 و P3 در حالت اولیه، پس از نورد سرد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد و پس از آنیل در دمای ۱۰۰۰ °C به مدت یک ساعت.

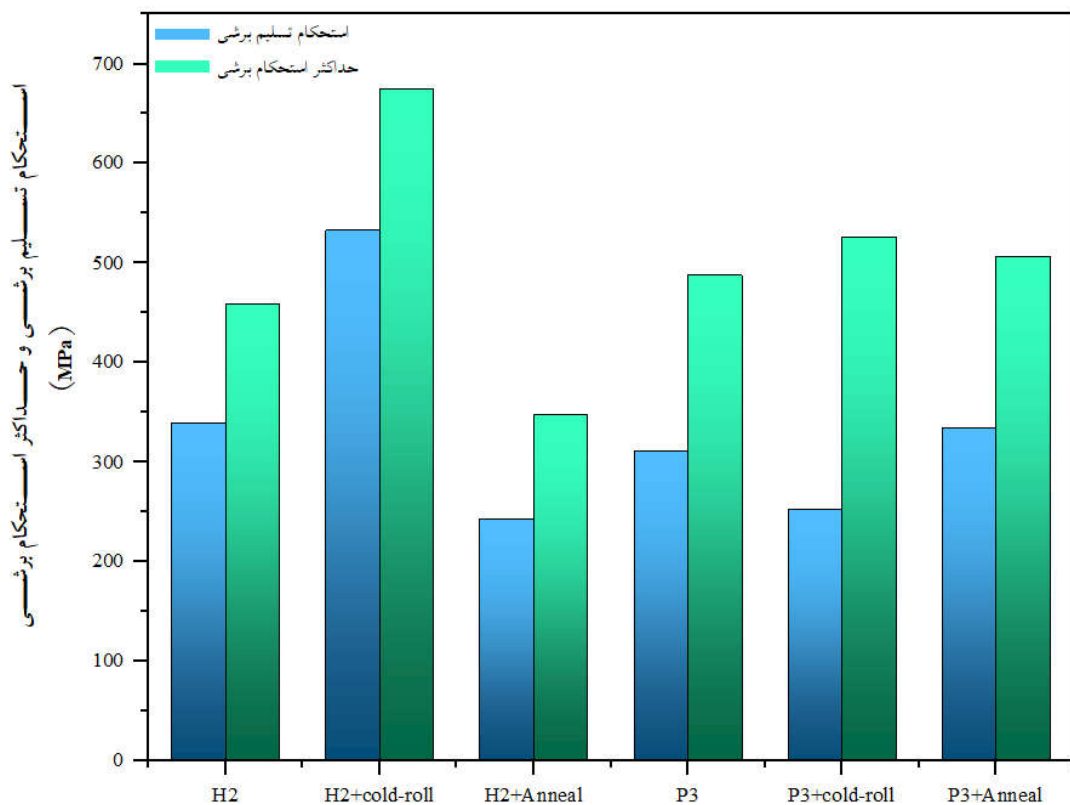
جدول ۳- نتایج آزمون سنبه برشی برای آلیاژ آنتروپی بالای FeNi<sub>1.5</sub>CrCu<sub>0.5</sub> تحت دو حالت H2 و P3، نورد سرد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد و آنیل شده به مدت یک ساعت در دمای ۱۰۰۰ °C

نمونه آلیاژ آنتروپی بالای FeNi <sub>1.5</sub> CrCu <sub>0.5</sub>	استحکام تسلیم برشی (MPa)	استحکام نهایی برشی (MPa)	استحکام تسلیم (MPa)	استحکام نهایی (MPa)	ازدیاد طول برشی (%)
H2	۳۴۰±۶	۴۵۹±۷	۶۰۲±۶	۸۲۷±۷	۰/۰۳
H2 + نورد سرد	۵۳۳±۵	۶۷۵±۶	۹۴۴±۵	۱۲۱۴±۶	۰/۰۰۰۹
H2 + نورد سرد + آنیل	۲۴۳±۵	۳۴۸±۶	۴۳۰±۵	۶۲۷±۶	۰/۰۶
P3	۳۱۱±۸	۴۸۸±۵	۵۵۰±۴	۸۷۸±۵	۰/۱
P3 + نورد سرد	۲۵۳±۳	۵۲۶±۴	۴۴۸±۳	۹۴۶±۴	۰/۲۲
P3 + نورد سرد + آنیل	۳۳۵±۶	۵۰۷±۵	۵۹۳±۶	۹۱۳±۵	۰/۰۹

یافته است. دلیل این امر می‌تواند به از بین رفتن جدایش عنصر کروم در مرز و تشکیل رسوبات Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> که منجر به افزایش شکل‌پذیری آلیاژ شده است، مرتبط باشد. پس از نورد سرد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد استحکام تسلیم و استحکام نهایی نمونه H2 افزایش و ازدیاد طول برشی آن کاهش می‌یابد که به دلیل افزایش دانسیته نابه‌جایی‌ها و باندهای برشی به‌عنوان

محاسبه کرد. همچنین، با داشتن تنش تسلیم برشی و حداکثر تنش برشی و توسط رابطه (۴) می‌توان ازدیاد طول برشی را به‌دست آورد.

براساس نتایج ارائه شده در جدول (۳)، پس از عملیات رسوب‌گذاری به مدت ۴۸ ساعت در دمای ۸۰۰ °C استحکام تسلیم به مقدار جزئی کاهش یافته و استحکام نهایی افزایش



شکل ۱۲- نمودار ستونی استحکام تسلیم برشی و حداکثر استحکام برشی برای نمونه‌های H2 و P3 در حالت اولیه، پس از نورد سرد و آنیل در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$ .

مرزها تبدیل به مرزهای زاویه کم و سلول‌های نابه‌جایی تبدیل به دانه‌های فرعی می‌شود که در جهت نورد کشیده می‌شوند. با افزایش مقدار تغییرشکل، مرزهای زاویه کم قادر به جای دادن نابه‌جایی‌های بیش‌تری در خود نیستند و بنابراین با چرخش خود، به مرزهای اصلی تبدیل می‌شوند (۳۴). پس از آنیل به مدت یک ساعت در دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  در هر دو نمونه H2 و P3 کاهش استحکام تسلیم و نهایی و افزایش ازدیاد طول برشی نسبت به حالت نورد سرد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد مشاهده می‌شود اما نمونه P3 به دلیل داشتن اندازه دانه کوچک‌تر پس از آنیل، استحکام و شکل‌پذیری بیش‌تری نسبت به نمونه H2 دارد.

#### ۴- نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر، تأثیر عملیات رسوب‌گذاری بر میکروساختار و خواص مکانیکی آلیاژ آنتروپی بالای  $\text{FeNi}_{1.5}\text{CrCu}_{0.5}$  پس از

مکانیزم اصلی تغییرشکل این آلیاژ است. اما در نمونه P3 روند غیرمشابهی رخ می‌دهد. در این نمونه پس از نورد سرد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد استحکام تسلیم نسبت به حالت قبل از نورد کاهش و استحکام نهایی افزایش می‌یابد. دلیل این امر می‌تواند مربوط به تشکیل دانه‌های عاری از کرنش در باندهای برشی باشد که در برخی دیگر از آلیاژهای آنتروپی بالا نیز این پدیده مشاهده شده است. باندهای برشی، که نواحی باریک با مقدار کرنش موضعی بالا هستند، در هنگام نورد با کاهش ضخامت‌های زیاد تشکیل می‌شوند. در نمونه P3، باندهای برشی به صورت غیریکنواخت مشاهده می‌شوند؛ و در برخی مناطق به صورت ظریف و در برخی دیگر به صورت ضخیم هستند. این غیریکنواختی به دلیل وجود رسوبات  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  است. در باندهای برشی ضخیم، با افزایش کرنش، زاویه عدم تطابق مرزهای سلول نابه‌جایی افزایش می‌یابد و با گذشت زمان، این

ضخامت ۸۰ درصد استحکام نمونه H3 بیش تر از P3 بود، که احتمالاً به دلیل وقوع تبلور مجدد در باندهای برشی ضخیم تشکیل شده در نمونه P3 است. با این حال، پس از آنیل در دمای ۱۰۰۰°C استحکام و شکل پذیری نمونه P3 به دلیل تأثیر رسوبات بر کاهش اندازه دانه، نسبت به نمونه H2 افزایش یافت.

بنابراین عملیات رسوب گذاری به عنوان یک روش مؤثر برای بهبود خواص مکانیکی آلیاژ آنتروپی بالای FeNi<sub>1.5</sub>CrCu<sub>0.5</sub> شناخته می شود.

### تشکر و سپاسگزاری

تأمین کننده اعتبار پژوهشی این مقاله دانشگاه صنعتی اصفهان بوده، در همین راستا از کمک های این دانشگاه تقدیر می شود.

### تضاد منافع

نویسندگان مقاله اذعان دارند هیچ نوع تضاد منافی با شخص، شرکت یا سازمانی برای این پژوهش ندارند.

نورد سرد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد و آنیل در دمای ۹۰۰°C مورد بررسی قرار گرفت و نتایج زیر به دست آمد:

۱- عملیات رسوب گذاری به حذف نواحی جدایش یافته غنی از کروم در مرز دانه ها و تشکیل رسوبات Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> در مرز دانه ها منجر شد.

۲- نمونه های رسوب گذاری شده در مقایسه با نمونه های همگن شده بدون رسوب گذاری، شکل پذیری بهتری حین نورد سرد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد نشان دادند.

۳- عملیات رسوب گذاری باعث کاهش متوسط اندازه دانه از ۱۲ میکرومتر در نمونه H2 به ۸ میکرومتر در نمونه P1 پس از نورد ۸۰ درصد و آنیل در دمای ۱۰۰۰°C شد.

۴- با افزایش زمان رسوب گذاری از ۶ به ۴۸ ساعت، متوسط اندازه دانه ها پس از نورد با کاهش ضخامت ۸۰ درصد و آنیل در دمای ۱۰۰۰°C از ۸ میکرومتر به ۵/۵ میکرومتر کاهش یافت.

۵- بررسی خواص مکانیکی نمونه های H3 و P3 نشان داد که عملیات رسوب گذاری موجب افزایش استحکام آلیاژ آنتروپی بالای FeNi<sub>1.5</sub>CrCu<sub>0.5</sub> می شود. پس از نورد سرد با کاهش

### واژه نامه

1. high entropy alloy
2. face centered cubic (FCC)
3. elemental segregation
4. dendritic region (DR)
5. interdendritic region (ID)
6. X-ray fluorescence spectroscopy (XRF)
7. precipitation treatment
8. scanning electron microscopy (SEM)
9. energy dispersive spectroscopy (EDS)
10. X-ray diffraction (XRD)
11. shear punch
12. offset
13. ultimate shear strength (USS)
14. shear yield strength (SYS)
15. shear elongation ( $\epsilon_u$ )

### مراجع

1. Miracle DB, Senkov ON. A critical review of high entropy alloys and related concepts. *Acta Mater.* 2017; 122:448–511. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081>
2. Liu WH, Yang T, Liu CT. Precipitation hardening in CoCrFeNi-based high entropy alloys. *Mater Chem Phys.* 2018; 210:2–11. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.07.037>
3. Gludovatz B, Hohenwarter A, Catoor D, Chang EH, George EP, Ritchie RO. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications. *Science.* 2014; 345:1153–1158. <https://doi.org/10.1126/science.1254581>
4. Pickering EJ, Jones NG. High-entropy alloys: a critical assessment of their founding principles and future prospects. *Int Mater Rev.* 2016; 61(3): 183–202. <https://doi.org/10.1080/09506608.2016.1180020>
5. Zhang Y, Zuo TT, Tang Z, Gao MC, Dahmen KA,

- Liaw PK, Lu ZP. Microstructures and properties of high-entropy alloys. *Prog Mater Sci.* 2014; 61:1–93. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.10.001>
6. Yeh JW, Chen SK, Lin SJ, Gan JY, Chin TS, Shun TT, Tsau CH, Chang SY. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal element: novel alloy design concepts and outcomes. *Adv Eng Mater.* 2004; 6(5):299–303. <https://doi.org/10.1002/adem.2003005677>.
  7. Li Z, Pradeep KG, Deng Y, Raabe D, Tasan CC. Metastable high entropy dual-phase alloys overcome the strength–ductility trade-off. *Nature.* 2016; 534(7606): 227–30. <https://doi.org/10.1038/nature179818>.
  8. Lu Y, Dong Y, Guo S, Jiang L, Kang H, Wang T, Wen B, Wang Z, Jie J, Cao Z, Ruan H. A promising new class of high-temperature alloys: eutectic high-entropy alloys. *Sci Rep.* 2014; 4(1):6200. <https://doi.org/10.1038/srep062009>.
  9. Senkov ON, Wilks GB, Scott JM, Miracle DB. Mechanical properties of Nb<sub>25</sub>Mo<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>W<sub>25</sub> and V<sub>20</sub>Nb<sub>20</sub>Mo<sub>20</sub>Ta<sub>20</sub>W<sub>20</sub> refractory high entropy alloys. *Intermetallics.* 2011; 19(5): 698–706. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2011.01.004>
  10. Gludovatz B, Hohenwarter A, Thurston KV, Bei H, Wu Z, George EP, Ritchie RO. Exceptional damage-tolerance of a medium-entropy alloy CrCoNi at cryogenic temperatures *Nat Commun.* 2016; 7(1):10602. <https://doi.org/10.1038/ncomms10602>
  11. Gludovatz B, Hohenwarter A, Catoor D, Chang EH, George EP, Ritchie RO. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications. *Science.* 2014; 345(6201): 1153–8. <https://doi.org/10.1126/science.125458112>.
  12. Luo H, Li Z, Mingers AM, Raabe D. Corrosion behavior of an equiatomic CoCrFeMnNi high-entropy alloy compared with 304 stainless steel in sulfuric acid solution. *Corros Sci.* 2018;134:131–9. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.02.03113>.
  13. Pradeep KG, Tasan CC, Yao MJ, Deng Y, Springer H, Raabe D. Non-equiatomic high entropy alloys: approach towards rapid alloy screening and property-oriented design. *Mater Sci Eng A.* 2015;648:183–92. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.09.010>
  14. Deng HW, Xie ZM, Zhao BL, Wang YK, Wang MM, Yang JF, Zhang T, Xiong Y, Wang XP, Fang QF, Liu CS. Tailoring mechanical properties of a CoCrNi medium-entropy alloy by controlling nanotwin-HCP lamellae and annealing twins. *Mater Sci Eng A.* 2019; 744:241–6. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.143>
  15. Vaidya M, Guruvidyathri K, Murty BS. Phase formation and thermal stability of CoCrFeNi and CoCrFeMnNi equiatomic high entropy alloys. *J Alloys Compd.* 2019; 774:856–64. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.09.34216>.
  16. Li Z, Pradeep KG, Deng Y, Raabe D, Tasan CC. Metastable high-entropy dual-phase alloys overcome the strength-ductility trade-off. *Nature.* 2016; 534(7606):227–30. <http://dx.doi.org/10.1038/nature17981>
  17. Li C, Hu X, Yang T, Kumar NK, Wirth BD, Zinkle SJ. Neutron irradiation response of a Co-free high entropy alloy. *J Nucl Mater.* 2019; 527:151838. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.151838>
  18. Zhao YL, Yang T, Zhu JH, Chen D, Yang Y, Hu A, Liu CT, Kai JJ. Development of high strength Co-free high-entropy alloys hardened by nanosized precipitates. *Scr Mater.* 2018; 148:51–5. <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.01.028>
  19. Zhang M, Zhang L, Fan J, Yu P, Li G. Novel Co-free CrFeNiNb<sub>0.1</sub>Ti high-entropy alloys with ultra high hardness and strength. *Mater Sci Eng A.* 2019; 764:138212. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2019.13821220>.
  20. T Tung CC, Yeh JW, Shun TT, Chen SK, Huang YS, Chen HC. On the elemental effect of AlCoCrCuFeNi high-entropy alloy system. *Mater Lett.* 2007; 61(1):1–5. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2006.03.140>
  21. Ren B, Liu ZX, Cai B, Wang MX, Shi L. Aging behavior of a CuCr<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>NiMn high-entropy alloy. *Mater Des.* 2012; 33:121–6. <http://dx.doi.org/10.1016%2Fj.matdes.2011.07.005>
  22. Rao ZY, Wang X, Zhu J, Chen XH, Wang L, Si JJ, Wu YD, Hui XD. Affordable FeCr<sub>2</sub>NiMnCu high entropy alloys with excellent comprehensive tensile properties. *Intermetallics.* 2016; 77:23–33. <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2016.06.011>
  23. Ma SG, Qiao JW, Wang ZH, Yang HJ, Zhang Y. Microstructural features and tensile behaviors of the Al<sub>10</sub>5CrCuFeNi<sub>2</sub> high-entropy alloys by cold rolling and subsequent annealing. *Mater Des.* 2015;88:1057–62. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.092>
  24. Ng C, Guo S, Luan J, Wang Q, Lu J, Shi S, Liu CT. Phase stability and tensile properties of Co-free Al<sub>0.5</sub>CrCuFeNi<sub>2</sub> high-entropy alloys. *J Alloys Compd.* 2014; 584:530–7. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.09.105>
  25. Moazzen P, Toroghinejad MR. Enhancement of mechanical properties of a novel single phase Ni<sub>1.5</sub>FeCrCu<sub>0.5</sub> HEA through cold rolling and subsequent annealing. *Mater Sci Eng A.* 2022; 848:143360. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143360>
  26. Taali S, Moazzen P, Toroghinejad MR. Annealing texture in asymmetrically rolled Ni<sub>1.5</sub>FeCrCu<sub>0.5</sub> high-entropy alloy. *JMR&T.* 2022; 18:5075–86. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.04.12627>.
  27. Guduru RK, Darling KA, Kishore R, Scattergood RO, Koch CC, Murty KL. Evaluation of mechanical properties using shear-punch testing. *Mater Sci Eng A.* 2005; 395(1–2):307–14. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2004.12.048>
  28. Toloczko MB, Hamilton GEL ML. In: Proceedings of the IEA International Symposium. In: Proceedings of the IEA International Symposium. United States of America; 1996.
  29. Ye YF, Wang Q, Lu J, Liu CT, Yang Y. High-

- entropy alloy: challenges and prospects. *Materials Today*. 2016;19(6):349-62. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2015.11.026>
30. H.U. Hong, H.W. Jeong, I.S. Kim, B.G. Choi, Y.S. Yoo CYJ. Significant decrease in interfacial energy of grain boundary through serrated grain boundary transition. *Phil Mag*. 2012; 92(22):2809-25. <http://dx.doi.org/10.1080/14786435.2012.676212>
31. H.U. Hong, I.S. Kim, B.G. Choi, Y.S. Yoo CYJ. On the Mechanism of Serrated Grain Boundary Formation in Ni-Based Superalloys with Low  $\gamma'$  Volume Fraction. *Superalloys*. 2012; 53-61.
32. Mehdizadeh M, Farhangi H. Precipitation behavior and mechanical properties of IN 617 superalloy during operating at 850° C. *Int J Press Vessels Pip*. 2022; 198:104674. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2022.104674>
33. Zabihi M, Toroghinejad MR, Shafyei A. Evaluating the mechanical behavior of hot rolled Al/alumina composite strips using shear punch test. *Mater Sci Eng A*. 2014; 618:490-5. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.09.037>
34. Gheysarian A, Rezaeian A, Toroghinejad MR, Rahimzadeh R. Microstructural studies of CuCrFeNi2Mn0.5 high entropy alloy during cold rolling. *J Alloys Compd*. 2024; 987:174197. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.174197>