

## An investigation into the hot deformation behavior of a new high entropy steel

Haniyeh Moradjoo Hamedani<sup>1</sup>, Behzad Tolaminejad<sup>2</sup>, \*Amir Momeni<sup>3</sup>

1- Master of Science Student, Department of Metallurgy and Materials Engineering, Hamedan University of Technology, Hamedan, Iran.

2- Assistant Professor, Department of Nano and Advanced Materials, Materials and Energy Research Center, Karaj, Iran.

3- Associate Professor, Department of Metallurgy and Materials Engineering, Hamedan University of Technology, Hamedan, Iran.

**Citation:** Moradjoo Hamedani H, Tolaminejad B, Momeni A. An investigation into the hot deformation behavior of a new high entropy steel, Metallurgical Engineering, 2024; 27(3): 192-201 <https://doi.org/10.22076/me.2024.2010314.1392>

**doi :** <https://doi.org/10.22076/me.2024.2010314.1392>

### ABSTRACT

In recent years, research activities in the improvement and development of high entropy alloys in non-equiatomic compositional space have been expanded by manipulating deformation mechanisms. In this research, a type of high entropy steel with TWIP behavior has been designed. To further advance production techniques and investigate the hot deformation behavior of this steel, hot compression tests have been carried out in the temperature range of 950-1100°C and the strain rate of 0.001-1 s<sup>-1</sup> to the true strain level of 0.5. The results of the microstructural studies obtained from the hot compression test showed the occurrence of partial recrystallization in most deformation conditions. The appearance of flow curves in the test conditions also confirms the sluggish recrystallization compared to other common austenitic steels. By evaluating the recrystallization mechanisms, it was found that the discontinuous recrystallization mechanism as the dominant mechanism and the continuous recrystallization as the auxiliary mechanism control the microstructural evolutions. Moreover, the higher recrystallized grains fraction by increasing the temperature and strain rate was attributed to more storage energy and rising temperature due to adiabatic heating. Finally, according to the constitutive calculations, the activation energy at the strain of 0.4 for this steel was obtained as 536.1 kJ mol<sup>-1</sup>.

**Keywords:** Hot deformation, Dynamic Recrystallization, High entropy alloy, Constitutive equation.

Received: August 28, 2023

Accepted: February 18, 2024

■ ..... ■  
\*Corresponding Author:

Amir Momeni, PhD

Address: Department of Metallurgy and Materials Engineering, Hamedan University of Technology, Hamedan, Iran

Tel: +98 (81) 38411000

E-mail: momeni@hut.ac.ir

## بررسی رفتار تغییر شکل گرم یک فولاد آنتروپی بالای جدید

هانیه مرادجوی همدانی<sup>۱</sup>، بهزاد طولمی نژاد<sup>۲</sup>، \*امیر مومنی<sup>۳</sup>

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی همدان، همدان، ایران.

۲- استادیار، پژوهشکده نانو و مواد پیشرفته، پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج، ایران.

۳- دانشیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه صنعتی همدان، همدان، ایران.

### چکیده

در دهه‌های اخیر، فناوری ساخت افزایشی یا چاپ سه بعدی مورد توجه بسیاری از پژوهشگران قرار گرفته است. این روش ساخت، امکان تولید مستقیم قطعه از طرح مورد نظر، ساخت قطعات پیچیده که امکان تولید آن‌ها با روش‌های ساخت متداول عملاً ناممکن بود و کاهش مصرف مواد اولیه را میسر کرده است. ساخت افزایشی به روشی مناسب برای ساخت قطعاتی که در زمینه‌های آکادمیک و چه در حوزه‌های صنعتی تبدیل شده است. در این پژوهش، هدف، ساخت زیرپایه متخلخل کائولنی به منظور رسیدن به نسبت ایده آل از آب به رس است. با در نظر گرفتن درصد آب و ماده اولیه و چاپ آن‌ها به روش اکستروژن، درصد ایده آل آب و ماده اولیه به عنوان سیستم بهینه که قابل چاپ شدن با دستگاه باشد معادل ۴۰٪ آب و ۶۰٪ ماده اولیه است. مقایسه نتایج XRD نشان داد فاز کائولینیت پس از حرارت‌دهی به متاکائون تبدیل شد و نتایج SEM و طیف EDS به ترتیب ریزساختار کائولینیت و متاکائولن و عناصر تشکیل دهنده آن را نشان داد. همچنین با استفاده از روش ارشمیدس چگالی نمونه‌ها با ساختار سه‌بعدی پس عملیات حرارتی اندازه‌گیری شد که برای نمونه‌های پخت شده در دماهای ۱۱۰۰، ۱۰۰۰، ۹۰۰ و ۱۲۰۰ به ترتیب ۲/۲، ۲/۹، ۲/۴ و ۲/۴۹ می‌باشد.

واژه‌های کلیدی: فناوری ساخت افزایشی، زیر پایه متخلخل، چاپ سه بعدی اکستروژنی، کائولن.

دریافت: ۱۴۰۲/۰۶/۰۶ | پذیرش: ۱۴۰۲/۱۱/۲۹

### ۱. مقدمه

آلیاژهای آنتروپی بالا (HEAs)، به عنوان مواد چند عنصری با حداقل ۴ عنصر اصلی در نسبت‌های اتمی نزدیک یا برابر (۳۵-۵۰٪)، تعریف می‌شوند. این آلیاژها به دلیل خواص منحصر به فرد خود و امکان بررسی طیف وسیعی از ترکیبات شیمیایی بررسی نشده، دسته‌ای مهم از مواد مهندسی به شمار می‌روند. می‌توان گفت تنوع بیش‌تر در نوع و مقدار عناصر آلیاژی زمینه فرصتی برای طراحی آلیاژهای جدید با خواص مطلوب را فراهم می‌آورد [۱-۵].

پس از آن که در سال ۲۰۰۴ مفهوم HEAs برای اولین بار مطرح شد؛ در کم‌تر از ۳ سال استفاده از این مفهوم در فولادها منجر به پیدایش اولین فولادهای آنتروپی بالا (HES) با سیستم‌های آلیاژی Fe-Mn-Al-C و Fe-Mn-Si شد. گزارشات معدودی نیز

مبنی بر توسعه این فولادها با دیگر سیستم‌های آلیاژی و روش‌های تولید مختلف وجود دارد که نتایج آزمایشات کششی برتری خصوصیات مکانیکی این فولادها را در مقایسه با بسیاری از فولادهای سنتی نشان داده است [۶]. هاش جین و همکاران [۷] روش آلیاژسازی مکانیکی را برای تولید یک فولاد آنتروپی بالا با سیستم آلیاژی Fe-Mn-Ni-Cr-Al-Si-C به کار گرفته‌اند و با مطالعه خواص ضد سایش و سختی آن به نتایج خوبی دست یافته‌اند.

به علاوه با وجود مکانیزم‌های استحکام‌دهی منحصر به فرد در HEAs، می‌توان با تنظیم دقیق غلظت عناصر و مدیریت انرژی نقص در چیده شدن از مکانیزم‌های استحکام‌دهی کمکی TWIP/TRIP نیز بهره برد [۸]. مطالعات اخیر نشان می‌دهند که استفاده از این مکانیزم‌های تغییر شکل کمکی در

\* نویسنده مسئول:

دکتر امیر مومنی

نشانی: همدان، دانشگاه صنعتی همدان، گروه مهندسی مواد و متالورژی

تلفن: ۳۸۴۱۱۰۰ (۸۱) ۹۸+

پست الکترونیکی: momeni@hut.ac.ir

و ثوابت مربوطه جهت تعمیم شرایط عملیات ترمومکانیکی به تولید صنعتی می‌باشد.

## ۲. مواد و روش تحقیق

پس از انتخاب سیستم آلیاژی بهینه، پارامترهای مورد نظر برای درصدهای مختلف این سیستم آلیاژی با استفاده از نرم افزار محاسباتی متلب محاسبه شد و شرایط تشکیل محلول جامد (و [۱۶]) اعمال گردید. فولاد مورد نظر مطابق با آنالیز (جدول ۱) و با کیفیت مورد نیاز، به روش ذوب القایی در کوره تخت خلأ (VIM) با ظرفیت ۱۰ kg ریخته‌گری شد. با توجه به این که مذاب تمایل شدیدی به جذب اکسیژن دارد، عملیات ذوب تحت خلأ تا فشار  $10^{-7} \text{ m bar}$  صورت گرفت. همه عناصر اصلی Fe, Mn, Cr, Ni, Si, Al, Cu, Co به صورت فلزی و با درصد خلوص بالا (۹۹/۹۵٪ خلوص) پس از محاسبات درصد وزنی جهت شارژ در کوره آماده شدند. ریخته‌گری به صورت بار ریزی مستقیم به درون قالب انجام شد و پیش از بار ریزی دمای مذاب توسط ترموکوپل کنترل و ریخته‌گری در دمای  $1550^\circ\text{C}$  صورت گرفت.

برای تولید شمش با کیفیت بالاتر و کاهش جدایش عناصر آلیاژی قطعه ریخته‌گری شده تحت عملیات ذوب مجدد الکتریکی (ESR) قرار گرفت. بدین ترتیب یک شمش با ابعاد  $120 \times 70 \times 70$  میلی متر تولید شد. سپس به منظور شکستن ساختار ریختگی، قطعه در دمای  $1150^\circ\text{C}$  تا کاهش ضخامت ۶۰٪ تحت عملیات فورج داغ با پرس هیدرولیک قرار گرفت و در دمای محیط به آرامی سرد شد.

به منظور همگن‌سازی بیشتر عملیات آنیل در دمای  $1200^\circ\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه اجرا شد و سپس قطعه سریعاً در آب کوئنچ شد. نمونه‌های استوانه‌ای شکل با ارتفاع ۱۲ mm و قطر ۸ mm براساس استاندارد ASTM E209 برای آزمون فشار آماده‌سازی شدند. برای انجام آزمون فشار گرم، از دستگاه کشش - فشار مدل SANTAM STM 50 - مجهز به یک کوره مقاومتی به همراه فک‌های فشاری از جنس سوپر آلیاژ استفاده شد. نمونه‌ها ابتدا به مدت ۵ دقیقه در دمای آزمایش همدماسازی شده و سپس تغییر شکل به طور پیوسته تا کرنش حقیقی ۰/۵ و در دماهای  $950^\circ\text{C}$ ،  $1000^\circ\text{C}$ ،  $1050^\circ\text{C}$  و  $1100^\circ\text{C}$  با نرخ های کرنش  $0.001 \text{ s}^{-1}$ ،  $0.01 \text{ s}^{-1}$ ،  $0.1 \text{ s}^{-1}$  اعمال گردید. نمونه‌های تغییر شکل یافته به منظور حفظ ساختار حاصل از تحولات دینامیکی، بلافاصله در آب سرد شدند. به منظور بررسی و مشخصه یابی تحولات ریزساختاری ابتدا نمونه‌ها به موازات محور اعمال فشار بریده شدند و سطوح به دست آمده پس از آماده سازی سطحی در محلول حاوی هیدروکلریک اسید، اسید نیتریک، آب با نسبت ۳:۲:۱ به روش شیمیایی اچ شدند.

HEAs تا حد زیادی سبب بهبود استحکام و انعطاف پذیری می‌شود [۹-۱۱]. به نظر می‌رسد ترکیب خواص HEAs و خواص فولادهای TWIP/TRIP در توسعه این نوع فولادهای نوظهور پتانسیل بالایی ایجاد کند که باید بیش‌تر مورد توجه و مطالعه قرار گیرند.

از سوی دیگر مسلم است، خواص مختلف محصول نهایی از جمله استحکام و انعطاف پذیری، چقرمگی، مقاومت در برابر خستگی و خزش عمدتاً متأثر از خواص مواد اولیه و شرایط پارامترهای حاکم بر تولید آن می‌باشد. بنابراین در کنار رعایت اصول طراحی آلیاژ باید روشی مناسب جهت تولید و شکل دهی قطعه نهایی به کار گرفته شود [۱۲]. برای تولید عملی HEAs به خصوص زمانی که بحث تولید انبوه این آلیاژها مطرح باشد، لازم است آن‌ها فرایندهای ترمومکانیکی (تغییر شکل گرم) را بعد از انجماد پشت سر بگذارند. بیشتر مطالعات حاضر بر روی توسعه و بهبود ریزساختاری و خواص مکانیکی نمونه‌هایی از HEAs که اغلب با روش ذوب قوسی تولید می‌شوند تمرکز دارند، در حالی که هنوز گزارش‌های کمی در مورد توسعه این آلیاژها با اندازه بزرگ‌تر و فناوری تولید آسان مانند تغییر شکل گرم وجود دارد. بر اساس پیشینه تحقیق محدود در این زمینه، اگرچه اصول رفتار تغییر شکل گرم HEAs از نظر رفتار سیلان، فرایندهای ترمیم (تبلور مجدد، بازایی و رشد) تا حدی مشابه سایر مواد فلزی است، اما پیچیدگی ترکیب شیمیایی و وجود اثرات اصلی همچون نفوذ کند و اعوجاج شدید شبکه، ممکن است با اثر بر نیروی محرکه، سینتیک فرایندهای ترمیم و رفتار سیلان نتایج متمایز از آنچه در آلیاژهای سنتی مشاهده می‌شود، ایجاد کند [۱۵-۱۳].

بنابراین صنعتی‌سازی HEAs جدیدی که توسعه می‌یابند، به ویژه در مورد HESs مقرون به صرفه که به شدت برای کاربردهای صنعتی مورد نیاز هستند، موضوعی پرچالش بوده و بسیاری از جنبه‌های رفتار آن‌ها هنوز مشخص نیست. در حال حاضر مطالعه تأثیر پارامترهای تغییر شکل گرم بر مشخصه‌های ریزساختاری و مکانیزم‌های تغییر شکل HESs عملاً برجسته ترین فقدان دانش در این زمینه محسوب می‌شود و مسیرهای جذابی را برای تحقیقات آتی ارائه می‌دهد.

در پژوهش حاضر سعی شده، با الهام از فولادهای منگنز بالا و همچنین بهره‌گیری از مفهوم آلیاژهای آنتروپی بالا نوعی فولاد آنتروپی بالا با رفتار دوقلویی حین تغییر شکل طراحی گردد. برای توسعه روش‌های تولید و به دست آوردن ریزساختار و خواص مکانیکی ایده‌آل برای این نوع فولاد، کنترل پارامترهای تغییر شکل و تعیین رابطه بنیادین تحت شرایط کار گرم کاملاً ضروری است. لذا رویکرد اصلی این مقاله مطالعه رفتار تغییر شکل گرم این فولاد در محدوده دمایی و تعیین پارامترها

جدول ۱: آنالیز شیمیایی ترکیب فولاد مورد استفاده در این پژوهش

| نام عنصر  | Fe  | Mn   | Cr   | Si   | Co   | Ni   | Cu   | Al   | C     | N     |
|-----------|-----|------|------|------|------|------|------|------|-------|-------|
| درصد وزنی | bal | ۲۴/۲ | ۱۰/۴ | ۲/۳۷ | ۳/۹۳ | ۵/۰۳ | ۱/۷۴ | ۰/۹۷ | ۰/۰۵۸ | ۰/۰۳۸ |

## ۳. نتایج و بحث

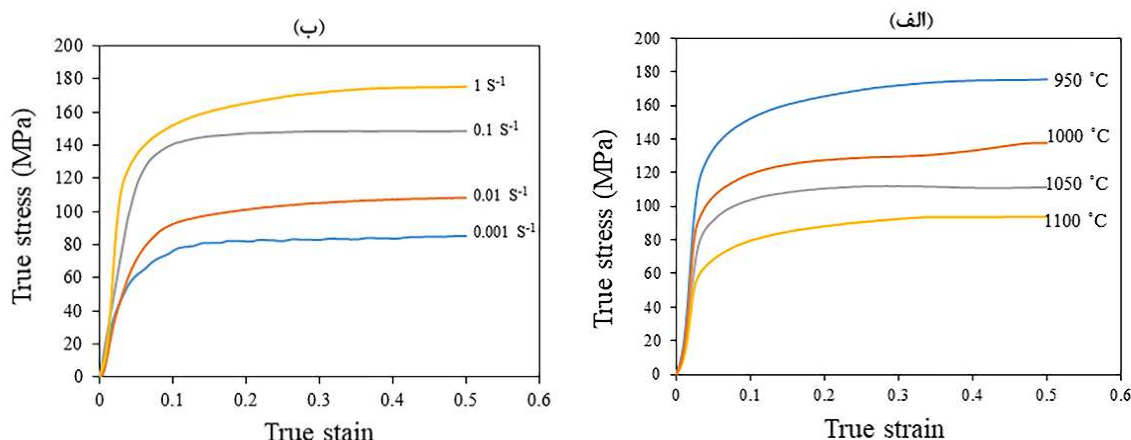
### بررسی رفتار سیلان

منحنی‌های تنش-کرنش حقیقی ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) به دست آمده از آزمون فشار گرم فولاد مورد تحقیق در دماها و نرخ کرنش‌های مختلف در شکل ۱ رسم شده اند. به طور کلی، وابستگی شدید سطح تنش سیلان به دما و نرخ کرنش در این نمودارها دیده می‌شود. به طوریکه در یک دمای ثابت با افزایش نرخ کرنش به دلیل افزایش نرخ تولید و تکثیر نابجایی‌ها و درهم رفتن نابجایی‌ها سطح تنش سیلان افزایش یافته است. همچنین در نرخ کرنش ثابت، هنگامی که دمای تغییرشکل افزایش می‌یابد، مقاومت در برابر حرکت نابجایی‌ها تحت تأثیر فعال شوندهای حرارتی به طور قابل توجهی کاهش یافته و به دنبال آن سطح تنش سیلان نیز کاهش داشته است [۱۸، ۱۷].

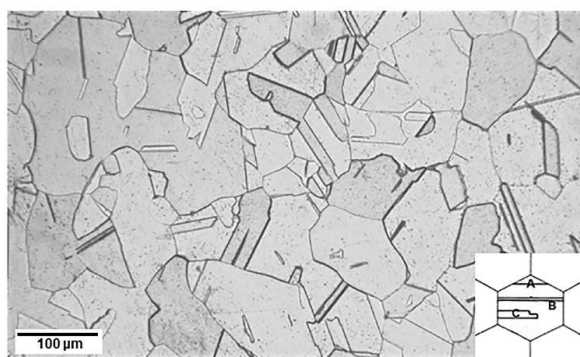
بر اساس شکل منحنی‌ها پیداست آن‌ها در بیش‌تر شرایط تغییرشکل، به صورت مسطح و یا دارای کار سختی جزئی ظاهر شده اند و پیک واضحی در آن‌ها به چشم نمی‌خورد. پیک منحنی سیلان اغلب به عنوان نقطه آغاز تبلور مجدد دینامیکی (DRX) در ماده در نظر گرفته می‌شود. با این

وجود فرایند DRX به ویژه در مواقعی که تبلور مجدد کند و یا از نوع پیوسته باشد حتی بدون ظهور یک پیک مشخص در منحنی سیلان آن نیز اتفاق می‌افتد. در این شرایط تبلور مجدد در کرنش‌هایی به مراتب کمتر از کرنش نقطه پیک آغاز گشته و یا در کرنش‌های نسبتاً بالا تکمیل و به حالت پایدار می‌رسد [۱۹]. عدم وجود پیک تنش واضح می‌تواند با وقوع کند دو فرایند DRV و DRX مرتبط باشد. این در حالی است که آلیاژهای مرسوم آستنیتی با SFE پایین یا متوسط اغلب رفتار سیلان متفاوتی نسبت به این فولاد از خود نشان می‌دهند. به عنوان مثال در منحنی سیلان فولاد TWIP، پیک مشخصی در اثر وقوع تبلور مجدد ناپیوسته (DDRX) ایجاد می‌شود و کرنش بحرانی برای شروع DRX، حدود ۰/۲۹ درصد است [۲۰].

اگرچه شکل منحنی‌های سیلان اغلب مشخصه‌های مشابهی را نشان می‌دهد و می‌تواند گویای تغییرات ریزساختاری مواد و حتی مکانیزم‌های تغییرشکل آن باشد اما بررسی رفتار کارگرم تنها بر اساس شکل منحنی‌های سیلان کافی نیست. از این رو در مورد صحت فرضیات بیان شده در بخش بررسی ریزساختار به تفصیل بحث خواهد شد.



شکل ۱: منحنی‌های تنش-کرنش حقیقی فولاد مورد تحقیق در (الف) نرخ کرنش ثابت  $1 \text{ s}^{-1}$  و محدوده دمایی  $950 - 1100^\circ \text{C}$  و (ب) در دمای ثابت  $950^\circ \text{C}$  و محدوده نرخ کرنش  $0.001 - 1 \text{ s}^{-1}$ .



شکل ۲: تصویر میکروسکوپ نوری با بزرگنمایی ۱۰۰ برابر از ریزساختار اولیه فولاد پس از فورج داغ.

### بررسی‌های ریزساختاری

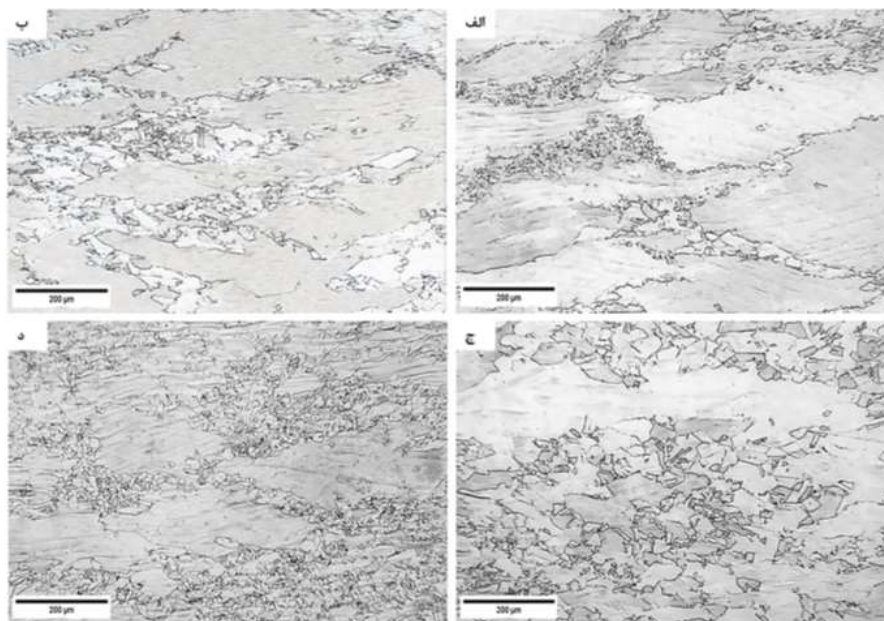
شکل ۲ تصویر میکروسکوپ نوری از ساختار اولیه فولاد مورد تحقیق پس از فورج داغ را نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود ریز ساختار زمینه آستنیتی با مرزدانه‌های منظم و به شکل دانه‌های هم محور کاملاً متبلور شده است. میانگین اندازه دانه برای این فولاد پس از فورج داغ و آنیل ۹۸ میکرومتر به روش تقاطع محاسبه گردید. دوقلویی‌های آنیل مشاهده شده در این دانه‌های هم محور انواع مختلفی دارند که با حروف A، B و C مطابق راهنمای نشان داده شده در شکل ۲ نامگذاری می‌شوند [۲۱]. به وجود آمدن چنین دوقلویی‌هایی اغلب با نقص در چیدن و یا رشد تصادفی مرتبط است. به طوری که اندرکنش بین مرزدانه‌های متحرک و مناطق دارای نقص در چیدن سبب تشکیل این دوقلویی‌ها می‌شود [۲۲].

شکل ۳ تصاویر ریزساختاری فولاد مورد تحقیق را پس از آزمون فشار گرم در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  و نرخ کرنش های متفاوت نمایش می‌دهد. سینتیک تبلور کند و ساختاری با DRX تکمیل نشده به ویژه در نرخ کرنش‌های پایین ( $0.001\text{ s}^{-1}$  و  $0.01\text{ s}^{-1}$ ) در تصاویر میکروسکوپ نوری به آسانی دیده می‌شود. همانطور که ملاحظه می‌شود در نرخ کرنش  $0.001\text{ s}^{-1}$  (شکل ۳ الف)) دانه‌های اولیه دچار تغییر شکل و کشیدگی شده اند و رشد دانه نیز در اثر کرنش و به علت طولانی بودن زمان آزمون در نرخ کرنش پایین رخ داده است. به نظر می‌رسد DRX در مراحل آغازین خود قرار دارد و مرزدانه‌ها به صورت موضعی و در واکنش به نیروی کشش مرزهای فرعی، مهاجرت کرده و دنداندار شده اند.

ظهور تعداد اندکی از دانه‌های کوچک بر روی مرزهای از

پیش موجود دانه‌های درشت، گویای وقوع DRX جزئی در همه نرخ کرنش‌های اعمالی می‌باشد. در نرخ کرنش  $0.01\text{ s}^{-1}$  (شکل ۳ ب)) با کوتاه‌تر شدن زمان تغییر شکل دانه‌های DRX کمتری به چشم می‌خورد. اما با افزایش نرخ کرنش به  $0.01\text{ s}^{-1}$  و  $1\text{ s}^{-1}$  (شکل ۳ ج و د))، کسر حجمی دانه‌های DRX به طور قابل ملاحظه‌ای افزایش یافته است. با افزایش نرخ کرنش انرژی ورودی به نمونه در واحد زمان و یا به عبارتی نرخ تجمع و برخورد نابجایی‌ها با یکدیگر بسیار بیش‌تر است. این امر انرژی ذخیره بیش‌تری برای DRX فراهم می‌کند. از طرفی در طول تغییر شکل گرم تحت نرخ کرنش‌های بالا مانند  $0.01\text{ s}^{-1}$  و  $1\text{ s}^{-1}$ ، مقدار زیادی از انرژی ورودی به گرما تبدیل می‌شود. در چنین نرخ کرنش‌هایی چون زمان کمتری برای خروج گرما از نمونه وجود دارد؛ می‌تواند منجر به افزایش دمای نمونه حین تغییر شکل و در نتیجه افزایش بیشتر حرکات مرزی گردد [۱۸]. این افزایش دمای نمونه که به گرمای آدیاباتیک موسوم است در این شرایط باعث تسهیل جوانه‌زنی و تولید بیشتر دانه‌های جدید DRX در زمان کوتاه‌تر می‌شود.

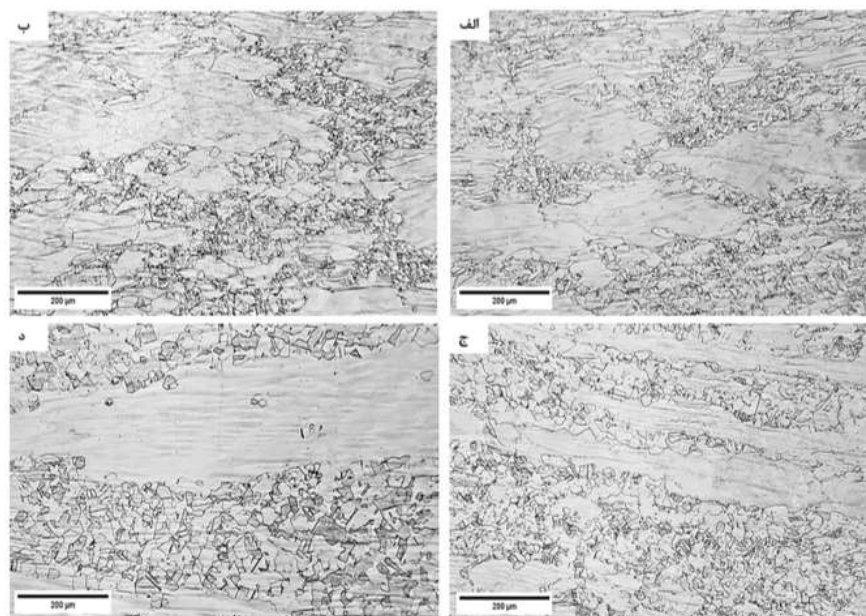
شکل ۴ ریز ساختار پس از آزمون فشار گرم در نرخ کرنش ثابت  $1\text{ s}^{-1}$  و دماهای مختلف نشان داده شده است. با افزایش دما به دماهای  $1050^{\circ}\text{C}$  و  $1100^{\circ}\text{C}$ ، اثر نرخ کرنش بر کسر دانه‌های DRX محسوس‌تر بوده و افزایش بیش‌تری نشان می‌دهد. با وجود بالا بودن دما تا  $1100^{\circ}\text{C}$  هنوز هم سینتیک تبلور در این فولاد کند است. در حالی که در فولادهای آستنیتی سنتی در دماهای به نسبت پایین‌تر با افزایش کرنش تا ۵۰ درصد می‌توان DRX کامل را به دست آورد [۲۰].



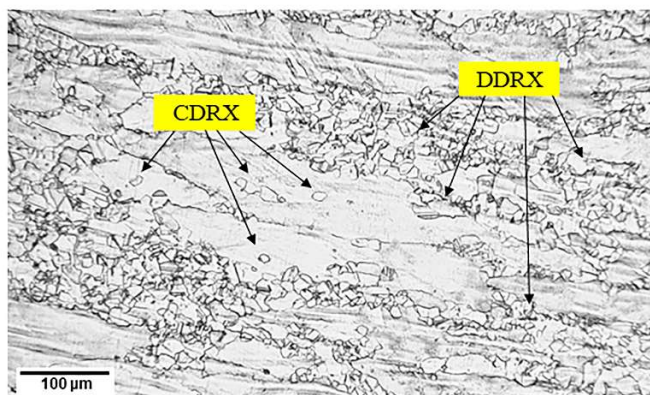
شکل ۳: تصاویر ریزساختاری نمونه‌ها پس از آزمون فشار گرم در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  تحت نرخ کرنش‌های: (الف)  $0.001\text{ s}^{-1}$ ، (ب)  $0.01\text{ s}^{-1}$ ، (ج)  $0.1\text{ s}^{-1}$ ، (د)  $1\text{ s}^{-1}$ .

تبلور مجدد جزئی در ریزساختار و شکل کلی منحنی‌های سیلان در بیشتر شرایط تغییر شکل نیز این نظریه را تأیید می‌کند. چنانکه در شکل ۵ مربوط به نمونه تغییر شکل یافته در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  و نرخ کرنش  $1\text{ s}^{-1}$  مشاهده می‌شود وجود دانه‌های جدید بر روی مرزهای از پیش موجود و تشکیل ساختار گردنبندی، وقوع DDRX را محتمل می‌کند. مهاجرت موضعی مرزدانه‌ها در اثر کرنش (SIBM) از جمله مکانیزم‌های جوانه‌زنی در این فرآیند می‌باشد. به علاوه حضور برخی از دانه‌های ریز درون دانه‌های بزرگتر که با فلش‌های سیاه‌رنگ مشخص شده اند، می‌تواند تأییدکننده وقوع تبلور مجدد دینامیکی پیوسته (CDRX) به عنوان مکانیزم کمکی در این فولاد باشد. این نوع تبلور مجدد بدون جوانه‌زنی متداول روی مرزهای اولیه بوده و تنها بر پایه ساختارهای فرعی گسترش می‌یابد. در این صورت جوانه‌زنی می‌تواند در نواحی مختلف ساختار مانند درون دانه‌ها نیز رخ دهد [۱۸].

با توجه به نتایج و شواهد ریز ساختاری می‌توان ریشه کند بودن نسبی تبلور مجدد را در ماهیت این فولاد جستجو کرد. بر اساس منابع در آلیاژهای آنتروپی بالا وجود انواع عناصر و تفاوت اندازه اتمی آن‌ها باعث ایجاد کرنش اضافی و اعوجاج شدید شبکه شده و از این طریق انرژی استحاله و نیروی محرکه جوانه زنی و رشد دانه‌ها را کاهش می‌دهد. همچنین یک جای خالی یا یک اتم مسیر نفوذی نوسانی برای مهاجرت داشته و به دنبال آن نفوذ کندتر و انرژی فعال سازی بالاتری خواهد داشت. این عوامل می‌توانند بر روی انرژی نقص در چیده شدن (SEE)، تنش اصطکاکی شبکه، دوقلویی‌ها و کاهش انرژی و سینتیک حرکت نابجایی‌ها نیز تأثیر داشته باشند [۱۶]. بنابراین انتظار می‌رود سینتیک تبلور مجدد و بازیابی این فولاد با آنتروپی بالا به دلیل اثر نفوذ کند و اعوجاج شدید شبکه و در نتیجه حرکت دشوار نابجایی‌ها و کاهش مهاجرت مرزدانه نسبت به فولادهای آستنیتی مشابه کندتر باشد [۲۳]. وجود کسر بیشتری از دانه‌های کشیده قبلی و همچنین وقوع



شکل ۴: تصاویر ریزساختاری نمونه‌ها پس از آزمون فشار گرم تحت نرخ کرنش  $1\text{ s}^{-1}$  و دماهای: (الف)  $950^{\circ}\text{C}$ ، (ب)  $1000^{\circ}\text{C}$ ، (ج)  $1050^{\circ}\text{C}$  و (د)  $1100^{\circ}\text{C}$ .



شکل ۵: تصویر ریزساختاری نمونه پس از آزمون فشار گرم در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  تحت نرخ کرنش  $1\text{ s}^{-1}$ .

$$F(\sigma) = \begin{cases} \sigma^n & \alpha\sigma < 0.8 \\ \exp(\beta\sigma) & \alpha\sigma > 1.2 \\ [\sinh(\alpha\sigma)]^{n'} & \text{for all } \sigma \end{cases} \quad (3)$$

در رابطه مذکور Z پارامتر زهر هولمان و Q انرژی فعالسازی عملیات کار گرم می باشد همچنین  $\dot{\epsilon}$  نرخ کرنش تغییر شکل ( $s^{-1}$ )، R ثابت جهانی گاز ( $8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ )، T دمای مطلق (K)،  $\sigma$  تنش سیلان مواد (MPa) و A،  $\alpha$  و n مقادیری ثابت هستند. برای بدست آوردن پارامترهای معادله بنیادین، با جایگزینی F( $\sigma$ ) از معادله ۳ در معادله ۲ می توان آن را به صورت لگاریتمی زیر بازنویسی کرد:

$$\ln Z = \ln \left[ \dot{\epsilon} \exp \left( \frac{Q}{RT} \right) \right] = \ln A + n' (\ln \sinh(\alpha\sigma)) \quad (4)$$

جهت تعیین سایر ثوابت وابسته به ماده ( $A, n'$ ) نیز می توان از روابط زیر بهره برد:

$$\dot{n} = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sinh(\alpha \cdot \sigma)} \bigg|_T \quad (5)$$

$$\ln A = \frac{\partial \ln Z}{\partial \ln \sinh(\alpha \cdot \sigma)} \quad (6)$$

با توجه به روابط فوق در معادله سینوس هایپر بولیک مقادیر ثوابت n و  $\beta$  به ترتیب از متوسط شیب نمودارهای  $\ln \sigma$  در مقابل  $\ln \sigma$  و  $\sigma$  در مقابل  $\ln$  حاصل می شود. مقدار  $\alpha$  نیز با توجه به رابطه  $\alpha = \beta/n$  تعیین می گردد. با توجه به متوسط شیب منحنی های ترسیم شده  $\ln \sigma - \ln$  و  $\sigma - \ln$  در دماهای مختلف و کرنش ۰/۴ مقدار  $n = 8/12$  (شکل ۶ الف) و  $\beta = 0/09$  (شکل ۷ ب) محاسبه شد و سپس مقدار  $\alpha = 0/01$  به دست آمد. حال با داشتن مقدار ضریب تنش و ارتباط آن با رابطه می توان نمودار  $\ln \sinh(\alpha\sigma)$  در کرنش ثابت را رسم کرد. در این صورت متوسط شیب این نمودارهای خطی مقدار  $n'$  را ارائه می دهد. با ترسیم این منحنی مقدار  $n' = 5/98$  برای این فولاد تعیین شد. سپس با جایگذاری ثوابت n و  $\alpha$  انرژی فعال سازی از رابطه زیر به دست می آید:

$$Q = nR \frac{\partial \ln \sinh(\alpha \cdot \sigma)}{\partial \left( \frac{1}{T} \right)} \bigg|_{\dot{\epsilon}} = n' R S_{avg} \quad (7)$$

بر اساس روابط مذکور تغییرات تابع سینوس هایپر بولیک در برابر سرعت کرنش و معکوس دما به ترتیب در شکل ۷ الف) و ب) رسم شده اند. بدین ترتیب متوسط شیب خطوط در شکل ۷ ب) مقدار را نشان می دهد که به مقدار ۱۰/۷۷ محاسبه گردید. همچنین به کمک رابطه ۴ از حاصل ضرب متوسط شیب خطوط شکل ۷ ب) در مقدار  $n'$  و R مقدار Q برابر با  $536/1 \text{ kJ mol}^{-1}$  به دست آمد.

بنابراین نتایج گویای وقوع مشارکتی و همکاری بین دو فرایند DDRX و CDRX در فولاد مورد تحقیق است. طبق گزارشات CDRX اغلب در آلیاژهایی با SFE بالا که فرآیند بازیابی در آنها سریع صورت می گیرد؛ یافت می شود. این مکانیزم ترمیم در فاز آستنیت در فولادها به دلیل SFE پایین کمتر دیده شده است و آنها اغلب تمایل دارند از طریق مکانیزم DDRX متبلور شوند. اما به این معنا نیست که CDRX در آنها رخ نمی دهد. چنانکه تعداد زیادی از تحقیقات وقوع CDRX را در آستنیت با SFE پایین نیز گزارش کرده اند. در اغلب این موارد، ورود CDRX به فرایند تبلور مجدد زمانی رخ می دهد که DDRX به هر دلیل کند یا منع می شود. به عبارتی دیگر SFE به عنوان یکی از مهمترین عوامل اثر گذار، به تنهایی تعیین کننده نوع مکانیزم های ترمیم در طول تغییر شکل گرم نیست؛ بلکه فرآیند DRX می تواند با تغییر در اندازه دانه اولیه و ترکیب شیمیایی تغییر کرده و یا به راحتی تحت تأثیر پارامترهای فرایند (به عنوان مثال، نرخ کرنش و دما) قرار گیرد [۲۴-۲۶]. بنابراین بین DDRX و CDRX هیچ خط جدایی دقیقی وجود ندارد. اما باید در نظر داشت که همچنان SFE به عنوان تعیین کننده وسعت DDRX و CDRX در فولادها و آلیاژها نقش پررنگی دارد و در صورت مشارکت این دو مکانیزم با یکدیگر در اغلب شرایط سهم هریک توسط سطح SFE تعیین می شود.

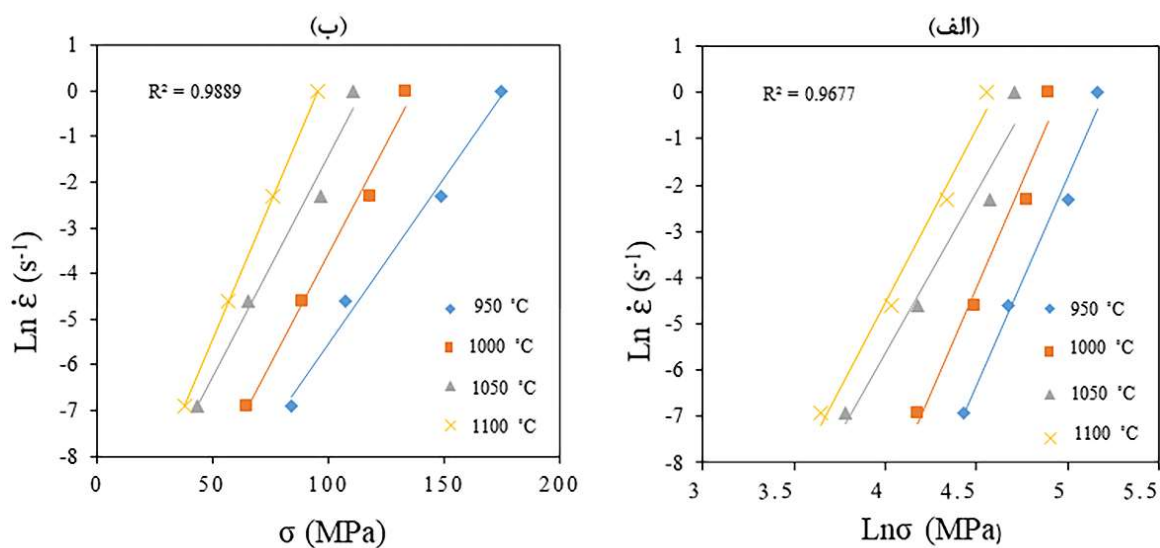
در مورد این فولاد آنتروپی بالا می توان گفت که DDRX به علت سینتیک کند تحرک مرز در HEAs منع شده و CDRX برای جبران سرعت اندک DDRX وارد عمل می شود. با افزایش نرخ کرنش و دما کسر کلی تبلور مجدد بیشتر شده و DDRX نیز به دنبال افزایش تحرکات مرزی سهم بیشتری داشته است. به طوری که سهم تقریبی مکانیزم CDRX در ترمیم ریزساختار ۱۱ درصد و سهم تقریبی مکانیزم DDRX حدود ۸۹ درصد تخمین زده می شود.

#### تدوین رابطه بنیادین

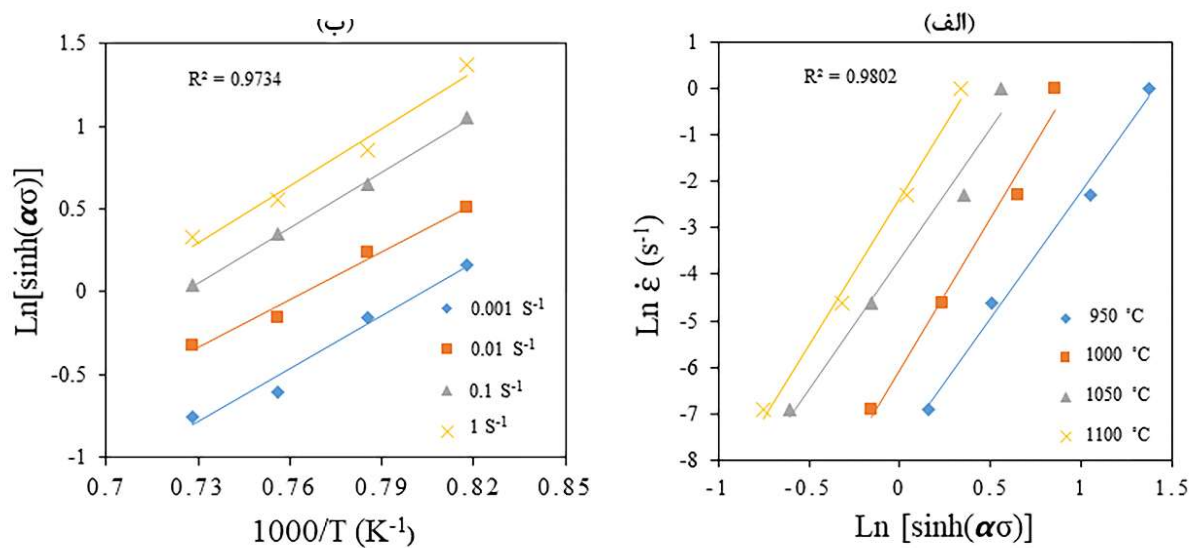
معادلات بنیادین یک سری روابط ریاضیاتی روابطی با شکل کلی  $\sigma = f(\dot{\epsilon}, T)$  هستند که جهت ایجاد ارتباط بین تنش با دما و سرعت تغییر شکل در یک کرنش معین و یا در نقطه پیک به کار برده می شوند. از بین این روابط، معادلات نمایی، توانی، سینوس هایپر بولیک در رابطه ۳ ارائه شده که معادله سینوس هایپر بولیک دامنه ی تنش وسیع تری را پوشش می دهد و بسیار پرکاربردتر است [۲۷]. لذا در این قسمت نیز این معادله برای بررسی اثر دما و نرخ کرنش بر سطح تنش سیلان و مقاومت به تغییر شکل فولاد مورد تحقیق انتخاب گردید و سپس معادله مذکور در کرنش ۰/۴ حل شد.

$$Z = \dot{\epsilon} \exp \left( \frac{Q}{RT} \right) \quad (1)$$

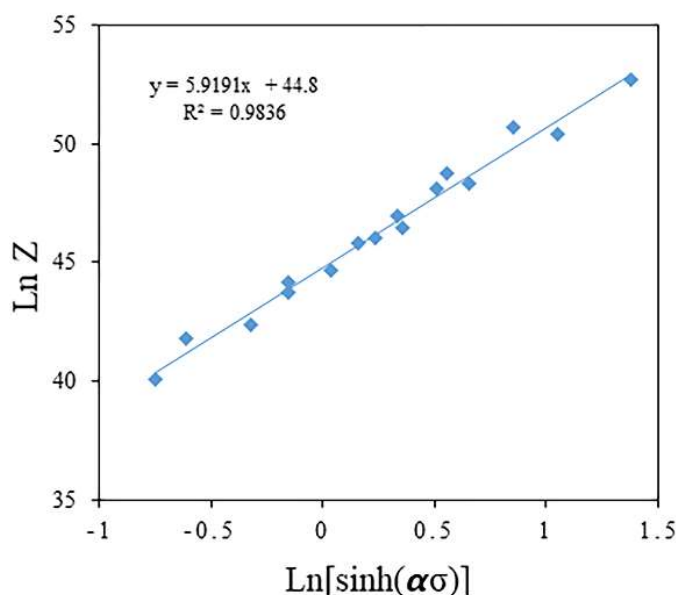
$$\dot{\epsilon} = AF(\sigma) \exp \left( -\frac{Q}{RT} \right) \quad (2)$$



شکل ۶: تغییرات تنش با نرخ کرنش ثابت و دماهای مختلف تغییر شکل بر اساس روابط بنیادین (الف) نمایی (ب) توانی.



شکل ۷: تغییرات تابع سینوس هایپربولیک تنش با (الف) نرخ کرنش و (ب) معکوس دما.



شکل ۸: تغییرات تابع سینوس هایپر بولیک تنش با پارامتر زنر-هولمان.

می‌توان رابطه بیان کننده رفتار سیلان آلیاژ مورد نظر در شرایط کار گرم را در کرنش ۰/۴ به صورت زیر نشان داد:

$$Z = \varepsilon \exp\left(\frac{5361396.55}{RT}\right) = 2.86 \times 10^{19} [\sinh(0.011\sigma)]^{5.77} \quad (۸)$$

از تعمیم نتایج آزمایشگاهی با این دست از روابط بنیادین می‌توان در طراحی شرایط عملیات شکل‌دهی صنعتی، سطح تنش سیلان و به تبع آن بار مورد نیاز در هر دما و نرخ کرنش بهینه بهره برد.

#### ۴. نتیجه گیری

در پژوهش حاضر پس از طراحی یک فولاد آنتروپی بالا با قابلیت TWIP به بررسی رفتار تغییر شکل گرم و تحولات ریزساختاری آن از طریق اعمال آزمون فشار گرم در محدوده دمایی ۹۵۰-۱۱۰۰ °C با نرخ کرنش‌های  $1 \text{ s}^{-1}$  تا  $0.001 \text{ s}^{-1}$  پرداخته شد. خلاصه‌ای از نتایج به دست آمده به شرح زیر ارائه شده است:

- ۱- فولاد با آنتروپی بالا مطابق با آنالیز و کیفیت مورد نیاز به روش ذوب القایی تحت خلأ با موفقیت سنتز شد.
- ۲- وقوع تبلور مجدد جزئی در اغلب شرایط تغییر شکل گویای سینتیک کند تبلور مجدد و بازیابی در این فولاد آنتروپی بالا نسبت به فولادهای آستنیتی سنتی مشابه می‌باشد. علت این اختلاف به اثر نفوذ کند و اعوجاج شدید شبکه و در نتیجه حرکت دشوار نابجایی‌ها و کاهش مهاجرت مرز دانه در این دست از آلیاژها نسبت داده شد.

همانطور که انتظار می‌رود مقدار انرژی فعال‌سازی محاسبه شده برای این فولاد بزرگ‌تر از مقدار گزارش شده (حدود ۴۳۴-۲۷۹) برای فولادهای آستنیتی مشابه با منگنز بالا می‌باشد [۲۸]. با آنالیز روند داده‌های گزارش شده در منابع، می‌توان دریافت انرژی فعال‌سازی در فولادهای پرآلیاژ و یا دارای عناصر میکروآلیاژی نسبت به فولادهای با مقدار منگنز و آلومینیوم بالا و یا فولادهای کم کربن بالاتر است. در واقع این نوع فولادهای پرآلیاژ مستعد به رسوب‌گذاری بوده و این امر می‌تواند در بالا رفتن میزان انرژی لازم برای آغاز تبلور مجدد مؤثر باشد. در آلیاژهای آنتروپی بالا با توجه به ترکیب و ساختار آلیاژ طیف گسترده‌ای از مقادیر انرژی فعال‌سازی وجود دارد؛ اما به طور کلی سطح انرژی مورد نیاز برای رسیدن به نقطه‌ی پیک منحنی سیلان در این آلیاژها به علت پرآلیاژی بودن و اثر نفوذ کند در آنها، نسبتاً بالاست. هنگامی که عناصر بین‌نشین و یا عناصری با اختلاف شعاع اتمی زیاد در ترکیب آنها استفاده گردد، اثر اعوجاج شبکه نیز تشدید می‌شود. می‌توان گفت مقدار انرژی فعال‌سازی برای این فولاد قابل مقایسه با نوعی آلیاژ آنتروپی بالای تقویت‌شده با کربن می‌باشد. وانگ و همکاران [۲۹] با تعیین مقدار Q برای آلیاژ CoCrFeMnNiC0.5 و مقایسه آن با مقدار به دست آمده برای همین آلیاژ بدون کربن دریافتند که اضافه کردن کربن می‌تواند به طور مؤثری مانع از لغزش نابجایی‌ها شده و منجر به افزایش بیشتر کارسختی و انرژی فعال‌سازی حین تغییر شکل گردد.

در نهایت با جایگذاری ثوابت به دست آمده در رابطه بنیادین سینوس هایپر بولیک معادله ۴ و رسم تغییرات تابع Z در برابر تنش سیلان (شکل ۸) و محاسبه عرض از مبدأ طبق رابطه ثابت A برابر با  $2/86 \times 10^{19}$  تعیین شده است. بدین ترتیب

- [11] Wei D, Li X, Heng W, Koizumi Y, He F, Choi WM, Lee BJ, Kim HS, Kato H, Chiba A. Novel Co-rich high entropy alloys with superior tensile properties. *Materials Research Letters*. 2019 Feb 1;7(2):82-8.
- [12] Zhao J, Jiang Z. Thermomechanical processing of advanced high strength steels. *Progress in Materials Science*. 2018 May 1;94:174-242.
- [13] Wang X, Zhang Y, Ma X. High temperature deformation and dynamic recrystallization behavior of AlCrCuFeNi high entropy alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2020 Mar 19;778:139077.
- [14] Tian Q, Zhang G, Yin K, Wang L, Wang W, Cheng W, Wang Y, Huang JC. High temperature deformation mechanism and microstructural evolution of relatively lightweight AlCoCrFeNi high entropy alloy. *Intermetallics*. 2020 Apr 1;119:106707.
- [15] Eleti RR, Bhattacharjee T, Zhao L, Bhattacharjee PP, Tsuji N. Hot deformation behavior of CoCrFeMnNi FCC high entropy alloy. *Materials Chemistry and Physics*. 2018 May 1;210:176-86.
- [16] George EP, Raabe D, Ritchie RO. High-entropy alloys. *Nature reviews materials*. 2019 Aug;4(8):515-34.
- [17] Luo R, Zheng Q, Zhu JJ, Guo S, Li DS, Xu GF, Cheng XN. Dynamic recrystallization behavior of Fe-20Cr-30Ni-0.6 Nb-2Al-Mo alloy. *Rare Metals*. 2019 Feb 12;38:181-8.
- [18] Rollett A, Rohrer GS, Humphreys J. Recrystallization and related annealing phenomena. *Newnes*; 2017 Jul 24.
- [19] D. G. He et al., "Microstructural evolution and support vector regression model for an aged Ni-based superalloy during two-stage hot forming with stepped strain rates," *Mater. Des.*, vol. 154, pp. 51-62, 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2018.05.022.
- [20] Hajkazemi J, Zarei-Hanzaki A, Sabet M, Khoddam S. Double-hit compression behavior of TWIP steels. *Materials Science and Engineering: A*. 2011 Dec 15;530:233-8.
- [21] Gleiter H. The formation of annealing twins. *Acta metallurgica*. 1969 Dec 1;17(12):1421-8.
- [22] He DG, Lin YC, Chen J, Chen DD, Huang J, Tang Y, Chen MS. Microstructural evolution and support vector regression model for an aged Ni-based superalloy during two-stage hot forming with stepped strain rates. *Materials & Design*. 2018 Sep 15;154:51-62.
- [23] Eleti RR, Bhattacharjee T, Zhao L, Bhattacharjee PP, Tsuji N. Hot deformation behavior of CoCrFeMnNi FCC high entropy alloy. *Materials Chemistry and Physics*. 2018 May 1;210:176-86.
- [24] GChoi M, Ondicho I, Park N, Tsuji N. Strength-ductility balance in an ultrafine-grained non-equiatomic Fe50 (CoCrMnNi) 50 medium-entropy alloy with a fully recrystallized microstructure. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019 Apr 5;780:959-66.
- [25] Ma Y, Yuan F, Yang M, Jiang P, Ma E, Wu X. Dynamic shear deformation of a CrCoNi medium-entropy alloy with heterogeneous grain structures. *Acta Materialia*. 2018 Apr 15;148:407-18.
- [26] He G, Zhao Y, Gan B, Sheng X, Liu Y, Tan L. Mechanism of grain refinement in an equiatomic medium-entropy alloy CrCoNi during hot deformation. *Journal of Alloys and Compounds*. 2020 Jan 30;815:152382.
- [27] McQueen HJ, Ryan ND. Constitutive analysis in hot working. *Materials Science and Engineering: A*. 2002 Jan 15;322(1-2):43-63.
- [28] Reyes-Calderón F, Mejía I, Cabrera JM. Hot deformation activation energy (QHW) of austenitic Fe-22Mn-1.5 Al-1.5 Si-0.4 C TWIP steels microalloyed with Nb, V, and Ti. *Materials Science and Engineering: A*. 2013 Feb 1;562:46-52.
- [29] Yi H, Zhang Y, Xie R, Bi M, Wei D. High-temperature deformation behaviors of the C-doped and N-doped high entropy alloys. *Metals*. 2021 Sep 24;11(10):1517.

۳- با بررسی ریزساختاری مشخص شد که کسر حجمی دانه‌های DRX با افزایش نرخ کرنش به  $1 \text{ s}^{-1}$  افزایش یافته است. اثرات ترکیبی ذخیره انرژی بیشتر و افزایش دمای آدیاباتیک در چنین نرخ کرنش‌های بالایی منجر به افزایش دمای نمونه حین تغییر شکل شده و کسر حجمی دانه‌های DRX را افزایش داده است.

۴- مکانیزم‌های جوانه‌زنی CDRX و DDRX به‌طور همزمان در ایجاد ریزساختارهای توسعه‌یافته به صورت رقابتی نقش ایفا کرده اند. اما اثر DDRX به‌ویژه در دماها و نرخ‌های بالاتر تغییر شکل محسوس‌تر بوده و سهم بیشتری از دانه‌های DRX را به خود اختصاص می‌دهد. بنابراین CDRX به‌عنوان مکانیزم کمکی در نظر گرفته شده است.

۵- ثوابت ماده  $\alpha$ ،  $\beta$  و  $n$  به کمک معادلات بنیادین نمایی و توانی در کرنش  $0.4$  به ترتیب برابر با  $0.9$ ،  $1.2$  و  $0.1$  تعیین شد. سپس مقدار انرژی فعال‌سازی تغییر شکل در این کرنش با استفاده از رابطه بنیادین سینوس هایپر بولیک به‌میزان  $536/1 \text{ kJ mol}^{-1}$  محاسبه شد.

## References

- [1] George EP, Curtin WA, Tazan CC. High entropy alloys: A focused review of mechanical properties and deformation mechanisms. *Acta Materialia*. 2020 Apr 15;188:435-74.
- [2] Wei CB, Du XH, Lu YP, Jiang H, Li TJ, Wang TM. Novel as-cast AlCrFe 2 Ni 2 Ti 05 high-entropy alloy with excellent mechanical properties. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*. 2020 Oct;27:1312-7.
- [3] Sun SJ, Tian YZ, An XH, Lin HR, Wang JW, Zhang ZF. Ultrahigh cryogenic strength and exceptional ductility in ultrafine-grained CoCrFeMnNi high-entropy alloy with fully recrystallized structure. *Materials Today Nano*. 2018 Dec 1;4:46-53.
- [4] Chen J, Zhou X, Wang W, Liu B, Lv Y, Yang W, Xu D, Liu Y. A review on fundamental of high entropy alloys with promising high-temperature properties. *Journal of Alloys and Compounds*. 2018 Sep 5;760:15-30.
- [5] Ye YF, Wang Q, Lu J, Liu CT, Yang Y. High-entropy alloy: challenges and prospects. *Materials Today*. 2016 Jul 1;19(6):349-62.
- [6] Raabe D, Tazan CC, Springer H, Bausch M. From high-entropy alloys to high-entropy steels. *Steel research international*. 2015 Oct;86(10):1127-38.
- [7] Jain H, Shadangi Y, Shivam V, Chakravarty D, Mukhopadhyay NK, Kumar D. Phase evolution and mechanical properties of non-equiatomic Fe-Mn-Ni-Cr-Al-Si-C high entropy steel. *Journal of Alloys and Compounds*. 2020 Sep 5;834:155013.
- [8] Wang M, Li Z, Raabe D. In-situ SEM observation of phase transformation and twinning mechanisms in an interstitial high-entropy alloy. *Acta Materialia*. 2018 Apr 1;147:236-46.
- [9] Yao MJ, Pradeep KG, Tazan CC, Raabe D. A novel, single phase, non-equiatomic FeMnNiCoCr high-entropy alloy with exceptional phase stability and tensile ductility. *Scripta Materialia*. 2014 Feb 1;72:5-8.
- [10] Wu X, Mayweg D, Ponge D, Li Z. Microstructure and deformation behavior of two TWIP/TRIP high entropy alloys upon grain refinement. *Materials Science and Engineering: A*. 2021 Jan 20;802:140661.