

## Journal of Advanced Materials and Technologies

Journal Homepage: www.jamt.ir



## **Original Research Article - Extended Abstract**

## Microstructural Investigation Of The Cast And Homogenized Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> High Entropy Alloy

Seyed Mahdi Abbasi 💿 1, Masumeh Seifollahi 💿 2\*, Ebrahim Yousefi 🕼

<sup>1</sup> Professor, Faculty of Materials & Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran.

<sup>2</sup>Assistant Professor, Faculty of Materials & Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran.

<sup>3</sup> Researcher, Faculty of Materials & Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran.

\*Corresponding Author's Email: m\_seifollahi@mut.ac.ir (Masumeh seifollahi)

Paper History: Received: Scientific Accepted: Keywords: High Entropy Alloys, Al10C025Cr8Fe15Ni36Ti6, Microstructure, Homogenization

### ABSTRACT

The as-cast and homogenized microstructures of Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 high Revised in revised form: entropy alloy were investigated in this study. To this end, the high entropy alloy was produced using vacuum induction melting and electro slag remelting processes, and the ESRed block was homogenized at the temperature of 1220 °C for 17 hr. The as-cast, as ESRed and homogenized microstructures were then investigated using optical microscopy, scanning electron microscopy, and X-ray diffraction. On the basis of theoretical measurements, the mixing entropy, atomic size differences, and Valence electron concentration were obtained as 13.05 kJ/mol, 8.8, and 7.97, respectively. These values can predict the formation of a solid solution matrix as the type of BCC + FCC and intermetallic phases. The as-cast microstructure included  $\gamma + \gamma'$  in the dendritic zones and  $\gamma' + \text{NiAl}$  in the interdendritic areas. After homogenization, the dendritic structures were almost eliminated, and they became discontinuous which is an indication of elements distribution homogenization. NiAl phase was also omitted after the homogenization process.

> doi https://doi.org/10.30501/jamt.2023.376241.1259 https://www.jamt.ir/article\_166008.html

URL:

## **1. INTRODUCTION**

The high entropy alloys are known as solid solution alloys that contain 5-13 elements with the same or almost the same atomic percentage (5-35%). Owing to their high entropy, solid solutions with several elements tend to be stable at high temperatures. These alloys are characterized by low diffusion rate, thus causing the formation of nanometer precipitates and severe lattice distortion

due to the difference in atomic radii (Takeuchi et al., 2014) (Ma et al., 2023).

AlCoCrFeNi high entropy alloys have a variety of eutectic microstructures including FCC and BCC phases. Due to the presence of five elements, this alloy is extremely non-uniform with dendritic structure. Therefore, it requires high-temperature homogenization, which in turn reduces the amount of segregation to a desirable extent and eliminates

Please cite this article as: names., "Title...", Journal of Advanced Materials and Technologies (JAMT), Vol. ?, No. ?, (202?), ?-??. (https://doi.org/10.30501/jamt.20??)

2783-0829/© 2023 The Author(s). Published by MERC.

This is an open access article under the CC BY license (https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).



the dendritic structure (Zeng et al., 2023) (Munitz et al., 2016).

Heat treatment process is an integral part of the industrial production components. New studies (Yuan et al., 2023) (Shen et al., 2023) (Shi et al., 2018) on high entropy alloys also confirmed the need for further research in this field. Muntiz et al. (Munitz et al., 2016) assessed the effects of homogenizing temperatures on the microstructure of AlCoCrFeNi high entropy alloy. They found that at 1200 °C for 3 hours, nano phases were precipitated which in trun increased the elongation of the alloy. Ghaderi et al. (Ghaderi et al., 2019) revealed that Al0.5CoCrFeNi alloy had an FCC dendritic structure with droplet BCC phase. The BCC phases increased at 1100 °C in 24 hours of homogenization. In addition, two other types of nodular phase were also nucleated.

Homogenization provides the desired microstructure for the annealing process, and the subsequent aging leads to the development of the service operation. The present study investigated the microstructure of Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 alloy.

#### 2. METHOD

Al0.7CoCrFeNi alloy was melted in a Vacuum Induction Melting (VIM) furnace under a vacuum of  $5 \times 10^{-4}$  Pa. The chemical composition of the alloy was measured using EDS (MIRA3 type) analysis, the results of which are summarized in subjected to Table 1. The alloy was homogenization at 1220 °C for 17 hr, cooled down in the furnace to 950 °C, and then quenched in the air. In order to study the microstructure, the samples were polished and etched in 10ml HCL+ 10ml HNO<sub>3</sub> + 10ml H<sub>2</sub>O solution. The microstructure was then examined through Olympus optical microscope and MIRA3 scanning electron microscopy equipped with EDS analysis.

#### **3. FINDINGS AND ARGUMENT 3-1. Empirical approaches**

To apply Hume-Rothery rules concepts to predict SS phase formation in complex alloys, the HEA community has developed composition-weighted terms for differences in atom radii (dr) and electronegativity (dc) and for an average Valence Electron Concentration (VEC). Thermodynamic considerations are reflected through  $\Delta S_{mix}$ . Through the following equations, the values for these parameters of the alloy can be obtained:

$$\Delta S_{mix} = -R \sum_{i=1}^{n} C_i \ln C_i$$

 $\Delta S_{mix} = -8.314 \ (0.109 \ \text{Ln} \ 0.109 + 0.245 \ \text{Ln} \ 0.245 + 0.076 \ \text{Ln} \ 0.076 + 0.147 \ \text{Ln} \ 0.147 + 0.36 \ \text{Ln} \ 0.36 + 0.06 \ \text{Ln} \ 0.06) = 13.05 \ \frac{kjol}{mol}$ 

 $VEC = \sum_{i=1}^{n} C_i(VEC)i$ 

 $VEC = 0.109 \times 3 + 0.245 \times 9 + 0.076 \times 6 + 0.147 \times 8 \\ + 0.36 \times 10 + 0.06 \times 4 = 7.97$ 



Based on the above calculations, the obtained alloy proved to be a high entropy alloy with FCC+BCC solid solutions. Since  $\delta = 8.8$ , the formation of intermetallic phases like NiAl is probabl.

## **3-2.** As Cast microstructure

Figure 1 shows the dendritic microstructure of the  $Al_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$  cast alloy. The alloy has rough continuous dendrite after VIM and fine one after VAR process.



**Figure 1.** OM microsture of Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> cast alloy after a) VIM and b) VAR

One of the characteristics of the cast alloy is the local segregation as a result of none equilibrium solidification. Figure 2 shows the elemental distribution of the alloys. This figure shows the Al, Ni, and Ti segregation in the interdedritic and Fe, Cr, and Co segregation in the dendritic regions.



**Figure 2.** SEM micrograph and line scan elemental analysis of Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> cast alloy

Declining or deleting segregation that provides diffusion condition during homogenization process is required.

#### 3-3. As homogenized microstructure

After homogenizing heat treatment, the amount of interdendritic phases decreased as a result of Al diffusion from dark to bright region and Fe, Co and Cr diffusin from bright to dark one. The elemental homogenization distribution is shown in Figure 4. Microstructural investigation shows that  $\gamma$ precipitations also formed is during homogenization with the size of 273 nm and 39% volume fraction (Figure 4). According to the phase diagram, when the alloy cools down in the furnace, the  $\gamma'$  phase is precipitated below 1000 °C. The XRD analysis of the alloy under both as-cast and homogenized condition proves the formation of  $\gamma'$ and NiAl. NiAl is almost deleted after homogenizing (Figure 5)



**Figure 3.** SEM micrograph and line scan elemental analysis of Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> homogenized alloy at 1220 °C for 17 hr

#### 4. CONCLUSION AND SUGGESTIONS

Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 alloy with the entropy of 13.05 kJ/mol is the high entropy alloy with FCC+BCC solid solutions. Since  $\delta = 8.8$ , the formation of intermetallic phases like NiAl is probabl.

The cast alloy is composed of Fe, Co, Cr rich dendritic and Ni, Ti, Al rich interdendritic region. The NiAl and  $\gamma'$  phases were formed in the matrix.

Homogenizing occurred at 1220 °C, dissolved NiAl, and diminished the dendritic structure as a result of Ti, Ni, Al diffusion into the dendritic region and Fe, Co, Cr into interdendritic region.

#### 5. ACKNOWLEDGEMENT

This project was supported by The Metallic Materials Research Center of MUT. The authors would like to acknowledge the support of melting laboratory.

![](_page_2_Picture_13.jpeg)

**Figure 4**. FE-SEM micrograph of γ' phases after homogenizing at 1220 °C for 17 hr

![](_page_2_Figure_15.jpeg)

Figure 5. XRD pattern of Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub>.

#### REFERENCES

A.Ghaderi, H. moghni alghlandis, M. Soltani nejad, A. Abbasi, K. Dehghani (2019).
Effect of annealing an microstructure and hardness of 10.5CoCrFeNi high entropy alloy. 8th imat. Tehran: civilika. in persian.

- Ma, L., Wan, J., Lai, Z., Wu, Z., Yang, B., & Zhao, P. (2023). Microstructure and mechanical property of Al56xCo24Cr20Nix eutectic high-entropy alloys with an ordered FCC/BCT phase structure. *Journal of Alloys and Compounds, 936*, 168-194.
- Munitz A, Salhov S, Hayun S, Frage N. (2016). Heat treatment impacts the microstructure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy. *Journal* of Alloys and Compounds, 683, 221-230.
- Shen Q, Huang D, Li F, Liu M, Wang X. (2023). Microstructures and mechanical properties of the precipitation strengthened Al0.4Cr0.7FexNi2V0.2 high entropy alloys. *Materials Science and Engineering A*, 864, 144606.
- Shi Y, Collins L, Feng R, Zhang C, Balke N, the Liaw P K, Yang B. (2018). ent Homogenization of AlxCoCrFeNi highentropy alloys with improved corrosion

resistance. *Corrosion Science*, 133, 120-131.

- Takeuchi A, Amiya K, Wada T, Yubuta K, Zhang W. (2014). High-entropy alloys with a hexagonal close-packed structure designed by equi-atomic alloy strategy and binary phase diagrams. *Journal of Materials*, 66(10), 1984-1992.
- Yuan J, Zhang H, Wang Z, Han P, Qiao J. (2023). Contribution of coherent precipitates on mechanical properties of CoCrFeNiTi0.2 high-entropy alloy at room and cryogenic temperatures. *Intermetallics*, 154, 107-820.
- Zeng X, Li F, Zhou X, Yan W, Li J, Dongye Yang D, Shen Q, Wang X, Liu M. (2023). The phase stability at intermediatetemperature and mechanical behavior of the dual-phase AlCoCr0.5FexNi2.5 high entropy alloys. *Materials Chemistry and Physics*, 297, 127314.

![](_page_4_Picture_1.jpeg)

https://doi.org/10.30501/janu 2021.??????? http://www.jamt.ir/article\_22????.html

URL:

آلیاژ ها بسیار کمتر از تعداد پیش بینی شده از قانون فازی گیبس است. مخلوطشدن چند عنصر اصلی در آلیاژ های آنتروپی بالا آثاری از جمله اثر کوکتیل، اثر آنتروپی بالا، اعوجاج شدید در شبکه و نفوذ کُند را خواهد داشت و در مجموع تمایل به حلالیت و تشکیل فاز های محلول جامد را افزایش می دهد و از تشکیل تعداد زیاد فاز ها جلوگیری میکند (Zhang et al., 2014)

1- مقدمه

آلیاژهای آنتروپی بالا معمولاً پنج عنصر فلزی گوناگون با نسبت اتمی برابر یا تقریباً برابر دارند که اغلب دارای ساختارهای بلوری BCC یا FCC هستند (<u>Ma et al., 2023; Takeuchi et al., 2014</u>).

بسیاری از آلیاژهای آنتروپی بالا محلولی جامد را تشکیل میدهند و تعداد فازهای مشاهدهشده در این

\*عهدهدار مكاتبات

**نشانی**: ایران، تهران، تهران، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوریهای ساخت، **تلفن**: 22935141-021، **دورنگار**: 22935341-021

<u>m\_seifollahi@mut.ac.ir</u> :پيامنگار

![](_page_4_Picture_12.jpeg)

2783-0829/© 2021 The Author(s). Published by MERC. This is an open access article under the CC BY license (https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).

عملیات حرارتی در آلیاژ AlCoCrFeNi علاوه بر تنظیم نسبت فازهای FCC و BCC به انحلال فازهای مضر و ایجاد نانورسوبات و بهبود خواص مکانیکی Nuan et al., 2023; Asgarkhani et al., 2023 (2023; Shi et al., 2018; Shen et al., 2023).

شی و همکاران (2018) دریافتند که همگنسازی در دمای ۱۲۵۰ درجهٔ سلسیوس بهمدت 1000 ساعت موجب تغییرات چشمگیر در ریزساختار، افزایش اندازهٔ دانه و بهبود مقاومت به خوردگی آلیاژ Alo<sub>7</sub>CoCrFeNi میشود (<u>Shi et al. 2018</u>). همچنین، در تحقیقی دیگر مونتیز و همکاران (2016) اثر همگنسازی را در آلیاژ آنتروپی بالای AlcocrFeNi در دمای 1200 درجهٔ سلسیوس بهمدت 3 ساعت بررسی کردند که از نتایج آن ایجاد رسوبات نانومتری، افزایش شکلپذیری و افزایش سختی بود؛ آنها گزارش کردند که با افزایش دما تا ایما درجهٔ سلسیوس اکثر فازهای موجود حل شدهاند (<u>Munitz et al. 2016</u>). در تحقیقی دیگر، قادری و همکاران (2019) تأثیر همگنسازی را در ریزساختار و سختی آلیاژ آنتروپی بالای Alo.5CoCrFeNi بررسی

و گزارش کردند که آلیاژ مذکور در حالت ریختگی دارای ساختار دندریت ستونی و فاز زمینهٔ FCC و یک فاز قطر های با ساختار شبکهٔ BCC است که پس از همگنسازی در دمای 1100 درجهٔ سلسبوس بهمدت ۲۴ ساعت شاهد افزایش فاز قطر های و جوانهزنی دو فاز سوزنی شکل با ترکیبات شیمیایی متفاوت است اسز (Ghaderi et al., 2019). با توجه به موارد بیان شده، اطلاعات پر اکنده ای در خصوص شر ایط همگن سازی در مقالات ارائه شده است و لذا بر ای آلیاژ ریخته گری شده در این پژوهش نمی توان به طور قطع از این نتایج استفاده ارزیابی شود.

سیستم آلیاژی Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub>، بهدلیل داشتن رسوبات 'γ در زمینهٔ γ، خواص کششی دمای بالای خوبی از خود نشان داده است. بیشتر مطالعات انجام شده به تأثیر عناصر آلیاژی در ریز ساختار و خواص این آلیاژ پرداختهاند و تحقیقات کمی پیرامون عملیات حرارتی همگنسازی و پیرسازی این آلیاژ انجام شده است. دستیابی به ساختار مطلوب پس از ریخته گری بهینه است که در هر آلیاژی باید بهینه شود. این موضوع مبنای این پژوهش برای استفاده از این نتایج در مراحل بعدی قرار گرفت.

2- روش تحقيق

آلیاژ آنتروپی بالای Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> از عناصر تشکیل دهنده با خلوص بالای 90/2 درصد در کورهٔ ذوب القایی تحت خلاً ذوب و ریخته گری شد. برای رفع عیوب ریختگی و بهبود همگنی ساختار و کاهش ساختار دندریتی، آلیاژ تحت عملیات ذوب مجدد قرار گرفت. ظرفیت کورهٔ ۲۰۱۷ ۲۶ کیلوگرم و توان آن 30 کیلو وات و دارای بوتهٔ آلومینایی و قالب گرافیتی با خلاً کیلو وات و دارای بوتهٔ آلومینایی و قالب گرافیتی با خلاً اولیهٔ کورهٔ ۲۰۵۰×۵ میلی بار بود. عملیات ذوب مجدد در کورهٔ ذوب مجدد قوسی تحت خلاً با شدت جریان مسی انجام شد. ابعاد شمش حاصل از فرایند ذوب مجدد با قطر 12 و طول ۲۵ سانتی متر به دست آمد.

تركیب شیمیایی آلیاژ آشروپی بالای Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> با استفاده از میكروسكوپ الكترونی روبشی مدل MIRA3 و بهكمک آنالیزگر EDS اندازهگیری شد كه نتایج آن در جدول 1 ارائه شده است. **جدول 1**. مقایسهٔ تركیب اسمی آلیاژ با تركیب شمش تولیدشده

								~ ~
Ti	Ni	Fe	Cr	Co	Al		ياژى	عنصر آلب
/3 ۵	/1 39	/۵ ١ ٥	17 7	/3 27	۵	(درصد	اسمى	تركيب وزنى)

9	٣	١	8	٢	10	ترکیب اسمی (درصد انمی)
	9	۵		۵		
/3	۴/	/3	/3	/9	۴/	نتایج EDS (درصد وزنی)
۵	39	١	7	۲	۵	
		۵		9		
9	٣	17	/9	/۵	/9	نتایج EDS (درصد اتمی)
	9	١	7	۲	10	
		۴		۴		

آلیاژ در دمای 1220 درجهٔ سلسیوس بهمدت 17 ساعت همگن شد. برای جلوگیری از ایجاد ترک در مرزدانهها، شمش تا دمای ۹۵۰ درجهٔ سلسیوس با نرخ °C/s ۵/08 در کوره و سپس در هوا تا دمای محیط سرد شد.

بررسىھاى از ر بز ساختار ی بەمئظور میکروسکوپ نوری OLYMPUS و میکروسکوپ الكتروني روبشي MIRA3 مجهز به أناليز عنصري EDS استفاده شد. نمونهها برای بررسیهای ریز ساختاری، پس از آمادهسازی سطحی (سنبادهزنی و پولیش نمونهها)، در محلول HCl + HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O به نسبت های بر ابر بهمدت زمان 3 دقیقه اچ شدند بهمنظور تعیین قطر و کسر حجمی رسوبات <sup>ر</sup>م از ImageJ و همچنین بهمنظور فازیابی از دستگاه پر اش پرتو ایکس<sup>1</sup> ASENWARE مدل AW-XDM300 با تابش CuKa و طول موج À 1/۵۴ استفاده شد. همچنین، برای تحلیل دادههای آنالیز پراش پرتو ایکس از نرمافزار Xpert HighScore Ver.3 استفاده شد.

## 3- نتايج و بحث

**1-3. بررسی معیارهای تشکیل آلیاژ آنتروپی بالا** در این بخش، معیارهای امکانسنجی تشکیل آلیاژ آنتروپی بالا بر ای آلیاژ تولیدی در این پژوهش با ترکیب جدول 1 ارزیابی میشود. <sub>Ci</sub> و <sub>r</sub> بهترتیب درصد اتمی و شعاع اتمی عنصر i هستند.

آنتروپی اختلاط (ΔS<sub>mix</sub>) از رابطهٔ 1 محاسبه میشود:

 $\Delta S_{mix} = -R \sum_{i=1}^{n} C_i \ln C_i (1)$ 

 $\Delta S_{mix} = -8.314 \ (0.109 \ \text{Ln} \ 0.109 \ + 0.245 \ \text{Ln} 0.245 \ + 0.245 \ \text{Ln} 0.245 \ + 0.076 \ \text{Ln} \ 0.076 \ \text{Ln$ 

محدودهٔ آنتروپی اختلاط برای آلیاژهای آنتروپی بالا 11 تا 19/2 است. مقدار آنتروپی اختلاط محاسبه شده برای آلیاژ حاضر در محدودهٔ مقدار بیان شده برای تشکیل آلیاژ آنتروپی بالا قرار دارد.

مقادیر VEC عناصر در جدول 2 ارائه شده و طبق رابطهٔ 2 محاسبه شده است.

$$\label{eq:VEC} \begin{split} VEC &= 0.109 \times 3 + 0.245 \times 9 + 0.076 \times 6 + 0.147 \times 8 + \\ 0.36 \times 10 + 0.06 \times 4 = 7.97 \end{split}$$

با VEC معادل، پایداری فازهای BCC و FCC در آلیاژهای آنتروپی بالا را میتوان پیشبینی کرد. برای آلیاژهای آنتروپی بالا با VEC بزرگتر از 8 فقط فاز FCC وجود دارد. در مقابل، در آلیاژهای آنتروپی بالا با VEC کمتر از ۶/87 فاز غالب، فاز BCC است. اما، VEC در فاصلهٔ ۶/87 تا 8 قرار داشته باشد، مخلوطی از فازهای BCC و FCC مشاهده میشوند (Guo et al., 2011 و FCC در این آلیاژ، پیشبینی میشود که ساختار شامل فازهای FCC و BCC باشد.

تفاوت در شعاع اتمی (۵) یکی دیگر از معیار های ارزیابی آلیاژ های آنتروپی بالا است که بهصورت رابطهٔ 3 محاسبه میشود:

$$\begin{split} \delta &= 100 \sqrt{\sum_{i=1}^{n} C_{i}(1 - \frac{r_{i}}{r})^{2}} \quad (3) \\ &\text{ add } s \text{ add } s \text{$$

جدول 2. شعاع اتمی و غلظت الکترون های لایهٔ ظرفیت عناصر تشکیلدهندهٔ آلیاژ Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> در بژ و هش حاضر

Ti         Ni         Ee         Cr         Có         Al         year           1/V?         1/F?         1/Δ?         1/Δ?         1/18         r (A°)           *         10         8         ?         9         3         VEC					/ 7	صر ا	ر مس ح
1/ντ         1/4         1/Δτ         1/Δτ         1/18         r (A°)           τ         10         8         τ         9         3         VEC	Ti	Ni	Fe	Cr	Có	Al	عنصر
*         10         8         ?         9         3         VEC	1/٧۶	1/۴۹	1/09	1/99	1/07	1/18	r (A°)
	۴	10	8	Ŷ	9	3	VEC

درنتیجه، مقدار  $\delta$  برابر خواهد بود با 8/8 که در مقادیر کمتر  $\ell$  احتمال تشکیل فازهای بینفلزی در آلیاژ آنتروپی بالا وجود ندارد و در مقادیر بیش از آن احتمال تشکیل فاز بینفلزی وجود دارد (<u>Zhang & Fu</u>).

با توجه به محاسبات انجامشده، آلیاژ  $AI_{10}Co_{25}Cr_8Fe_{15}Ni_{36}Ti_6$  با داشتن مقدار آنتروپی اختلاط 13/۰۵ کیلوژول بر مول در دستهٔ آلیاژهای آنتروپی بالا قرار دارد و بهدلیل داشتن 8/8 =  $\delta$  احتمال

تشکیل فاز های بینفلزی مانند NiAl در این آلیاژ وجود دارد. همچنین، بهدلیل داشتن 7/97 = VEC، پیشیینی میشود که ساختار این آلیاژ شامل فاز های محلول جامد FCC و BCC باشد.

## 2-3. بررسی ساختار ریختگی

تصویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار آلیاژ آنتروپی بالای Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> در حالت ریختگی (VIA VAR) در شکل 1 نشان داده شده است. ریزساختار شامل دو ناحیهٔ دندریتی و بیندندریتی اسٹ مناطق با رنگ روشن ناحیهٔ دندریتی و مناطق با رنگ تیره ناحیهٔ بیندندریتی را تشکیل میدهند. این کنتر است رنگ بخلیل غنیبودن مناطق بیندندریتی از عناصر سبکتر است (Huo et al. 2015). در ساختار ساختار NIM، دندریتها بهصورت پیوسته، خشنتر و، در ساختار WIM، دندریتها بوصورت پیوسته، خشنتر و، در ساختار مداند.

![](_page_7_Picture_3.jpeg)

شکل 1. تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار آلیاژ آنتروپی بالای ریختگی Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> الف) الف) پس از ذوب مجدد VAR و ب) پس از ذوب اولیهٔ VIM

از ویژگیهای آلیاژهای ریختگی ساختار دندریتی و جدایش موضعی است. این پدیده ناشی از غیرتعادلی سردشدن در حین انجماد و عدمنفوذ کامل عناصر آلیاژی است. در تحقیق جیانگ و همکاران (2014)، در حوزهٔ آلیاژهای آنتروپی بالا، ریزساختار دندریتی، بیندندریتی و یوتکیتیک گزارش شده است (2014 ...Ing et al.) همچنین، بیان شده است که مناطق دندریتی بزرگتر از مناطق بیندندریتی هستند که این موضوع ناپیوستگی ساختار آلیاژهای آنتروپی بالا را نشان میدهد. ساختار دندریتی ناشی از دامنهٔ انجماد آلیاژ است که به جدایش شده است. به طورکلی، عناصر با نقطهٔ ذوب بالا در مناطق بیندندریتی توزیع میشوند.

شکل 2 تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از ساختار ریختگی آلیاژ آنتروپی بالای ماروپی بالای Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> خطی نشان میدهد. در این تصویر نیز، نواحی دندریتی

و بیندندریتی بهوضوح مشخص هستند و نتایج حاصل از تصاویر نوری را تأیید میکنند. همانطور که مشاهده میشود، با شروع آنالیز در ناحیهٔ بیندندریتی، مقدار آهن، کروم و کبالت کاهش پیدا کرده و مقدار آلومینیم و تیتانیم افزایش یافته است.

تحقیق حاضر این پیش بینی را که نواحی بین دندریتی باید غنی از عناصر با دمای ذوب کمتر و عناصر سبکتر باشند تأیید میکند. مناطق بین دندریتی و دندریتی بهتر تیب غنی از آلومینیم، نیکل و تیتانیم و غنی از آهن، کروم و کبالت هستند. عناصر با نقطهٔ ذوب بالا ابتدا در مناطق دندریتی منجمد شده و عناصر با نقطهٔ ذوب پایین تر به مناطق بین دندریتی پس زده شده اند.

مانزونی و همکاران (2019) در تحقیق خود بیان کردهاند دندریت ها متشکل از زمینهٔ  $\gamma$  و رسوبات  $\gamma$  و نواحی بیندندریتی شامل رسوبات  $\gamma$  و فاز NiAl و فاز  $\eta$  است که بهدلیل کوچک ودن اندازهٔ رسوبات  $\gamma$  با میکروسکوپ الکترونی روبشی قابل مشاهده نیستند (Manzoni & Glatzel., 2019).

جدول 3 نشاندهندهٔ مقدار عناصر موجود در نواحی دندریتی و بیندندریتی برحسب درصد وزنی در آلیاژ ریختگی Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti6 است. با مقایسهٔ میزان عناصر با ترکیب شیمیایی آلیاژ میتوان جدایش عناصر را تشخیص داد.

رفع یا کاهش جدایش عناصر و همچنین رفع ساختار دندریتی مستلزم نفوذ عناصر است. برای فراهمکرمن شرایط نفوذ، در این مرحله، شمش تحت عمایات حرارتی همگنسازی قرار گرفت.

![](_page_7_Figure_12.jpeg)

به همراه آنالیز عنصری خطی از سطح آلیاژ ریختگی Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub>

جدول 3. مقادیر درصد وزنی عناصر موجود در مناطق دندریتی و بیندندریتی در آلیاژ ریختگی EDS براساس آنالیز EDS براساس آنالیز EDS

Ti	Ni	Fe	Cr	Co	Al	عنصر
3/9	89/9	18/2	9/3	29	3/1	منطقة دندريتي
9/۵	۴۱/1	11/۴	۵	23/9	9/3	منطقة بيندندريتي
۵/3	39/1	10/0	7/7	27/2	۵	تركيب آلياژ
						(بر ای مقایسه)

# ۳-۳. بررسی ریزساختار همگنشده

شكل 3 تصویر نوری از ریزساختار آلیاژ را پس از همگنسازی نشان میدهد. با انجام عملیات حرارتی همگنسازی، شكل طاهری فاز ها بهصورت قابل توجهی تغییر كرده است، كسر حجمی فاز تیرمرنگ (بیندندریتی) كاهش یافته و كسر فاز زمینه افزایش یافته است. درواقع، شرایط نود برای عناصر فراهم شده، برخی عناصر مانند AI از نواحی تیره به نواحی روشن به و برعكس برخی عناصر مانند Fe از نواحی روشن به نواحی تیره نفوذ كردهاند. اگرچه پس از انجام عملیات حرارتی همگنسازی دندریتها بهطور كامل حذف نشدهاند، از پیوستگی آنها كاسته شده است.كه این مسئله بهمعنای یكنواخت ترشدن توزیع عناصر است.

![](_page_8_Picture_4.jpeg)

![](_page_8_Picture_5.jpeg)

شکل 3. تصاویر نوری از ریزساختار الف) ریختگی، ب) و ج) همگن شده آلیاژ آنتروپی بالای Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> سلسیوس بهمدت 17 ساعت

شکل ۴ تصویر ریزساختار میکروسکوپی الکترونی روبشی به همراه آنالیز عنصری خطی از نمونه آلیاژ Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti6 همگن شده در دمای 1220 درجهٔ سلسیوس بهمدت 17 ساعت را نشان میدهد. آنالیز عنصری خطی از ناحیه بیندندریتی شروع شده و با گذر از مرز به زمینه رسیده است. نتایج

نشان میدهد که با انجام عملیات حرارتی همگنسازی عناصر Co ،Fe و Cr با نفوذ و حل شدن در ساختار زمینه باعث یکنواخت شدن توزیع این عناصر میشوند. با مقایسه اشکال 2 و ۴ مشاهده میشود که پس از همگنسازی توزیع عناصر همگنتر شده است. در حین مملیات حرارتی همگنسازی در دمای بالا (1220 عملیات حرارتی همگنسازی در دمای بالا (1220 درجهٔ سلسیوس) پدیده نفوذ فعال میشود و عناصر Fe در می در ساختار ریختگی به صورت دندریتی منجمد شده بودند، در ساختار زمینه نفوذ میکند.

مقادیر عناصر بر حسب درصد وزنی در مناطق دندریتی و بین دندریتی آلیاژ آنتروپی بالای 1220 ممگن شده در دمای 1220 درجهٔ سلسیوس بهمدت 17 ساعت در جدول 4 نشان داده شده است. در مقایسه با جدول 3 به صورت کمی کاملا مشهود است که توزیع عناصر به صورت چشمگیری همگن شده است.

![](_page_8_Figure_10.jpeg)

است، مشاهده میشود که، در شمش آنیلشده در 1220 درجهٔ سلسیوس، رسوبات ٬ حین سرمایش پس از همگنسازی تشکیل شدهاند.

در این پژوهش از رسوبات  $\gamma$  موجود در آلیاژ همگنشده بهعنوان رسوبات  $\gamma$  اولیه نام برده میشود. Image J اندازه و کسر حجمی رسوبات توسط نرمافزار اندازهگیری شد که بهترتیب دارای اندازه و کسر حجمی اندازهگیری شد که بهترتیب دارای اندازه و کسر حجمی 273 نانومتر و 39 درصد کسر حجمی هستند. همچنین، در پژوهش مانزونی و همکاران (2019) بیان شده است که اندازه رسوبات  $\gamma$  اولیه در حدود 200 تا 300 نانولتر است (Manzoni et al., 2019).

![](_page_9_Picture_2.jpeg)

شکل ۵. تصویر FE-SEM از آلیاژ آنتروپی بالای 1220 همگنشده در دمای 1220 مرکنشده در دمای 1220 درجهٔ سلسیوس بهمدت 17 ساعت که نشاندهندهٔ رسوبات / است

بهدلیل پایداری فاز ' $\gamma$  در زیر محدودهٔ دمایی Daoud درجهٔ سلسیوس براساس نمودار فازی (Daoud آورده است که رسوبات ' $\gamma$  در هنگام خنکسازی در زیر آورده است که رسوبات ' $\gamma$  در هنگام خنکسازی در زیر T- آلیاژ آنتروپی بالا  $\gamma$  در هنگام خنکسازی در زیر T-T آلیاژ آنتروپی بالا  $\gamma$  در هنگام خنکسازی در زیر T-T آلیاژ آنتروپی بالا  $\gamma$  در هنگام خنکسازی در زیر T-T آلیاژ آنتروپی بالا  $\gamma$  در مدود. شکل  $\gamma$  نمودار T-T آلیاژ آنتروپی بالا JMatPro را که با توجه به نمودار T-T-7، حداقل زمان لازم برای ایجاد بر سوبات ' $\gamma$  در محدودهٔ دمایی ۹۰۰ تا ۵۰۰ درجهٔ سلسیوس زیر 10 دقیقه (در حدود ۵ دقیقه) است و، را آزانجاکه شمش بههنگام خنکسازی بهمدت  $\gamma/2$  دقیقه در محدودهٔ دمایی ۹۰۰ تا ۵۰۰ درجهٔ سلسیوس قرار داشته است، احتمال تشکیل رسوبات ' $\gamma$  در شمش درجهٔ سلسیوس وجود دارد.

![](_page_9_Figure_5.jpeg)

شکل ۶. نمودار TTT مربوط به آلیاژ آنتروپی بالای Al<sub>10</sub>Co<sub>25</sub>Cr<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>36</sub>Ti<sub>6</sub> رسمشده توسط نرمافزار JMatPro

فاز γ ترکیب بین فلزی با شبکهٔ بلوری منظم L1<sub>2</sub> و بارامتر شبکه 3/۵۶ آنگستروم است که در آن اتمهای Al در گوشهٔ مکعب و اتمهای Ni در مرکز وجوه قرار دارند و بهصورت Ni<sub>3</sub>Al نشان داده میشوند. اما، از آنجاکه مقدار زیادی از عنصر Ti میتواند به جای AI قرار گیرد، آن را بهصورت (Ni<sub>3</sub>(Al,Ti نیز نمایش ميدهند (Brooks, 1984). از آنجاييکه هر دو فاز γ و ′γ دارای شبکهٔ یکسان با ثابت شبکهٔ تقریباً مشابه هستند، میتوان استنباط کرد که رسوبات ۷ دارای فصل مشترک همسیما با زمینهٔ ۷ هستند و شبکهٔ مکعبی، در هر دو فاز، موازی یکدیگر است. بنابر این، انرژی لازم برای جوانهزنی بسیار کم است، رسوبات / بهآسانی تشکیل میشوند و نیازی به فوقتبرید بالایی ندارند (Durand-Charre, 2017; Brooks, 1984). جوانەزنى رسوبات ٬ ۲ با استحالهٔ منظمشدن رخ میدهد و در ادامه تحت كنرل نفوذ خواهد بود (<u>Mitchell et al., 2008</u>).

همان طور که در بسیاری از سوپر آلیاژهای پایهٔ نیکل نیز مشخص شده است، تشکیل فاز γ در طول سردکردن اجتناب ناپذیر است. بنابر این، نمی توان یک محلول جامد همگن به دست آورد. از آنجایی که هدف اصلی در این عملیات حرارتی حذف و کاهش ساختار دندریتی و حذف فازهای غنی از Ni Ni و Ni ابوده، این عملیات حرارتی مبنایی برای عملیات حرارتی پیرسازی بعدی به شمار می رود.

شکل 7 الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به آلیاژ آنتروپی بالای AII0Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 را در شرایط ریختگی و همگنشده نشان میدهد پیکهای مشاهدمشده در آنالیز پرتو ایکس در حالت ریختگی با فاز بینفلزی NiAl و فاز 'م مطابقت دارند. با انجام عملیات حرارتی همگنسازی در دمای 1220 درجهٔ سلسیوس، پیکهای مطابق با فاز NiAl و برخی پیکهای مطابق با فاز 'م حذف شدهاند. Park: American Society Metals, <u>ISBN:</u> <u>978-0871701381</u>

- Daoud, H., Manzoni, A. M., Wanderka, N., & Glatzel, U. (2015). High-temperature tensile strength of Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 compositionally complex alloy (highentropy alloy). *Journal of Materials*, 67(10), 2271-2277. doi: 10.1007/s11837-015-1484-7
- Durand-Charre, M. (2017). *The microstructure of superalloys*. Routledge. doi:10.1201/9780203736388
- Ghaderi, A., Moghani Algholandis, H., & Soltanalinezhad, M. (2019). Effect of annealing an microstructure and hardness of 10.5CoCrFeNi high entropy alloy. 8th imat. Tehran: civilika. IMES13\_387
- Guo, S., Ng, C., Lu, J., & Liu, C. T. (2011). Effect of valence electron concentration on stability of FCC or bcc phase in high entropy alloys. *Journal of Applied Physics*, *109*(10), 221-230.doi: 10.1063/1.3587228
- Guo, Q., Xu, X., Pei, X., Duan, Z., Liaw, P. K., Hou, H., & Zhao, Y. (2023). Predict the phase formation of high-entropy alloys by compositions. *Journal of Materials Research and Technology*, 22, 3321-3339. doi:10.1016/j.jmrt.2022.12.143
- Huo, W. Y., Shi, H. F., Ren, X., & Zhang, J. Y. (2015). Microstructure and wear behavior of CoCrFeMnNbNi high-entropy alloy coating by TIG cladding Advances in Materials Science and Engineering, 2015, 178-186. doi:10.1155/2015/647351
- Jiang, L., Lu, Y., Dong, Y., Wang, T., Cao, Z., & Li, T. (2014). Annealing effects on the microstructure and properties of bulk highentropy CoCrFeNiTi0. 5 alloy casting ingot *Intermetallics*, 44, 37-43. doi:10.1016/j.intermet.2013.08.016
- Ma, L. Wan, J., Lai, Z., Wu, Z., Yang, B., & Zhao,
   P. (2023). Microstructure and mechanical property of Al56-xCo24Cr20Nix eutectic high-entropy alloys with an ordered FCC/BCT phase structure. *Journal of Alloys and Compounds*, 936, 168-194. doi:10.1016/j.jallcom.2022.168194
- Manzoni, A. M., Haas, S., Yu, J. M., Daoud, H. M., Glatzel, U., Aboulfadl, H., ... & Wanderka, N. (2019). Evolution of  $\gamma/\gamma'$  phases, their misfit and volume fractions in Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 compositionally complex alloy. *Materials*

![](_page_10_Figure_10.jpeg)

ر بختگی و همگنشده

آلیاژ Al10Co25Cr8Fe15Ni36Ti6 با داشتن مقدار آنتروپی اختلاط ۵ /13 کیلوژول بر مول در دستهٔ آلیاژ های آنتروپی بالا فرار دارد و، بهدلیل داشتن 8/8 = ۵، احتمال تشکیل فاز های بینفازی مانند NiAl در این آلیاژ وجود دارد. همچنین، بهدلیل داشتن NiAl در این پیش بینی می شود که ساختار این آلیاژ شامل فاز های مطول جامد FCC و BCC باشد. آلیاژ آنتروپی بالای BCC باشد. آلیاژ آنتروپی بالای AlioCo25Cr8Fe15Ni36Ti6 در حالت ریختگی شامل دو بخش دندریتی و بیندنریتی است. ناحیهٔ دندریتی غنی از عناصر Acio Gr و ناحیهٔ بیندندریتی غنی از عناصر Alio Ne

بین وی ی می رو است. فازهای NiAI و γ در زمینهٔ γ است. عملیات حرارتی همگنسازی، در دمای 1220 درجه سلسیوس، فاز بینفلزی NiAI را حل کرده و ساختار دندریتی کاهش چشمگیری پیدا کرده و از پیوستگی ساختار دندریتی کاسته شده است. با انجام عملیات ساختار دندریتی کاسته شده است. با انجام عملیات همگنسازی، عناصر Ni Al و Ti از مناطق بیندندریتی به مناطق دندریتی و عناصر Cr ، Co و Fe

۵- سپاسگزاری نویسندگان از محققان پژو هشکدهٔ مهندسی مواد دانشگاه صنعتی مالک اشتر، که در انجامدادن این پژو هش ما را یاری کردهاند، کمال قدردانی و تشکر را دارند.

#### منابع

- Asgarkhani, N., Seifollahi, M., & Abbasi, S. M. (2023). Effect of aging treatment on the microstructure and mechanical properties of Al0.7CoCrFeNi high entropy alloy. *International Journal of Engineering*, *36*(6), 1060-1065. doi:10.5829/IJE.2023.36.06C.04
- Brooks, C. R. (1984). *Heat treatment, structure, and* properties of nonferrous alloys. Metals

doi:10.1016/j.matchemphys.2023.1273

- Zhang, K., & Fu, Z. (2012). Effects of annealing treatment on phase composition and microstructure of CoCrFeNiTiAlx highentropy alloys. *Intermetallics*, *36*(6), 24-32. doi: 10.1016/j.intermet.2011.10.010
- Zhang, Y., Zuo, T. T., Tang, Z., Gao, M. C., Dahmen, K. A., Liaw, P. K., & Lu, Z. P. (2014). Microstructures and properties of high-entropy alloys. *Progress in Materials Science*, 61, 1-93. doi:10.1016/j.pmatsci.2013.10.001

*Characterization, 154,* 363-376. doi:10.1016/j.matchar.2019.06.009

- Manzoni, A. M., & Glatzel, U. (2019). New multiphase compositionally complex alloys driven by the high entropy alloy approach. *Materials Characterization*, 147, 512-532. doi:10.1016/j.matchar.2018.06.036
- Mitchell, R. J., Preuss, M., Tin, S., & Hardy, M. C. (2008). The influence of cooling rate from temperatures above the  $\gamma'$  solvus on morphology, mismatch and hardness in advanced polycrystalline nickel-base superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 473(1-2), 158-165. doi:10.1016/j.msea.2007.04.098
- Munitz, A., Salhov, S., Hayun, S., & Frage, N. (2016). Heat treatment impacts the microstructure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 683, 221-230. doi:10.1016/j.jallcom.2016.05.034
- Shen, Q., Huang, D., Li, F., Liu, M., & Wang, X. (2023). Microstructures and mechanical properties of the precipitation strengthened Al0.4Cr0.7FexNi2V0.2 high entropy alloys. *Materials Science and Engineering* A, 864, 144606. doi: 10.1016/j.msea.2023.144606
- Shi, Y., Collins, L., Feng, R., Zhang, C., Balke, N., Liaw, P. K., & Yang, B. (2018). Homogenization of AlxCoCrFeNi highentropy alloys with improved corrosion resistance. *Corrosion Science*, 133, 120-131. doi:10.1016/j.corsci.2018.01.030
- Takeuchi, A., Amiya, K., Wada, T., Yubuta, K., & Zhang, W. (2014). High-entropy alloys with a hexagonal close-packed structure designed by equi-atomic alloy strategy and binary phase diagrams. *Journal of Materials*, 66(10), 1984-1992. doi:10.1007/s11837-014-1085-x
- Yuan, J., Zhang, H., Wang, Z., Han, P., & Qiao, J. (2023). Contribution of coherent precipitates on mechanical properties of CoCrFeNiTi0.2 high-entropy alloy at room and cryogenic temperatures. *Intermetallics*, *154*, 107-820.

doi:10.1016/j.intermet.2022.107820

Zeng, X., Li, F., Zhou, X., Yan, W., Li, J., Yang, D., ... & Liu, M. (2023). The phase stability at intermediate-temperature and mechanical behavior of the dual-phase AlCoCr0.5FexNi2.5 high entropy alloys. *Materials Chemistry and Physics*, 297, 127314.