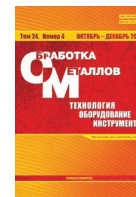




## Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)

Сайт журнала: [http://journals.nstu.ru/obrabotka\\_metallov](http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov)







### Оценка остаточных напряжений в кристаллических фазах высокоэнтропийных сплавов системы $Al_xCoCrFeNi$

Иван Иванов<sup>1, a, \*</sup>, Александр Юргин<sup>1, b</sup>, Игорь Насенник<sup>1, c</sup>, Константин Купер<sup>2, 3, d</sup>

<sup>1</sup>Новосибирский государственный технический университет, пр. К. Маркса, 20, г. Новосибирск, 630073, Россия

<sup>2</sup>Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, пр. Академика Лаврентьева, 11, г. Новосибирск, 630090, Россия

<sup>3</sup>Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Никольский пр., 1, Кольцово, 630559, Россия

<sup>a</sup>  <https://orcid.org/0000-0001-5021-0098>,  [i.ivanov@corp.nstu.ru](mailto:i.ivanov@corp.nstu.ru), <sup>b</sup>  <https://orcid.org/0000-0003-0473-7627>,  [yurgin2012@yandex.ru](mailto:yurgin2012@yandex.ru),

<sup>c</sup>  <https://orcid.org/0000-0003-0937-5004>,  [goga.mer@mail.ru](mailto:goga.mer@mail.ru), <sup>d</sup>  <https://orcid.org/0000-0001-5017-6248>,  [k.e.kuper@inp.nsk.su](mailto:k.e.kuper@inp.nsk.su)

#### ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

УДК 538.911

#### История статьи:

Поступила: 13 сентября 2022

Рецензирование: 26 сентября 2022

Принята к печати: 06 октября 2022

Доступно онлайн: 15 декабря 2022

#### Ключевые слова:

Высокоэнтропийные сплавы

$Al_xCoCrFeNi$

Пластическая деформация

Остаточные напряжения

Дифракция синхротронного рентгеновского излучения

#### Финансирование:

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда в рамках проекта № 20-73-10215 «In-situ исследование эволюции дислокационной структуры пластически деформированных высокоэнтропийных сплавов в условиях действия высоких давлений и температур с применением синхротронного излучения». Исследования выполнены на оборудовании ЦКП «Структура, механические и физические свойства материалов».

#### АННОТАЦИЯ

**Введение.** Для всех пластически деформированных металлических сплавов характерно наличие дефектов кристаллической структуры, повышающих внутреннюю энергию системы. Эти дефекты также приводят к появлению остаточных напряжений, которые оказывают сложное влияние на свойства материала. Наиболее критичными с точки зрения эксплуатации изделия часто оказываются макронапряжения, которые могут приводить к его короблению, снижению коррозионной стойкости и изменению прочностных характеристик. **Целью данной работы являлась оценка** остаточных напряжений фазы с примитивной кубической решеткой, характерной для высокоэнтропийных сплавов  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  и  $AlCoCrFeNi$ . **Методы исследования.** Кристаллическое строение сплавов исследовалось с использованием метода рентгеноструктурного анализа. Эксперименты по рентгеноструктурному анализу проводили в Сибирском центре синхротронного и терагерцового излучения на ускорителе ВЭПП-4 (г. Новосибирск, ИЯФ СО РАН, линия 5-А «Рентгеновская микроскопия и томография»). Исследования с использованием синхротронного излучения были проведены в режиме «на просвет». Оценка остаточных макронапряжений кристаллических фаз сплавов  $Al_{0,3}CoCrFeNi$  и  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  основывалась на анализе изменения формы дифракционных колец при изменении азимутального угла  $\chi$ . **Материалы исследования.** В данной работе объектами исследований являлись слитки высокоэнтропийных сплавов  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  и  $AlCoCrFeNi$ . Слитки были получены из чистых металлов методом аргонодуговой плавки с охлаждением на медной подложке. Для проведения дальнейших исследований из слитков вырезались цилиндрические образцы, которые подвергались пластической деформации по схеме одноосного сжатия. **Результаты и обсуждение.** Результаты анализа указывают на тот факт, что в сплаве  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  для данной фазы характерно наличие более высоких значений макронапряжений по сравнению со сплавом  $AlCoCrFeNi$ . Остаточная деформация решетки B2 фазы вдоль направления [100], входящей в состав сплава  $AlCoCrFeNi$ , составила 2,5 % при внешней нагрузке 2500 МПа, в то время как значение искажения решетки данной фазы для сплава  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  равно 5,5 % при аналогичных внешних условиях. Кроме того, пластическая деформация ВЭС  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  не привела к его разрушению. Это позволяет сделать вывод, что повышенная пластичность данного сплава связана не только с наличием фазы с гранецентрированной кубической решеткой, но и повышенной податливостью фазы с примитивной решеткой.

**Для цитирования:** Оценка остаточных напряжений в кристаллических фазах высокоэнтропийных сплавов системы  $Al_xCoCrFeNi$  / И.В. Иванов, А.Б. Юргин, И.Е. Насенник, К.Э. Купер // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2022. – Т. 24, № 4. – С. 181–191. – DOI: 10.17212/1994-6309-2022-24.4-181-191.

#### \*Адрес для переписки

Иванов Иван Владимирович, к.т.н.

Новосибирский государственный технический университет,  
пр. К. Маркса, 20,

630073, г. Новосибирск, Россия

Тел.: 8 (383) 346-11-71, e-mail: [i.ivanov@corp.nstu.ru](mailto:i.ivanov@corp.nstu.ru)

## Введение

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) являются новым и одним из наиболее многообещающих классов материалов [1–6]. Благодаря своей структуре они обладают высокими показателями механических и физических свойств, что делает

их перспективными для применения в самых различных областях промышленности.

Высокие ожидания относительно возможностей применения ВЭС во многом обусловлены их высокой фазовой стабильностью [7, 8]. Известно, что для ВЭС характерно образование фаз с кубическими кристаллическими решетками [9, 10]. Изначально считалось, что расположение атомов в структуре ВЭС является полностью случайным, что должно было обуславливать их высокие механические и физические свойства. Однако в последнее время все чаще стали появляться работы, в которых показано, что в ВЭС присутствуют дополнительные фазы, для которых характерно закономерное, а не случайное расположение атомов в структуре [11–14]. Зачастую эти фазы появляются в структуре ВЭС при длительном термическом воздействии [15, 16]. Так, например, известно, что в некоторых сплавах системы  $Al_xCoCrFeNi$  формируются упорядоченные  $B2$  и  $L1_2$  фазы, характеризующиеся примитивной кубической решеткой [17–19]. Благодаря возможности гибкого регулирования фазового состава путем изменения содержания алюминия система сплавов  $Al_xCoCrFeNi$  является наиболее многообещающей среди всех высокоэнтропийных сплавов.

Отдельным вопросом является развитие деформационно- и термически напряженных состояний в пределах заготовок, полученных из высокоэнтропийных сплавов. Хорошо известно, что энергия пластической деформации накапливается в структуре металлических сплавов в виде остаточных напряжений. Различают следующие виды внутренних напряжений: макронапряжения; микронапряжения и статические искажения решетки [20]. Данные напряжения оказывают влияние на ряд свойств материалов. Перспективы использования ВЭС в качестве конструкционных и функциональных материалов требуют от ученых и инженеров понимания процессов развития внутренних напряжений в пределах кристаллических фаз, составляющих ВЭС. Однако на данный момент в литературных источниках не представлено исследований остаточных напряжений и остаточных деформаций высокоэнтропийных сплавов, в частности, системы  $Al_xCoCrFeNi$ .

Целью настоящей работы являлась оценка остаточных деформаций фаз высокоэнтропий-

ных сплавов системы  $Al_xCoCrFeNi$  после холодной пластической деформации. Для этого были проведены эксперименты по пластической деформации сплавов  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  и  $AlCoCrFeNi$  методом осевого сжатия и расчет остаточных деформаций методом дифракции рентгеновского синхротронного излучения. Результаты работы позволяют сделать выводы о механических свойствах фаз высокоэнтропийных сплавов.

### Методика исследований

В данной работе объектами исследований являлись слитки высокоэнтропийных сплавов  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  и  $AlCoCrFeNi$ . Слитки были получены из чистых металлов методом аргодуговой плавки с охлаждением на медной подложке. Форма слитков была близка к цилиндрической. Высота полученных заготовок составляла около 10 мм, диаметр около 20 мм. С целью наиболее равномерного распределения химических элементов переплав осуществлялся не менее 10 раз. Потеря массы при выплавке не превышала 0,2 %. Элементный состав слитков оценивали методом микрорентгеноспектрального анализа с использованием сканирующего электронного микроскопа *Carl Zeiss EVO50 XVP* и энергодисперсионного детектора *Oxford Instruments X-Act*. Конечное значение элементного состава определялось путем усреднения значений не менее чем с двадцати различных областей слитка. Согласно полученным данным отклонение состава от номинального не превышало 0,6 %.

Для проведения дальнейших исследований из слитков вырезались цилиндрические образцы высотой 8 мм и диаметром 5 мм. Полученные цилиндры подвергались пластической деформации по схеме одноосного сжатия на универсальной электромеханической установке *Instron 3369*. При максимальном приложенном напряжении ~2500 МПа деформация сплава  $AlCoCrFeNi$  составила 30 %, а деформация сплава  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  – 53 %. Исходя из этих значений были выбраны следующие степени обжатия: 25; 34; 45; 50 и 53 % для сплава  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  и 12; 18 и 30 % для сплава  $AlCoCrFeNi$ .

Металлографические исследования образцов проводили методом световой микроскопии на микроскопе *Carl Zeiss Axio Observer*. Перед исследованиями металлографические шлифы

подвергали травлению раствором, состоящим из грамма сульфата меди(II), соляной кислоты и воды (по 5 мл).

Кристаллическое строение сплавов исследовалось с использованием метода рентгеноструктурного анализа. Эксперименты по рентгеноструктурному анализу проводили в Сибирском центре синхротронного и терагерцового излучения на ускорителе ВЭПП-4 (г. Новосибирск, ИЯФ СО РАН, линия 5-А «Рентгеновская микроскопия и томография»). Исследования с использованием синхротронного излучения были проведены в режиме «на просвет». Длина волны рентгеновского излучения составляла 0,0221 нм. Для регистрации дифракционных картин использовали 2D-детектор *mar345s* с размером пикселя  $100 \times 100 \text{ мкм}^2$  и диаметром области сканирования 345 мм. Полученные дифракционные картины путем азимутального интегрирования приводили к одномерному виду [21].

## Результаты и их обсуждение

Популярность ВЭС системы  $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$  среди исследователей во многом обусловлена возможностью управления фазовым составом сплавов путем изменения содержания алюминия. При этом различие в фазовом составе оказывает существенное влияние на механические свойства сплавов. На рис. 1 показаны кривые сжатия исследуемых высокоэнтропийных сплавов. Из представленных данных следует, что сплав  $\text{Al}_{0,6}\text{CoCrFeNi}$  обладает большей пластичностью по сравнению со сплавом  $\text{AlCoCrFeNi}$ , в то время как при максимальном приложенном напряжении  $\sim 2500 \text{ МПа}$  деформация этого сплава составила 30 %, а деформация сплава  $\text{Al}_{0,6}\text{CoCrFeNi}$  – 53 %.

Согласно результатам металлографических исследований структура сплавов также подверглась существенным изменениям после пласти-

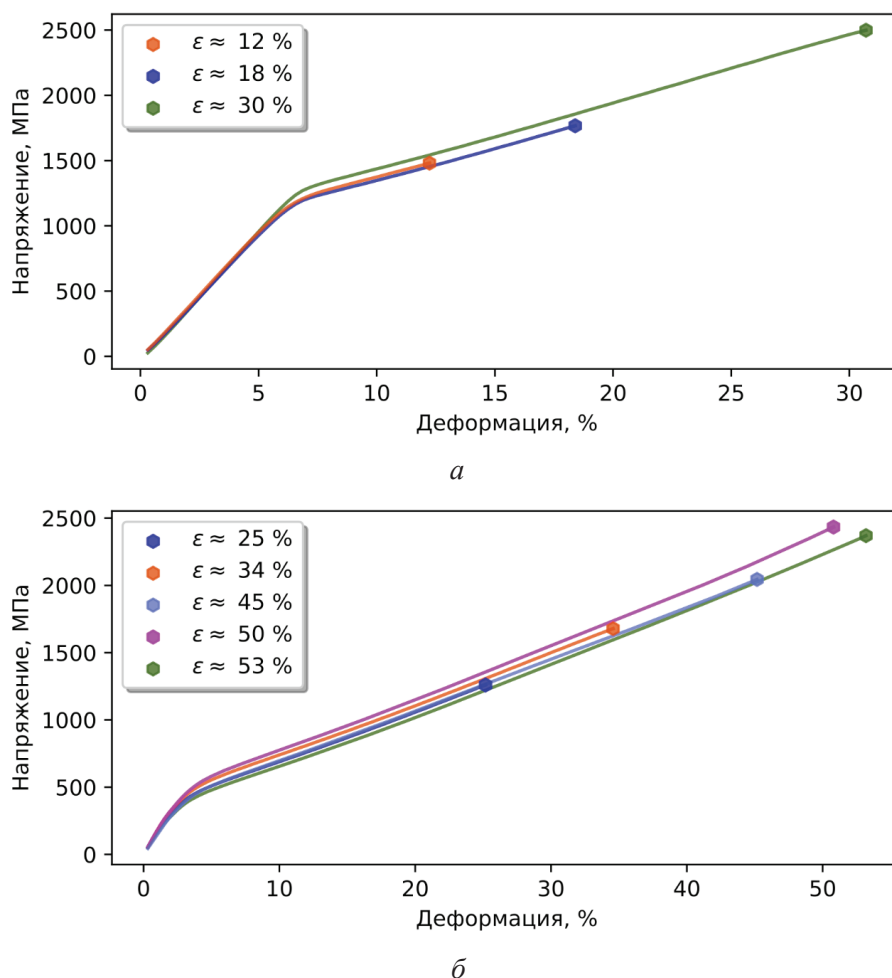


Рис. 1. Кривые сжатия сплавов  $\text{AlCoCrFeNi}$  (а) и  $\text{Al}_{0,6}\text{CoCrFeNi}$  (б)

Fig. 1. Compression curves of  $\text{AlCoCrFeNi}$  (a) and  $\text{Al}_{0,6}\text{CoCrFeNi}$  (b) alloys

ческой деформации (рис. 2). Во-первых, в результате деформации наблюдается характерное изменение формы зёрен. Во-вторых, пластическая деформация сплава  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  со степенью обжатия 53 % (рис. 2, *з*) не приводит к его разрушению, однако в случае сплава  $AlCoCrFeNi$  (рис. 2, *в*) следы разрушения проявляются уже при обжатии на 12 %.

Известно, что остаточные напряжения уравниваются в различных объемах деформированного тела и также оказывают влияние на изменение положения и формы дифракционных максимумов. Макронапряжения (или напряжения I рода) уравниваются в макрообъемах материала и приводят к изменению положений дифракционных максимумов и формы дифракционных колец. Микронапряжения (напряжения II рода) уравниваются в пределах нескольких кристаллитов или блоков и приводят

к изменению формы (ширины) дифракционных максимумов. Статические напряжения уравниваются в пределах групп атомов и приводят к росту диффузного рассеяния и соответственно повышению интенсивности фона. С точки зрения эксплуатационных свойств проектируемого изделия наиболее важными являются макронапряжения, поскольку они могут приводить к его короблению.

Оценка остаточных макронапряжений кристаллических фаз сплавов  $Al_{0,3}CoCrFeNi$  и  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  основывалась на анализе изменения формы дифракционных колец при изменении азимутального угла  $\chi$ . Другими словами, для каждого угла  $\chi$  оценивались параметры решетки. Однако для этого необходимо, чтобы положения дифракционных максимумов были хорошо различимы. На рис. 3 приведен пример одномерных дифрактограмм, полученных в данной работе.

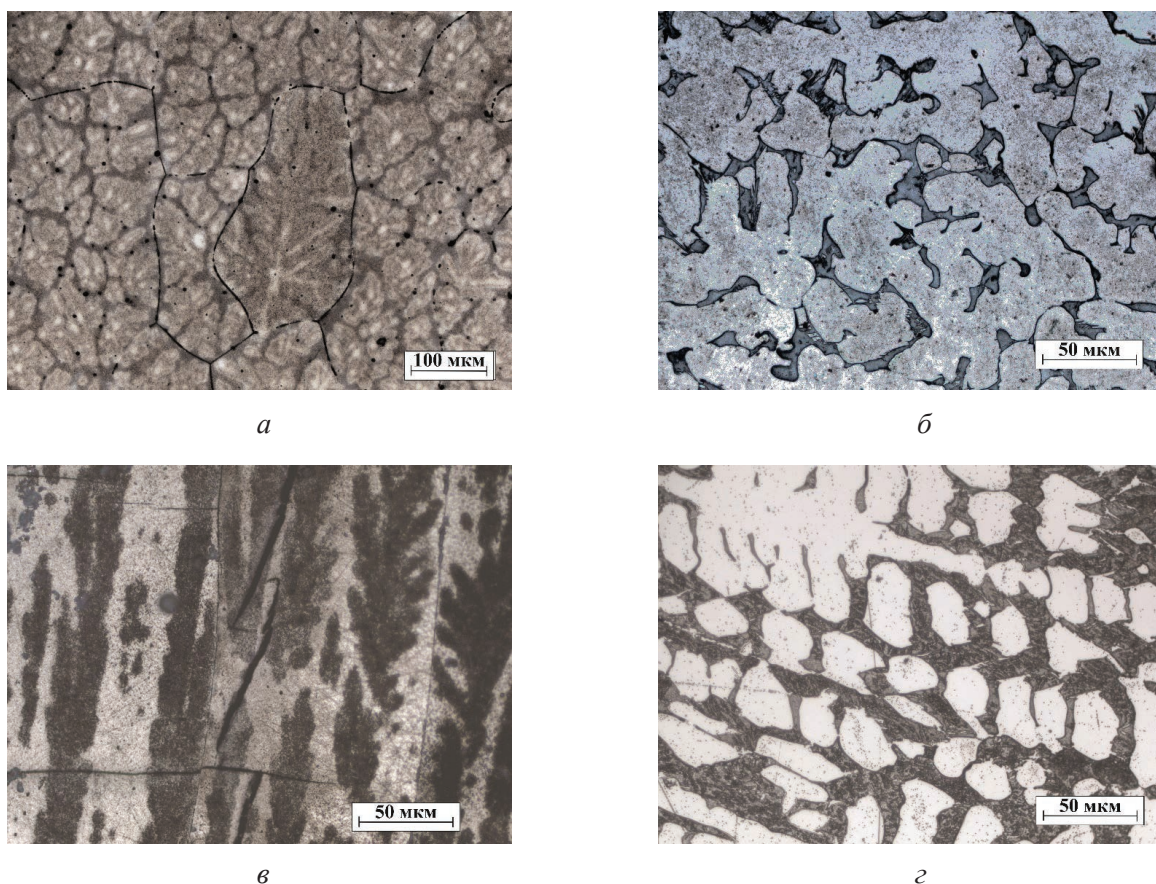


Рис. 2. Результаты металлографических исследований: сплав  $AlCoCrFeNi$  до деформации (*а*); деформированный на 12 % (*б*); сплав  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  до деформации (*в*); после сжатия на 53 % (*г*)

Fig. 2. Results of metallographic studies:  $AlCoCrFeNi$  alloy before deformation (*a*); deformed by 12 % (*б*);  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  alloy before deformation (*в*); after 53 % compression (*г*)

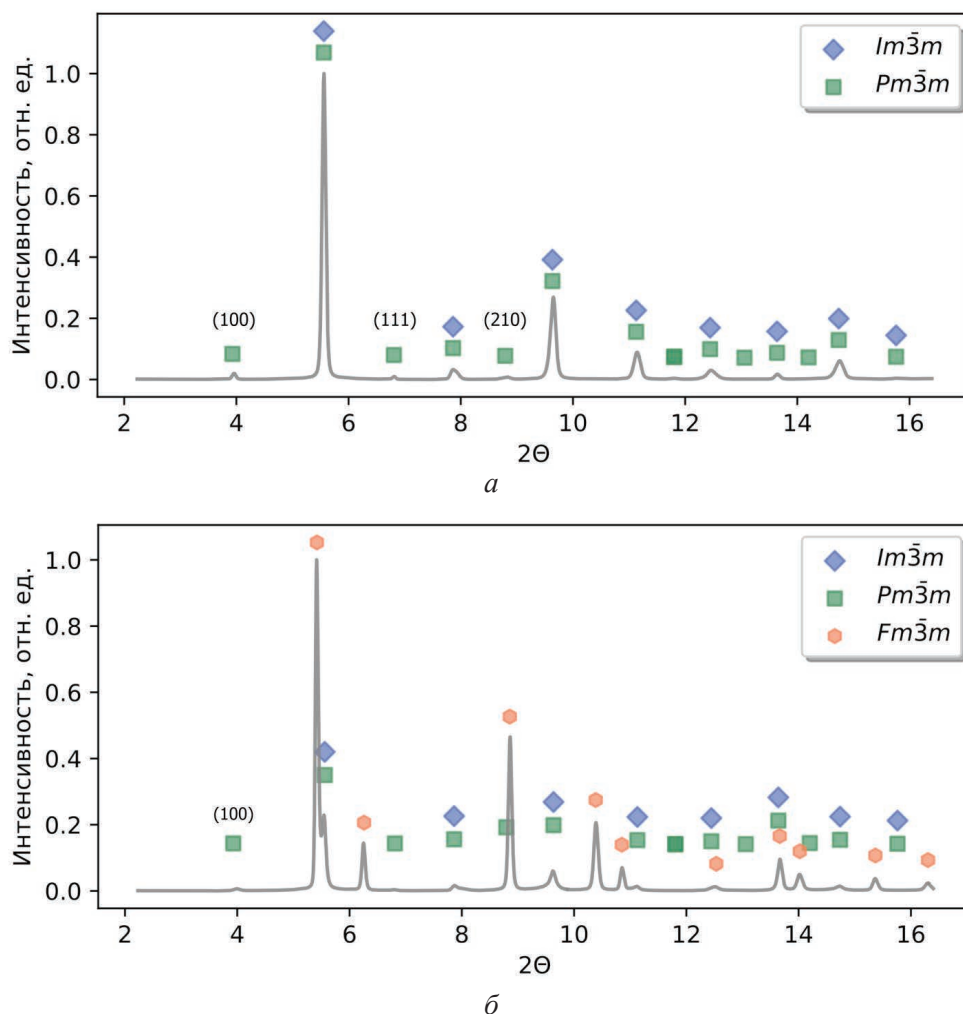


Рис. 3. Дифрактограммы сплавов AlCoCrFeNi (а) и Al<sub>0,6</sub>CoCrFeNi (б), подвергнутых одноосному сжатию на 18 и 25 % соответственно

Fig. 3. Diffraction patterns of AlCoCrFeNi (a) and Al<sub>0,6</sub>CoCrFeNi (b), alloys subjected to uniaxial compression by 18 and 25 % respectively

Согласно работам [11, 12] в состав сплава AlCoCrFeNi входят две фазы, характеризующиеся кубической сингонией: разупорядоченная (пространственная группа симметрии  $Im\bar{3}m$ ) и упорядоченная (пространственная группа симметрии  $Pm\bar{3}m$ , тип B2 в системе обозначений *Strukturbericht*). Ввиду того что параметры решеток данных фаз являются идентичными, дифракционные максимумы имеют одинаковые угловые позиции. Поэтому анализ деформаций сплава AlCoCrFeNi возможен только для пиков фазы с примитивной решеткой. В настоящей работе расчет проводился по трем дифракционным максимумам  $Pm\bar{3}m$  фазы: (100); (111) и (210). Перекрытие дифракционных максимумов различных фаз также характерно и для дифрактограммы сплава Al<sub>0,6</sub>CoCrFeNi, однако в этом

случае в его состав входит также фаза с пространственной группой симметрии  $Fm\bar{3}m$ . Для данного материала анализ напряжений примитивной кубической фазы проводился только по дифракционному максимуму (100).

Анализ остаточных макронапряжений осуществлялся по полученным двумерным дифракционным картинам. Для этого дифрактограмма представлялась в виде развертки в координатах углов « $2\theta-\chi$ » (рис. 4).

Представленная в таком виде дифрактограмма позволяет оценить искажения решетки за счет изменения положения дифракционного максимума вдоль угла  $\chi$ . Для этого оптимальным является аппроксимация дифракционной полосы периодической функцией.

На рис. 5 представлены примеры разверток для трех дифракционных максимумов B2 фазы.

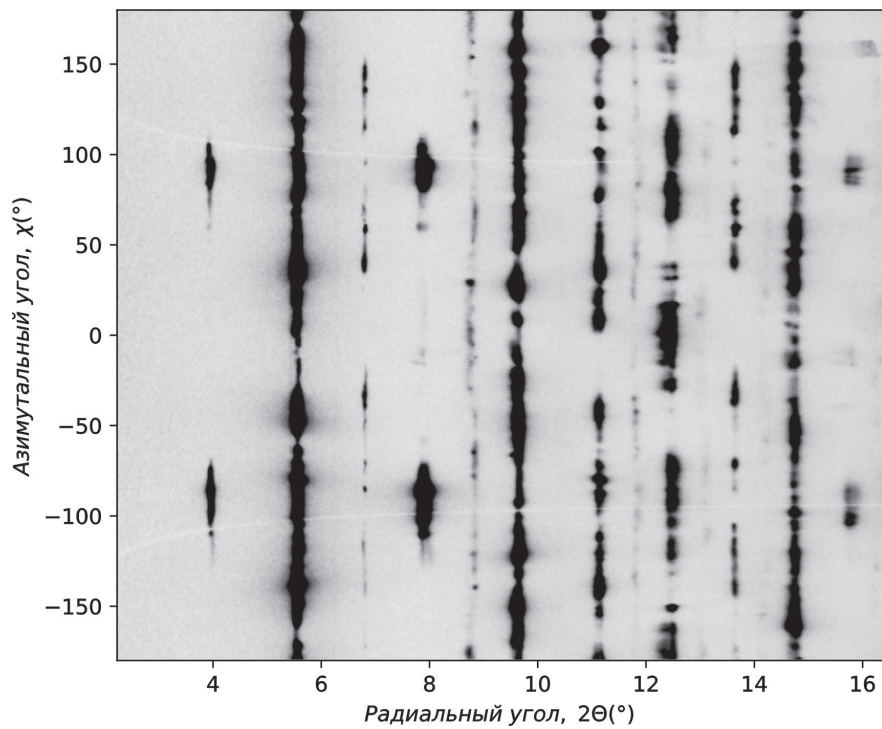


Рис. 4. Развертка двумерной дифрактограммы сплава AlCoCrFeNi после одноосного сжатия на 18 %

Fig. 4. Scanning of a two-dimensional diffraction pattern of the Al-CoCrFeNi alloy after uniaxial compression by 18 %

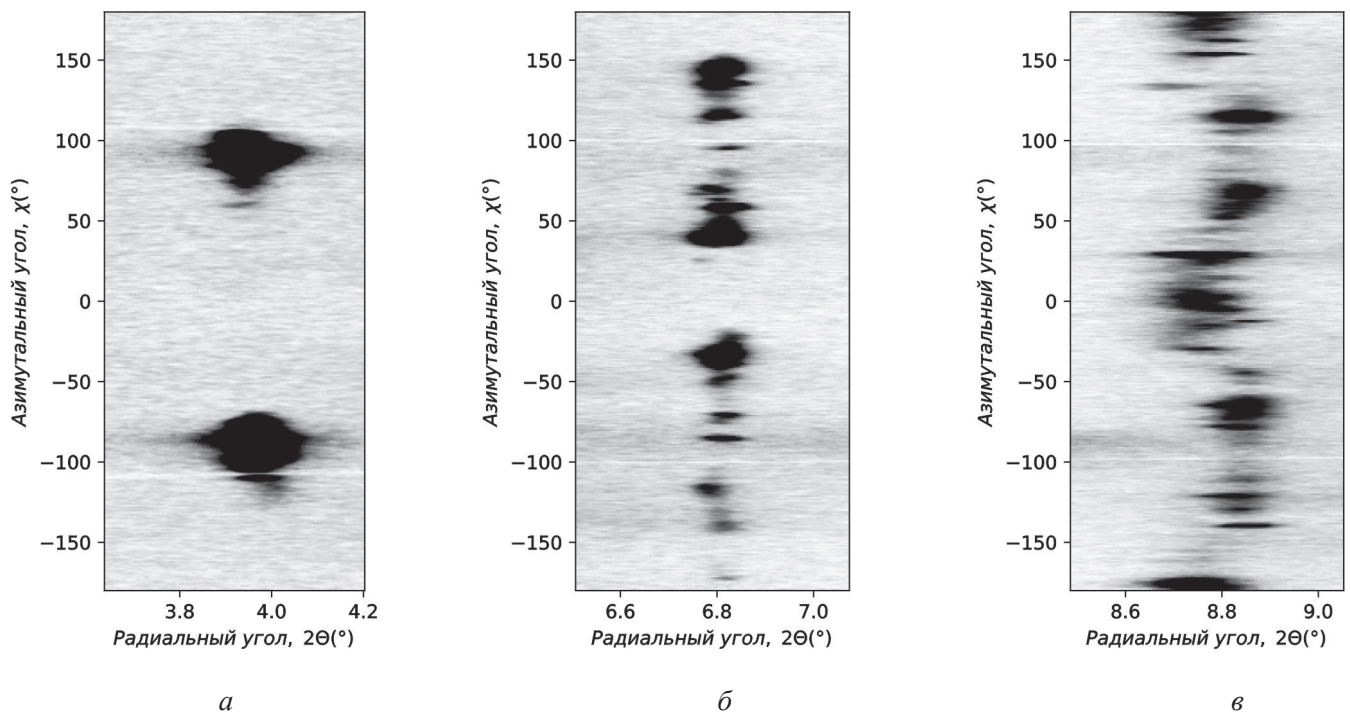


Рис. 5. Дифракционные максимумы (100) (а), (111) (б) и (210) (в) в координатах « $\chi$ - $2\theta$ » фазы B2 после одноосного сжатия сплава AlCoCrFeNi на 18 %

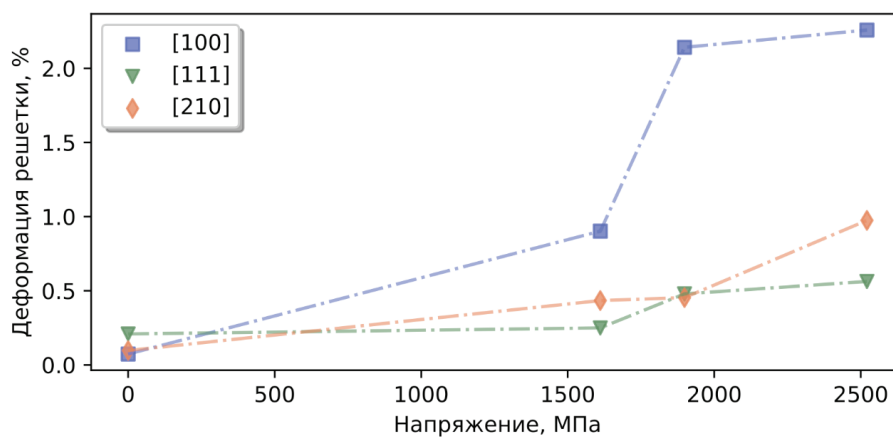
Fig. 5. Diffraction maxima (100) (a), (111) (б) and (210) (в) in the coordinates « $\chi$ - $2\theta$ » of B2 phase after uniaxial compression of alloy AlCoCrFeNi by 18 %

Из изображений следует, что наличие кристаллографической текстуры приводит к наличию текстурных максимумов у рефлексов (100) и (111), что делает невозможным аппроксимацию дифракционной линии функцией. Поэтому анализ остаточных напряжений осуществлялся путем анализа отклонения среднего значения интенсивности дифракционного максимума от его положения в случае отсутствия внутренних напряжений.

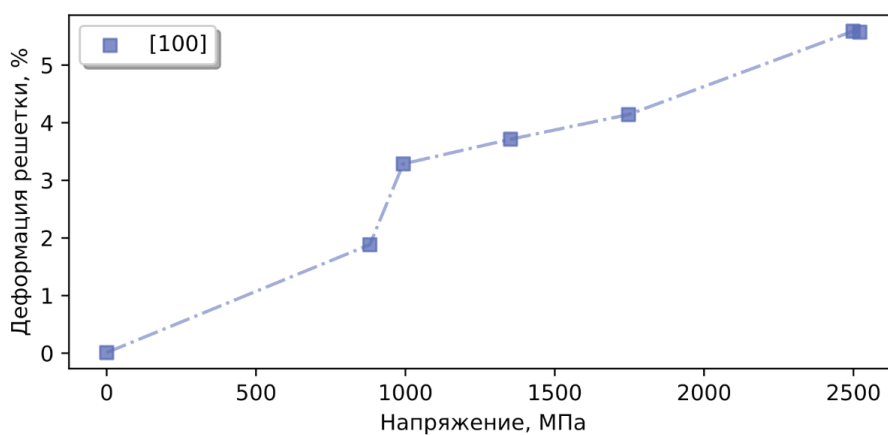
На рис. 6, а представлена зависимость остаточной деформации кристаллической решетки от приложенных напряжений. Наибольший прирост напряжений характерен для направления [100], что связано с анизотропией кристаллической решетки фазы B2. При приложенном напряжении ~2500 МПа остаточная деформация

решетки вдоль этого направления составила 2,25 %. Кроме того, видно, что для образца до деформации (т.е. в литом состоянии) также характерно присутствие деформации решетки, что связано с наличием термических напряжений при охлаждении слитка на медной подложке.

Анализ сплава  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  показал, что для B2 фазы данного образца характерно более существенное искажение решетки. Согласно полученным результатам (рис. 6, б), деформация решетки при приложенном напряжении ~2500 МПа составила 5,5 %. Данный факт хорошо согласуется с результатами металлографических исследований (см. рис. 2). Ввиду того что в структуре сплава  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  не было обнаружено следов разрушений (рис. 2, в), можно сделать вывод, что не произошло релаксации структуры



а



б

Рис. 6. Зависимость деформации решетки B2 фазы сплавов  $AlCoCrFeNi$  (а) и  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  (б) по направлениям  $[hkl]$  в зависимости от приложенных напряжений при деформации

Fig. 6. Dependence of the deformation of the B2 lattice of  $AlCoCrFeNi$  (a) and  $Al_{0,6}CoCrFeNi$  (б) alloys in the directions  $[hkl]$  depending on the applied stresses during deformation

путем ее разрушения. В то же время наличие трещин в структуре сплава AlCoCrFeNi (рис. 2, з) свидетельствует о частичной ее релаксации, на что указывают значения искажений кристаллической решетки (рис. 6, б).

Проведенный анализ деформации кристаллической решетки позволяет также оценить значения ее модуля упругости. Однако вследствие того, что энергия пластической деформации сохраняется в структуре в виде как макро-, так и микронапряжений, анализ изменения положений дифракционных максимумов позволяет оценить только верхний предел возможных значений модуля упругости. Вместе с тем даже такая оценка позволяет качественно сравнить свойства фаз исследуемых сплавов. Согласно полученным результатам максимально возможное значение модуля упругости *B2* фазы сплава AlCoCrFeNi вдоль направления [100] составляет 111 ГПа, в то время как для сплава Al<sub>0,6</sub>CoCrFeNi оно равно 46 ГПа. Таким образом, решетка *B2* фазы в сплаве AlCoCrFeNi является значительно менее податливой, чем решетка аналогичной фазы в сплаве Al<sub>0,6</sub>CoCrFeNi.

### Выводы

1. Пластическая деформация сплавов Al<sub>0,6</sub>CoCrFeNi и AlCoCrFeNi приводит к существенным изменениям их структуры. В то время как изменение формы зерен характерно для обоих материалов, следы частичного разрушения в виде трещин наблюдаются только в случае сплава AlCoCrFeNi. Это указывает на более высокую пластичность сплава Al<sub>0,6</sub>CoCrFeNi.

2. Пластическая деформация обоих сплавов приводит к существенным изменениям формы и положений дифракционных максимумов фаз, входящих в состав сплавов. Однако ввиду перекрытия дифракционных максимумов оценка макроупругости возможна только для фазы с примитивной кубической решеткой.

3. Согласно анализу изменения положения дифракционных максимумов остаточная деформация решетки *B2* фазы вдоль направления [100], входящей в состав сплава AlCoCrFeNi, составила 2,5 % при внешней нагрузке 2500 МПа. В то же время значение искажения решетки этой фазы для сплава Al<sub>0,6</sub>CoCrFeNi равно 5,5 % при аналогичных внешних условиях, что указывает

на наличие высоких остаточных напряжений в структуре фазы *B2* сплава Al<sub>0,6</sub>CoCrFeNi.

4. Результаты проведенных исследований указывают на то, что высокая пластичность сплава Al<sub>0,6</sub>CoCrFeNi связана не только с наличием ГЦК-фазы, но и с высокой податливостью примитивной кубической решетки.

### Список литературы

1. Обзор исследований сплавов, разработанных на основе энтропийного подхода / З.Б. Батаева, А.А. Руктуев, И.В. Иванов, А.Б. Юргин, И.А. Батаев // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2021. – Т. 23, № 2. – С. 116–146. – DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.2-116-146.
2. Tensile and shear loading of four fcc high-entropy alloys: a first-principles study / X. Li, S. Schönecker, W. Li, L.K. Varga, D.L. Irving, L. Vitos // *Physical Review B*. – 2018. – Vol. 97 (9). – P. 1–9. – DOI: 10.1103/PhysRevB.97.094102.
3. Горбань В.Ф., Крапивка Н.А., Фирстов С.А. Высокоэнтропийные сплавы – электронная концентрация – фазовый состав – параметр решетки – свойства // *Физика металлов и материаловедение*. – 2017. – Т. 118, № 10. – С. 1017–1029. – DOI: 10.7868/S0015323017080058.
4. Рогачев А.С. Структура, стабильность и свойства высокоэнтропийных сплавов // *Физика металлов и материаловедение*. – 2020. – Т. 121, № 8. – С. 807–841. – DOI: 10.31857/S0015323020080094.
5. George E.P., Raabe D., Ritchie R.O. High-entropy alloys // *Nature Reviews Materials*. – 2019. – Vol. 4. – P. 515–534. – DOI: 10.1038/s41578-019-0121-4.
6. Sharma P., Dwivedi V.K., Dwivedi S.P. Development of high entropy alloys: a review // *Materials Today: Proceedings*. – 2021. – Vol. 43. – P. 502–509. – DOI: 10.1016/j.matpr.2020.12.023.
7. Understanding the physical metallurgy of the CoCrFeMnNi high-entropy alloy: an atomistic simulation study / W.M. Choi, Y.H. Jo, S.S. Sohn, S. Lee, B.J. Lee // *Npj Computational Materials*. – 2018. – Vol. 4 (1). – P. 1–9. – DOI: 10.1038/s41524-017-0060-9.
8. Strength can be controlled by edge dislocations in refractory high-entropy alloys / C. Lee, F. Marasca, R. Feng, Y. Chou, T. Ungar, M. Widom, K. An, J.D. Poplawsky, Y.C. Chou, P.K. Liaw, W.A. Curtin // *Nature Communications*. – 2021. – Vol. 12 (1). – P. 1–8. – DOI: 10.1038/s41467-021-25807-w.
9. Ikeda Y., Grabowski B., Körmann F. Ab initio phase stabilities and mechanical properties of multicomponent alloys: a comprehensive review for high entropy alloys and compositionally complex alloys // *Materials Characterization*. – 2019. – Vol. 147. – P. 464–511. – DOI: 10.1016/j.matchar.2018.06.019.





10. Effect of Sc and Y addition on the microstructure and properties of HCP-structured high-entropy alloys / T. Huang, H. Jiang, Y. Lu, T. Wang, T. Li // *Applied Physics A: Materials Science and Processing*. – 2019. – Vol. 125 (3). – P. 1–5. – DOI: 10.1007/s00339-019-2484-1.

11. Predictive multiphase evolution in Al-containing high-entropy alloys / L.J. Santodonato, P.K. Liaw, R.R. Unocic, H. Bei, J.R. Morris // *Nature Communications*. – 2018. – Vol. 9 (1). – P. 1–10. – DOI: 10.1038/s41467-018-06757-2.

12. Wang W.R., Wang W.L., Yeh J.W. Phases, microstructure and mechanical properties of  $Al_xCoCrFeNi$  high-entropy alloys at elevated temperatures // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2014. – Vol. 589. – P. 143–152. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.11.084.

13. Memon B.A., Yao H. High-pressure induced phase transitions in high-entropy alloys: a review // *Entropy*. – 2019. – Vol. 21 (3). – P. 88–92. – DOI: 10.3390/e21030239.

14. Applications of high-pressure technology for high-entropy alloys: a review / W. Dong, Z. Zhou, M. Zhang, Y. Ma, P. Yu, P.K. Liaw, G. Li // *Metals*. – 2019. – Vol. 9 (8). – P. 2–16. – DOI: 10.3390/met9080867.

15. Microstructure and mechanical properties of Al-CoCrFeNi high entropy alloys produced by spark plasma sintering / P.F. Zhou, D.H. Xiao, Z. Wu, M. Song // *Materials Research Express*. – 2019. – Vol. 6 (8). – DOI: 10.1088/2053-1591/ab2517.

16. Структура высокоэнтропийного сплава AlCoCrFeNi после деформации по схеме одноосного сжатия и термической обработки / И.В. Иванов, К.И. Эмурлаев, А.А. Руктуев, А.Г. Тюрин, И.А. Батаев // *Известия вузов. Черная металлургия*. – 2021. – Т. 64, № 10. – С. 736–746. – DOI: 10.17073/0368-0797-2021-10-736-746.

17. Feuerbacher M. Dislocations and deformation microstructure in a B2-ordered  $Al_{28}Co_{20}Cr_{11}Fe_{15}Ni_{26}$  high-entropy alloy // *Scientific Reports*. – 2016. – Vol. 6. – P. 1–9. – DOI: 10.1038/srep29700.

18. The BCC/B2 morphologies in  $Al_xNiCoFeCr$  high-entropy alloys / Y. Ma, B. Jiang, C. Li, Q. Wang, C. Dong, P.K. Liaw, F. Xu, L. Sun // *Metals*. – 2017. – Vol. 7 (2). – DOI: 10.3390/met7020057.

19. The effects of annealing at different temperatures on microstructure and mechanical properties of cold-rolled  $Al_{0.3}CoCrFeNi$  high-entropy alloy / Z. Zhu, T. Yang, R. Shi, X. Quan, J. Zhang, R. Qiu, B. Song, Q. Liu // *Metals*. – 2021. – Vol. 11 (6). – DOI: 10.3390/met11060940.

20. Русаков А.А. Рентгенография металлов. – М.: Атомиздат, 1977. – 479 с.

21. Application of different diffraction peak profile analysis methods to study the structure evolution of cold-rolled hexagonal  $\alpha$ -titanium / I.V. Ivanov, D.V. Lazurenko, A. Stark, F. Pyczak, A. Thömmes, I.A. Bataev // *Metals and Materials International*. – 2020. – Vol. 26 (1). – P. 83–93. – DOI: 10.1007/s12540-019-00309-z.

## Конфликт интересов

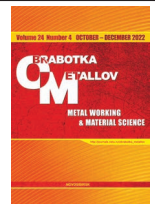
Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

© 2022 Авторы. Издательство Новосибирского государственного технического университета. Эта статья доступна по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)



# Obrabotka metallov - Metal Working and Material Science

Journal homepage: [http://journals.nstu.ru/obrabotka\\_metallov](http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov)



## Residual stress estimation in crystalline phases of high-entropy alloys of the $Al_xCoCrFeNi$ system

Ivan Ivanov<sup>1, a, \*</sup>, Aleksandr Yurgin<sup>1, b</sup>, Igor Nasennik<sup>1, c</sup>, Konstantin Kuper<sup>2, 3, d</sup>

<sup>1</sup> Novosibirsk State Technical University, 20 Prospekt K. Marksa, Novosibirsk, 630073, Russian Federation

<sup>2</sup> Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the RAS, 11, Ac. Lavrentieva ave., Novosibirsk, 630090, Russian Federation

<sup>3</sup> Federal Research Center Boreskov Institute of Catalysis, 11, Ac. Nicol'skiy ave., Koltsovo, 630559, Russian Federation

<sup>a</sup> <https://orcid.org/0000-0001-5021-0098>, [i.ivanov@corp.nstu.ru](mailto:i.ivanov@corp.nstu.ru), <sup>b</sup> <https://orcid.org/0000-0003-0473-7627>, [yurgin2012@yandex.ru](mailto:yurgin2012@yandex.ru),

<sup>c</sup> <https://orcid.org/0000-0003-0937-5004>, [goga.mer@mail.ru](mailto:goga.mer@mail.ru), <sup>d</sup> <https://orcid.org/0000-0001-5017-6248>, [k.e.kuper@inp.nsk.su](mailto:k.e.kuper@inp.nsk.su)

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received: 13 September 2022

Revised: 26 September 2022

Accepted: 06 October 2022

Available online: 15 December 2022

#### Keywords:

High-entropy alloys

$Al_xCoCrFeNi$

Plastic deformation

Residual stresses

Synchrotron X-ray diffraction

#### Funding

This study was funded according to Russian Science Foundation research project № 20-73-10215 “In-situ study of the evolution of the dislocation structure of plastically deformed high-entropy alloys under high-pressures and temperatures using synchrotron radiation”. Research was conducted at core facility “Structure, mechanical and physical properties of materials”.

### ABSTRACT

**Introduction.** All plastically deformed alloys are characterized by crystal defects that increase the internal energy of the system. These defects also result in residual stresses that have a complex effect on the material properties. Macro stresses are often the most critical and can lead to warpage, reduced corrosion resistance, and changes in material strength characteristics. **The purpose of this work is to** assess the residual stresses of the primitive cubic phase of high entropy alloys  $Al_{0.6}CoCrFeNi$  and  $AlCoCrFeNi$ . **Research methods.** The crystal structure of the alloys is studied using the method of X-ray diffraction analysis. Experiments on X-ray diffraction analysis were carried out at the Siberian Center for Synchrotron and Terahertz Radiation on a *VEPP-4* (Novosibirsk, INF SB RAS, 5-A line «X-ray microscopy and tomography»). Studies using synchrotron radiation were carried out in the transmission mode. The evaluation of the residual macro stresses of the crystalline phases of the alloys was based on the analysis of the change in the shape of the diffraction rings with a change in the azimuth angle ( $\chi$ ). **Materials.** The objects of research are ingots of high-entropy alloys  $Al_{0.6}CoCrFeNi$  and  $AlCoCrFeNi$ . The ingots were obtained from pure metals by argon arc melting with cooling on a copper plate. To conduct further studies, cylindrical samples are cut from the ingots, which were subjected to plastic deformation according to the uniaxial compression scheme. **Results and discussion.** The obtained results indicate that the  $Al_{0.6}CoCrFeNi$  alloy is characterized by higher macro stresses than the  $AlCoCrFeNi$  alloy. The residual deformation of the B2 phase lattice of  $AlCoCrFeNi$  alloy along the direction [100] is 2.5% at an external load of 2,500 MPa. The distortion value of the lattice of this phase for the alloy  $Al_{0.6}CoCrFeNi$  is equal to 5.5% under similar external conditions. In addition, the plastic deformation of the  $Al_{0.6}CoCrFeNi$  HEA did not lead to its destruction. This allows concluding that the increased ductility of this alloy is associated not only with the presence of a phase with a FCC lattice, but also with an increased compliance of the phase with a primitive lattice.

**For citation:** Ivanov I.V., Yurgin A.B., Nasennik I.E. Kuper K.E. Residual stress estimation in crystalline phases of high-entropy alloys of the  $Al_xCoCrFeNi$  system. *Obrabotka metallov (tehnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2022, vol. 24, no. 4, pp. 181–191. DOI: 10.17212/1994-6309-2022-24.4-181-191. (In Russian).

### References

1. Bataeva Z.B., Ruktuev A.A., Ivanov I.V., Yurgin A.B., Bataev I.A. Obzor issledovaniy splavov, razrabotannykh na osnove entropiinogo podkhoda [Review of alloys developed using the entropy approach]. *Obrabotka metallov (tehnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2021, vol. 23, no. 2, pp. 116–146. DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.2-116-146.
2. Li X., Schönecker S., Li W., Varga L.K., Irving D.L., Vitos L. Tensile and shear loading of four fcc high-entropy alloys: a first-principles study. *Physical Review B*, 2018, vol. 97 (9), pp. 1–9. DOI: 10.1103/PhysRevB.97.094102.

#### \* Corresponding author

Ivanov Ivan V., Ph.D. (Engineering)

Novosibirsk State Technical University,

20 Prospekt K. Marksa,

630073, Novosibirsk, Russian Federation

Tel.: 8 (383) 346-11-71, e-mail: [i.ivanov@corp.nstu.ru](mailto:i.ivanov@corp.nstu.ru)

3. Gorban' V.F., Krapivka N.A., Firstov S.A. Vysokoentropiinye splavy – elektronnyaya kontsentratsiya – fazovyi sostav – parametr reshetki – svoystva [High-entropy alloys: interrelations between electron concentration, phase composition, lattice parameter, and properties]. *Fizika metallov i metallovedenie = Physics of Metals and Metallography*, 2017, vol. 118 (10), pp. 1017–1029. DOI: 10.7868/S0015323017080058. (In Russian).
4. Rogachev A.S. Struktura, stabil'nost' i svoystva vysokoentropiinykh splavov [Structure, stability and properties of high-entropy alloys]. *Fizika metallov i metallovedenie = Physics of Metals and Metallography*, 2020, vol. 121 (8), pp. 807–841. DOI: 10.31857/S0015323020080094. (In Russian).
5. George E.P., Raabe D., Ritchie R.O. High-entropy alloys. *Nature Reviews Materials*, 2019, vol. 4, pp. 515–534. DOI: 10.1038/s41578-019-0121-4.
6. Sharma P., Dwivedi V.K., Dwivedi S.P. Development of high entropy alloys: a review. *Materials Today: Proceedings*, 2021, vol. 43, pp. 502–509. DOI: 10.1016/j.matpr.2020.12.023.
7. Choi W.M., Jo Y.H., Sohn S.S., Lee S., Lee B.J. Understanding the physical metallurgy of the CoCrFeMnNi high-entropy alloy: an atomistic simulation study. *Npj Computational Materials*, 2018, vol. 4 (1), pp. 1–9. DOI: 10.1038/s41524-017-0060-9.
8. Lee C., Maresca F., Feng R., Chou Y., Ungar T., Widom M., An K., Poplawsky J.D., Chou Y.C., Liaw P.K., Curtin W.A. Strength can be controlled by edge dislocations in refractory high-entropy alloys. *Nature Communications*, 2021, vol. 12 (1). DOI: 10.1038/s41467-021-25807-w.
9. Ikeda Y., Grabowski B., Körmann F. Ab initio phase stabilities and mechanical properties of multicomponent alloys: a comprehensive review for high entropy alloys and compositionally complex alloys. *Materials Characterization*, 2019, vol. 147, pp. 464–511. DOI: 10.1016/j.matchar.2018.06.019.
10. Huang T., Jiang H., Lu Y., Wang T., Li T. Effect of Sc and Y addition on the microstructure and properties of HCP-structured high-entropy alloys. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 2019, vol. 125 (3), pp. 1–5. DOI: 10.1007/s00339-019-2484-1.
11. Santodonato L.J., Liaw P.K., Unocic R.R., Bei H., Morris J.R. Predictive multiphase evolution in Al-containing high-entropy alloys. *Nature Communications*, 2018, vol. 9 (1), pp. 1–10. DOI: 10.1038/s41467-018-06757-2.
12. Wang W.R., Wang W.L., Yeh J.W. Phases, microstructure and mechanical properties of Al<sub>x</sub>CoCrFeNi high-entropy alloys at elevated temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 589, pp. 143–152. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.11.084.
13. Memon B.A., Yao H. High-pressure induced phase transitions in high-entropy alloys: a review. *Entropy*, 2019, vol. 21 (3). DOI: 10.3390/e21030239.
14. Dong W., Zhou Z., Zhang M., Ma Y., Yu P., Liaw P.K., Li G. Applications of high-pressure technology for high-entropy alloys: a review. *Metals*, 2019, vol. 9 (8), pp. 2–16. DOI: 10.3390/met9080867.
15. Zhou P.F., Xiao D.H., Wu Z., Song M. Microstructure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloys produced by spark plasma sintering. *Materials Research Express*, 2019, vol. 6 (8). DOI: 10.1088/2053-1591/ab2517.
16. Ivanov I.V., Emurlaev K.I., Ruktuev A.A., Tyurin A.G., Bataev I.A. Struktura vysokoentropiinogo splava AlCoCrFeNi posle deformatsii po skheme odnoosnogo szhatiya i termicheskoi obrabotki [Structure of AlCoCrFeNi high-entropy alloy after uniaxial compression and heat treatment]. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Chernaya metallurgiya = Izvestiya. Ferrous Metallurgy*, 2021, vol. 64 (10), pp. 736–746. DOI: 10.17073/0368-0797-2021-10-736-746.
17. Feuerbacher M. Dislocations and deformation microstructure in a B2 ordered Al<sub>28</sub>Co<sub>20</sub>Cr<sub>11</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>26</sub> high-entropy alloy. *Scientific Reports*, 2016, vol. 6 (1), pp. 1–9. DOI: 10.1038/srep29700.
18. Ma Y., Jiang B., Li C., Wang Q., Dong C., Liaw P.K., Xu F., Sun L. The BCC/B2 morphologies in Al<sub>x</sub>NiCoFeCr high-entropy alloys. *Metals*, 2017, vol. 7 (2). DOI: 10.3390/met7020057.
19. Zhu Z., Yang T., Shi R., Quan X., Zhang J., Qiu R., Song B., Liu Q. The effects of annealing at different temperatures on microstructure and mechanical properties of cold-rolled Al<sub>0.3</sub>CoCrFeNi high-entropy alloy. *Metals*, 2021, vol. 11 (6). DOI: 10.3390/met11060940.
20. Rusakov A.A. *Rentgenografiya metallov* [Radiography of metals]. Moscow, Atomizdat Publ., 1977. 479 p.
21. Ivanov I.V., Lazurenko D.V., Stark A., Pyczak F., Thömmes A., Bataev I.A. Application of different diffraction peak profile analysis methods to study the structure evolution of cold-rolled hexagonal  $\alpha$ -titanium. *Metals and Materials International*, 2020, vol. 26 (1), pp. 83–93. DOI: 10.1007/s12540-019-00309-z.

## Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.