



Оригинальная статья

УДК 620.18

DOI 10.17073/0368-0797-2021-10-736-746



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

Новосибирский государственный технический университет (Россия, 630073, Новосибирск, пр. Карла Маркса, 20)

Аннотация. Изучены структура и свойства высокоэнтропийного сплава AlCoCrFeNi после литья, деформации в холодном состоянии и термической обработки. Слитки исследуемых сплавов получены методом аргонодугового переплава. С целью обеспечения гомогенного химического состава по объему слитка осуществлялся его восьмикратный переплав. Для проведения механических испытаний из слитков электроискровым методом вырезали цилиндрические образцы диаметром 5 мм и высотой 8 мм. В дальнейшем образцы подвергались одноосному сжатию на 5, 11 и 23 %. В ходе испытаний регистрировали кривые сжатия, на основании которых рассчитывали предел пропорциональности анализируемых сплавов. Согласно полученным результатам для сплава AlCoCrFeNi после литья характерно высокое (1262 ± 68 МПа) значение предела пропорциональности. Высокотемпературный отжиг и термические исследования проводили с использованием термогравиметрического анализатора. Термические исследования проводили в циклическом режиме (3 цикла, включающих нагрев до 1200 °C со скоростью 20 °C/мин и охлаждение со скоростью 20 °C/мин). Высокотемпературный отжиг проводили при температуре 1200 °C в течение 5 ч. Выявлено, что высокотемпературный отжиг литых сплавов способствует гомогенизации материала и устраняет дендритные построения. Для исследуемого сплава характерна ограниченная пластичность, а межзеренные границы являются эффективными барьерами, препятствующими распространению трещин. Проведенные исследования свидетельствуют о том, что пластическая деформация оказывает существенное влияние на характер развития релаксационных процессов при термической обработке деформированного материала. Повышение степени деформации материала сопровождается ускорением процессов заживления дефектов кристаллического строения.

Ключевые слова: высокоэнтропийные сплавы, пластическая деформация, отжиг, заживление дефектов, термический анализ, микротвердость

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».

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

Original article

STRUCTURE OF AlCoCrFeNi HIGH-ENTROPY ALLOY AFTER UNIAXIAL COMPRESSION AND HEAT TREATMENT

I. V. Ivanov, K. I. Emurlaev, A. A. Ruktuev, A. G. Tyurin, I. A. Bataev

Novosibirsk State Technical University (20 K. Marksa Ave., Novosibirsk 630073, Russian Federation)

Abstract. In this study, we discuss the structure and properties of high-entropy AlCoCrFeNi alloy after casting, cold deformation, and heat treatment. Ingots of the investigated alloys were obtained by arc melting method in argon atmosphere. In order to ensure a homogeneous chemical composition, ingots were remelted several times. Cylindrical samples of 5 mm in diameter and 8 mm in height were cut from ingots by electrospark method for mechanical tests. Subsequently, samples were subjected to uniaxial compression by 5, 11, and 23 %. During the tests, compression curves were recorded, and limit of proportionality of the analyzed alloys was calculated. High-temperature annealing and thermal studies were performed using thermogravimetric analyzer. Thermal studies were carried out in a cyclic mode (3 cycles, including heating up to 1200 °C at a rate of 20 °C/min and cooling at a rate of 20 °C/min). High-temperature annealing was carried out at a temperature of 1200 °C for 5 hours. Such annealing of cast alloys promotes material homogenization and eliminates dendritic structure. The alloy presents limited plasticity. Grain boundaries are effective barriers preventing crack propagation. The studies indicate that plastic deformation has a significant effect on development of relaxation processes during subsequent heat treatment. An increase in strain during the compression leads to a higher rate of healing processes of defects in crystal structure.

Keywords: high-entropy alloys, plastic deformation, annealing, defect healing, thermal analysis, microhardness

Funding: The work was supported within the Russian Science Foundation research project No. 20-73-10215 “In-situ study of the evolution of dislocation structure of plastically deformed high-entropy alloys under high-pressures and temperatures using synchrotron radiation”.

For citation: Ivanov I.V., Emurlaev K.I., Ruktuev A.A., Tyurin A.G., Bataev I.A. Structure of AlCoCrFeNi high-entropy alloy after uniaxial compression and heat treatment. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2021, vol. 64, no. 10, pp. 736–746. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-10-736-746>

ВВЕДЕНИЕ

Во многих случаях высокоэнтروпийные сплавы (ВЭС) определяют как класс материалов, для которых характерен кристаллографический порядок с одновременной химической разупорядоченностью. Активные исследования таких сплавов начаты в первом десятилетии XXI века. Именно в это время основные концепции создания первого поколения ВЭС получили широкий резонанс в научном сообществе. Под первым поколением ВЭС изначально подразумевались сплавы, обладающие однофазной структурой и состоящие преимущественно из пяти или более компонентов, взятых в эквиатомном соотношении [1 – 9]. К таким сплавам можно отнести, например, сплавы CoCrFeMnNi (ГЦК), AlCoCrFeNi (ОЦК) и GdHoLaTbY (ГПУ). Однако отмеченное определение не относится к строгим. Так, например, ряд сплавов системы $Al_xCoCrFeNi$ не является эквиатомным, однако также относится к первому поколению ВЭС.

Пятикомпонентные сплавы $Al_xCoCrFeNi$ привлекают особое внимание исследователей тем, что в зависимости от элементного состава они могут находиться в различном структурном состоянии [10, 11]. Так, согласно первым работам W.R. Wang с соавторами [12] при различном содержании алюминия в этой группе сплавов возможно формирование как ГЦК, так и ОЦК фаз. Последующие работы, выполненные этой же группой исследователей, свидетельствуют о том, что фазовый состав сплавов $Al_xCoCrFeNi$ может оказаться гораздо более сложным. Так, согласно проведенным в работе [13] исследованиям оказалось, что эквиатомный сплав AlCoCrFeNi, считавшийся ранее однофазным, в действительности таковым не является. Для литой структуры этого сплава характерно наличие двух кубических фаз, формирующихся в процессе спинодального распада сплава: разупорядоченной ОЦК фазы (A2 в обозначениях Strukturbericht; пространственная группа симметрии (ПГС) $Im\bar{3}m$) и упорядоченной сверхструктуры типа B2 (ПГС $Pm\bar{3}m$). Помимо различий в порядке расположения разнородных атомов указанные фазы также различаются химическим составом. Для A2-фазы характерно повышенное содержание железа и хрома, в то время как B2-фаза отличается более высоким содержанием алюминия и никеля [14 – 17]. Повышенная концентрация железа и хрома в составе разупорядоченной фазы приводит к тому, что при температуре, близкой к 600 °С, имеет место фазовый переход с образованием интерметаллида FeCr (σ -фаза, ПГС $P4_2/mnm$). Дальнейший рост температуры приблизительно до 1000 °С приводит к образованию смеси $Fm\bar{3}m$ и $Pm\bar{3}m$ фаз.

К настоящему времени опубликованы работы по исследованию структурных преобразований в сплаве AlCoCrFeNi в условиях печного нагрева, пластической деформации, твердофазного спекания порошков [18], а также при воздействии высоких давлений и температур [7]. Вместе с тем релаксационные процессы, сопровождающиеся залечиванием дефектов дислокационного происхождения и рекристаллизацией при термической обработке пластически деформированного сплава AlCoCrFeNi, не отражены. В настоящей работе приведены результаты исследований микроструктуры, термического анализа и механических испытаний сплава AlCoCrFeNi в литом состоянии, а также после деформации по схеме одноосного сжатия и нагрева.

ПОЛУЧЕНИЕ ОБРАЗЦОВ. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ

Объектами исследования являлись слитки высокоэнтропийного сплава AlCoCrFeNi, полученные методом дугового переплава технически чистых одноэлементных материалов. Выплавку выполняли в печи Böhler ArcMelter AM. В процессе переплава слиток находился в медном водоохлаждаемом тигле. С целью обеспечения однородности элементного состава по объему слитка осуществляли его восьмикратный переплав в атмосфере высокочистого аргона. Конечная масса каждого слитка составляла $19,955 \pm 0,003$ г. Потеря массы при выплавке материала не превышала 0,3 %.

После выплавки проводили анализ фазового состава слитков методом дифракции рентгеновского излучения. Исследования были выполнены на $\theta - \theta$ дифрактометре ARL X'TRA в медном $K_\alpha 1,2$ -излучении в диапазоне углов 25 – 100° при ускоряющем напряжении 40 кВ и токе 40 мА.

Для проведения испытаний на одноосное сжатие из слитков электроискровым методом вырезали цилиндрические образцы диаметром 5 мм и высотой 8 мм. Образцы деформировали осадкой на универсальной электромеханической установке Instron 3369 на 5,11 и 23 %. В ходе испытаний регистрировали кривые сжатия, на основании которых рассчитывали предел пропорциональности (максимальное механическое напряжение, при котором деформация прямо пропорциональна приложенной силе) ($\sigma_{\text{пл}}$) анализируемых материалов.

Для проведения термического анализа использовали термогравиметрический анализатор Hitachi STA 7300. Исследования проводили в циклическом режиме (3 цикла, каждый из которых включал нагрев до 1200 °С со скоростью 20 °С/мин и последующее охлаждение со скоростью 20 °С/мин). На стадиях нагрева регистриро-

вали сигналы термопары. Термическому анализу подвергали образцы, находившиеся в литом (недеформированном) состоянии, а также образцы после холодной пластической деформации. Выполняли оценку количества тепла, выделенного деформированным образцом на каждой стадии нагрева и недеформированным образцом. Предполагали, что сравнительный анализ позволяет отделить тепловые эффекты, обусловленные залечиванием дефектов деформационного происхождения, от других эффектов, имеющих место при нагреве сплава AlCoCrFeNi.

Структурные исследования образцов проводили методами световой микроскопии на металлографическом микроскопе Carl Zeiss Axio Observer Z1m и сканирующей электронной микроскопии на микроскопе Carl Zeiss EVO 50 XVP. Перед исследованиями металлографические шлифы подвергали травлению раствором, состоящим из 10 г сульфата меди (II), 50 мл соляной кислоты и 50 мл воды.

Микроструктурному анализу подвергали образцы, находящиеся:

- в литом состоянии;
- в состоянии после литья и последующей пластической деформации со степенями обжатия 11 и 23 %;
- в состоянии после литья и последующего отжига в течение 5 ч при 1200 °С и охлаждения с печью;
- в состоянии после литья, пластической деформации сжатием и последующего отжига в течение 5 ч при 1200 °С и охлаждения с печью;
- в состоянии после литья, пластической деформации сжатием и последующего трехкратного нагрева до 1200 °С в термобалансировочном анализаторе без выдержки при высокой температуре.

Элементный состав материалов оценивали методом микрорентгеноспектрального анализа с использованием детектора Oxford Instruments X-Act.

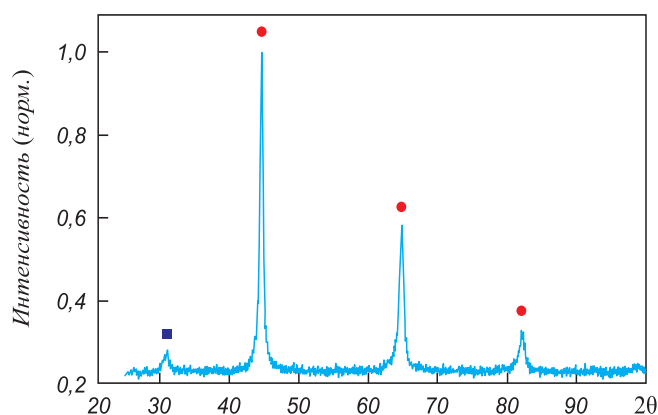


Рис. 1. Дифрактограмма высокоэнтропийного сплава AlCoCrFeNi в литом состоянии:
■ – B2 ($Pm\bar{3}m$); ● – A2 ($Im\bar{3}m$)

Fig. 1. X-ray diffraction pattern of as-cast AlCoCrFeNi high-entropy alloy:
■ – B2 ($Pm\bar{3}m$); ● – A2 ($Im\bar{3}m$)

Микротвердость образцов оценивали с использованием полуавтоматического прибора Wolpert Group 402MVD по методу Виккерса. Нагрузка на четырехгранный алмазный индентор составляла 0,98 Н, время нагружения – 10 с.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для эквиатомного сплава AlCoCrFeNi характерно наличие двух кубических фаз: разупорядоченной A2 и сверхструктурной B2. Этот факт был подтвержден с использованием рентгенофазового анализа (рис. 1). Наиболее интенсивные дифракционные максимумы на рентгенограмме разупорядоченной и упорядоченной фаз практически совпадают. В позиции $2\theta \approx 31^\circ$ наблюдается слабый пик, характерный для плоскости (100), который является запрещенным для разупорядоченных ОЦК структур, но появляется при формировании сверхструктурной B2 фазы.

Согласно результатам испытаний на сжатие (рис. 2) для сплава AlCoCrFeNi после литья характерен высокий предел пропорциональности (1262 ± 68 МПа). Данные различных исследовательских групп свидетельствуют о том, что этот сплав имеет наибольшие прочностные характеристики среди материалов системы $Al_xCoCrFeNi$ ($x \leq 1,0$) [19 – 22]. Согласно классическим представлениям это напрямую связано с более высокими значениями энергии образования дефектов упаковки ОЦК решетки по сравнению с ГЦК.

После выплавки слиток состоит из крупных полигональных кристаллитов, для которых характерна дендритная ликвация (рис. 3, а, б). Согласно результатам микрорентгеноспектрального анализа в светлых участках (оси дендритов) наблюдается повышенное содержание железа и хрома, тогда как в более темных участках,

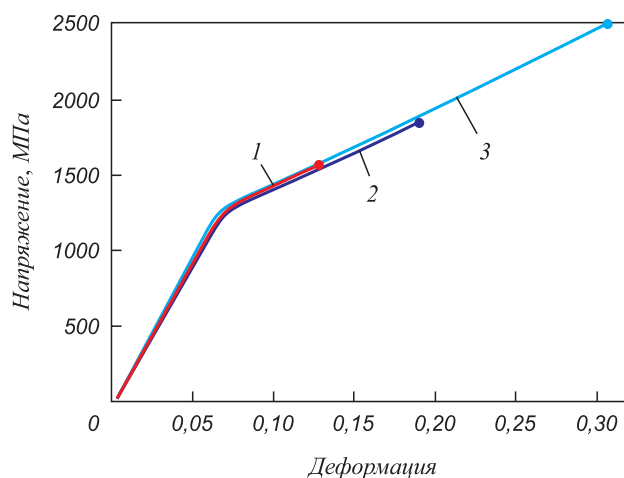


Рис. 2. Кривые напряжение – деформация, зафиксированные при сжатии образцов из сплава AlCoCrFeNi при $\varepsilon = 5\%$ (1), $\varepsilon = 11\%$ (2) и $\varepsilon = 23\%$ (3)

Fig. 2. Stress-strain curves during compression of AlCoCrFeNi alloy samples at $\varepsilon = 5\%$ (1), $\varepsilon = 11\%$ (2) and $\varepsilon = 23\%$ (3)

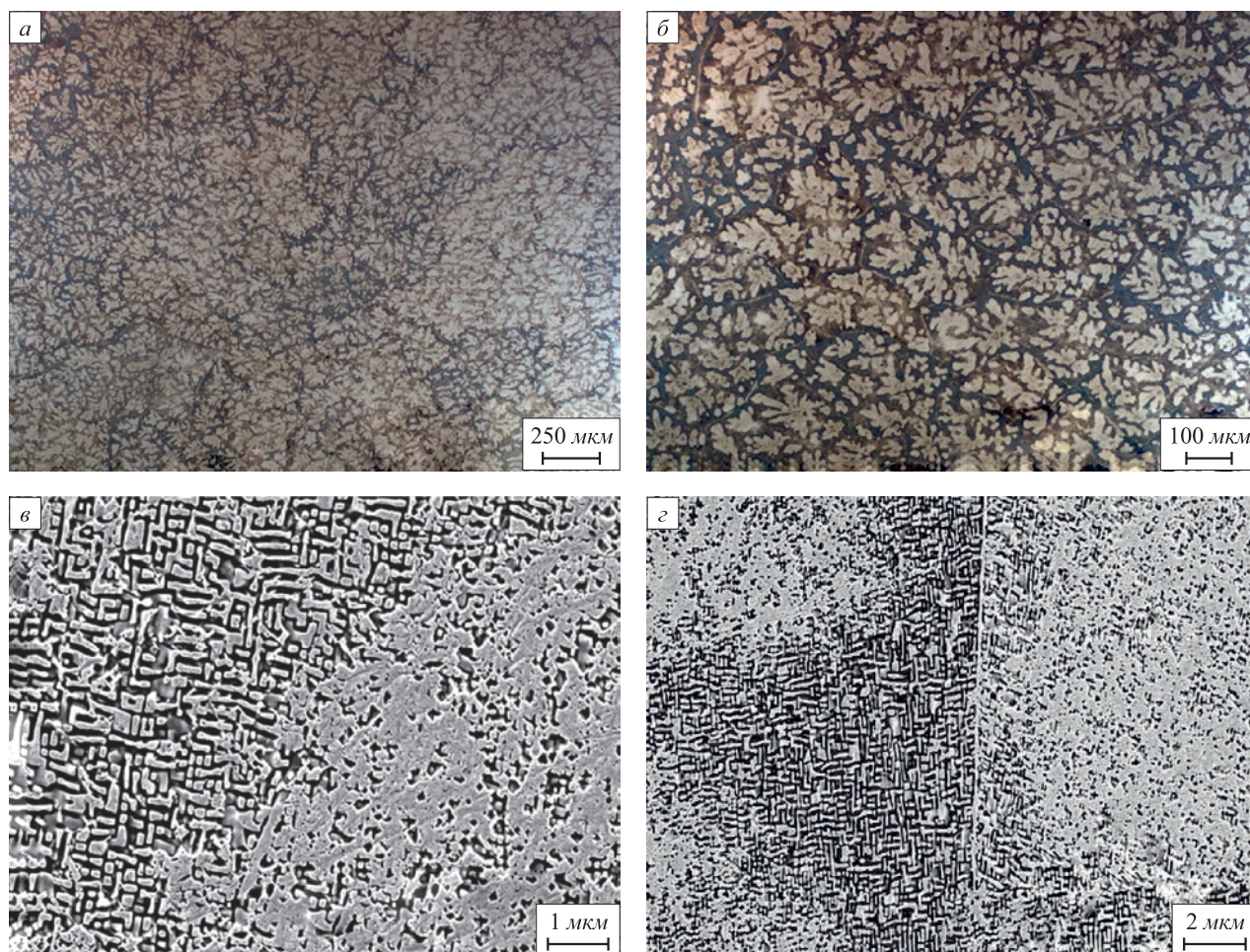


Рис. 3. Структура сплава AlCoCrFeNi в литом состоянии. Результаты световой микроскопии (а, б) и сканирующей электронной микроскопии (в, з)

Fig. 3. Structure of as-cast AlCoCrFeNi alloy. Optic microscopy (а, б) and scanning electron microscopy (в, з)

которые соответствуют междендритному пространству, зафиксировано повышенное содержание алюминия и никеля. Повышенное содержание хрома в дендритах обуславливает их меньшую травимость и поэтому на металлографических изображениях они выглядят светлыми. Это обстоятельство свидетельствует также о том, что для осей дендритов характерна более высокая доля разупорядоченной A2 фазы.

В соответствии с данными сканирующей электронной микроскопии (рис. 3, в, з) как для ветвей дендритов, так и для междендритных зон характерно присутствие обеих фаз (A2 и B2), однако в более светлых, обогащенных хромом и железом ветвях дендритов содержание A2 фазы существенно выше. Кроме того, A2 фаза выделяется в виде тонкой прослойки (толщиной примерно 100 нм), окаймляющей междендритные границы (рис. 3, з). Выделение A2 фазы в виде тонких прослоек по междендритным границам является вполне ожидаемым, поскольку диффузия вдоль междендритных границ протекает существенно быстрее. Малая толщина образующихся прослоек обусловлена высокой скоростью охлаждения слитка, находящегося на водоохлаждаемом

медном тигле.

При осадке образцов на 11 и 23 % в их объеме формируются трещины, которые могут распространяться вдоль междендритных границ (рис. 4, а) или пересекать тело зерен (рис. 4, б – з). Представленные изображения свидетельствуют о том, что существуют определенные кристаллографические плоскости, вдоль которых формирование трещин в сплаве AlCoCrFeNi существенно облегчено. При этом границы зерен являются эффективными барьерами, сдерживающими рост трещин. При металлографических исследованиях неоднократно наблюдалось формирование групп параллельных трещин, ограниченных в пределах одного зерна. Характерный пример представлен на рис. 4, з. При определенных ориентировках двух соседних зерен возможно проникновение трещин из одного зерна в соседние (рис. 4, б, в).

Особый интерес представляют результаты исследований материалов, подвергнутых термической обработке. При изучении образцов литого и недеформированного сплава AlCoCrFeNi, подвергнутых отжигу в течение 5 ч при температуре 1200 °С, зафиксировано несколько



Рис. 4. Дефектное строение образцов после деформации со степенью обжатия 11 % (а) и 23 % (б – г)

Fig. 4. Defective structure of the samples after deformation with compression of 11 % (a) and 23 % (б – г)

особенностей (рис. 5). Во-первых, результатом диффузионного перераспределения элементов в процессе отжига является устранение дендритной ликвации, наблюдавшейся в сплаве после литья (рис. 5, а). Внутри зерен присутствуют упорядоченная и разупорядоченная фазы, которые формируют сложную структуру пластинчатого типа (рис. 5, б, г). Характерный узор, образуемый темными и светлыми полосами, является результатом закономерного сочетания пластины разнородных фаз. Второй особенностью является тот факт, что прослойка А2 фазы, окаймляющая межзеренные границы, после отжига становится существенно шире: до 5 мкм (рис. 5, в). Причиной этого является гомогенизация состава сплава, а также относительно низкая скорость охлаждения материала после отжига, в результате чего процессы расслоения, контролируемые диффузией, успевают развиться в большей степени, чем после литья и охлаждения слитка в медном тигле.

В отличие от отожженных недеформированных слитков в образцах после обжатия и последующего отжига наблюдается более хаотичное распределение разнородных фаз. При этом пластины отдельных

структурных составляющих существенно искривлены (рис. 6, а). Очевидно, что процесс пластической деформации и последующая релаксация дефектов при отжиге приводят к изменению морфологии выделяющихся фаз. Вероятно, в деформированных и более дефектных кристаллитах формирование закономерного узора (подобного тому, что наблюдается на рис. 5) затруднено. Можно также отметить, что вдоль межзеренных границ (рис. 6, б), а также у поверхностей трещин (рис. 6, в, г) формируются широкие прослойки А2 фазы.

Трехкратный нагрев деформированных образцов до 1200 °С также сопровождается существенными изменениями их структуры (рис. 7). Происходящие при этом структурные преобразования близки к изменениям, имеющим место при длительном однократном нагреве деформированных образцов. В то же время наблюдаются и некоторые различия. Так, например, после трехкратного отжига прослойки А2 фазы формируются вдоль межзеренных границ, однако отсутствуют у вблизи имевшихся трещин (рис. 7, в, г). Причина этого может быть связана с кратковременностью пребывания образцов при высоких температурах и недостатком

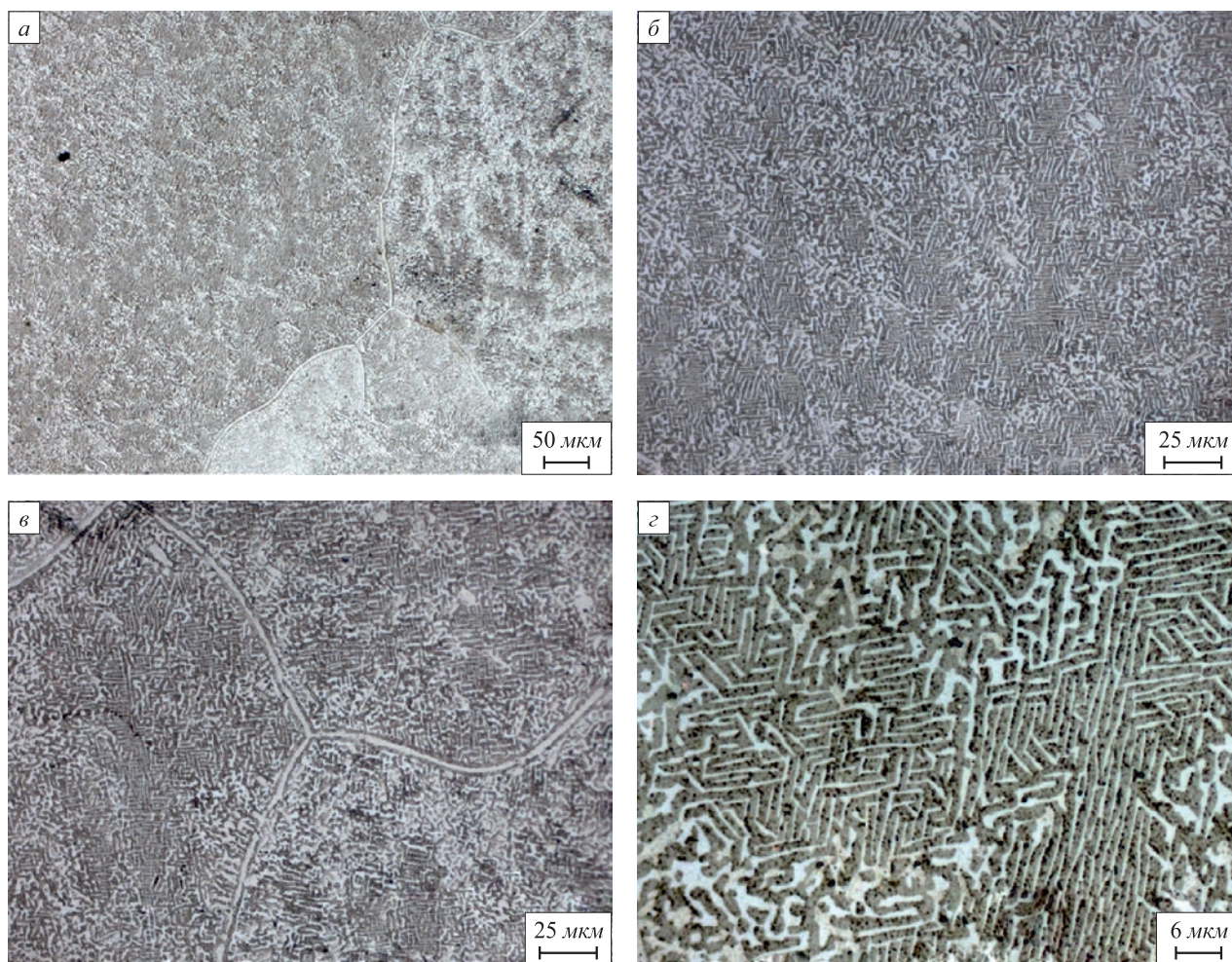


Рис. 5. Структура литого сплава после отжига при 1200 °С в течение 5 ч

Fig. 5. Structure of as-cast alloy after 5-hours annealing at 1200 °C

времени, необходимого для протекания диффузионных процессов.

Пластическая деформация образцов приводит к повышению микротвердости анализируемого материала (от 506 ± 5 HV в состоянии после литья до 630 ± 12 HV после деформации со степенью 23 %) (рис. 8). Как и следовало ожидать, микротвердость сплава тем выше, чем больше степень пластической деформации образцов. Таким образом, в условиях деформационного воздействия поведение ВЭС AlCoCrFeNi существенно не отличается от поведения большинства металлических сплавов.

Результатом отжига образцов является снижение их микротвердости. Наиболее заметен этот эффект при термической обработке недеформированного образца. После отжига в течение 5 ч его микротвердость достигает 418 ± 16 HV. Наблюдаемое экспериментально снижение микротвердости обусловлено, вероятно, огрублением структурных составляющих. Анализируя микротвердость деформированных и отожженных образцов, можно отметить следующее. Во-первых, повышение степени обжата приводит к снижению

микротвердости сплава в процессе его отжига. Это означает, что процессы структурно-фазовых преобразований в более деформированных образцах при прочих равных условиях развиваются существенно быстрее. Во-вторых, длительная высокотемпературная выдержка в сочетании со спокойным охлаждением образца в печи приводит к более заметному снижению микротвердости по сравнению с кратковременной трехкратной термической обработкой. Таким образом, для завершения процессов структурно-фазовых преобразований в сплаве AlCoCrFeNi требуется значительное время, что обусловлено, вероятно, низким коэффициентом диффузии, характерным для ВЭС. В-третьих, разброс значений микротвердости в деформированных и отожженных образцах существенно больше, чем в образцах после литья и отжига. Такое поведение материала может объясняться менее равномерным распределением структурных составляющих по объему материала, а также неполным устранением дефектов, возникших на этапе пластической деформации.

Экспериментальные данные, полученные методом термического анализа, свидетельствуют о том, что

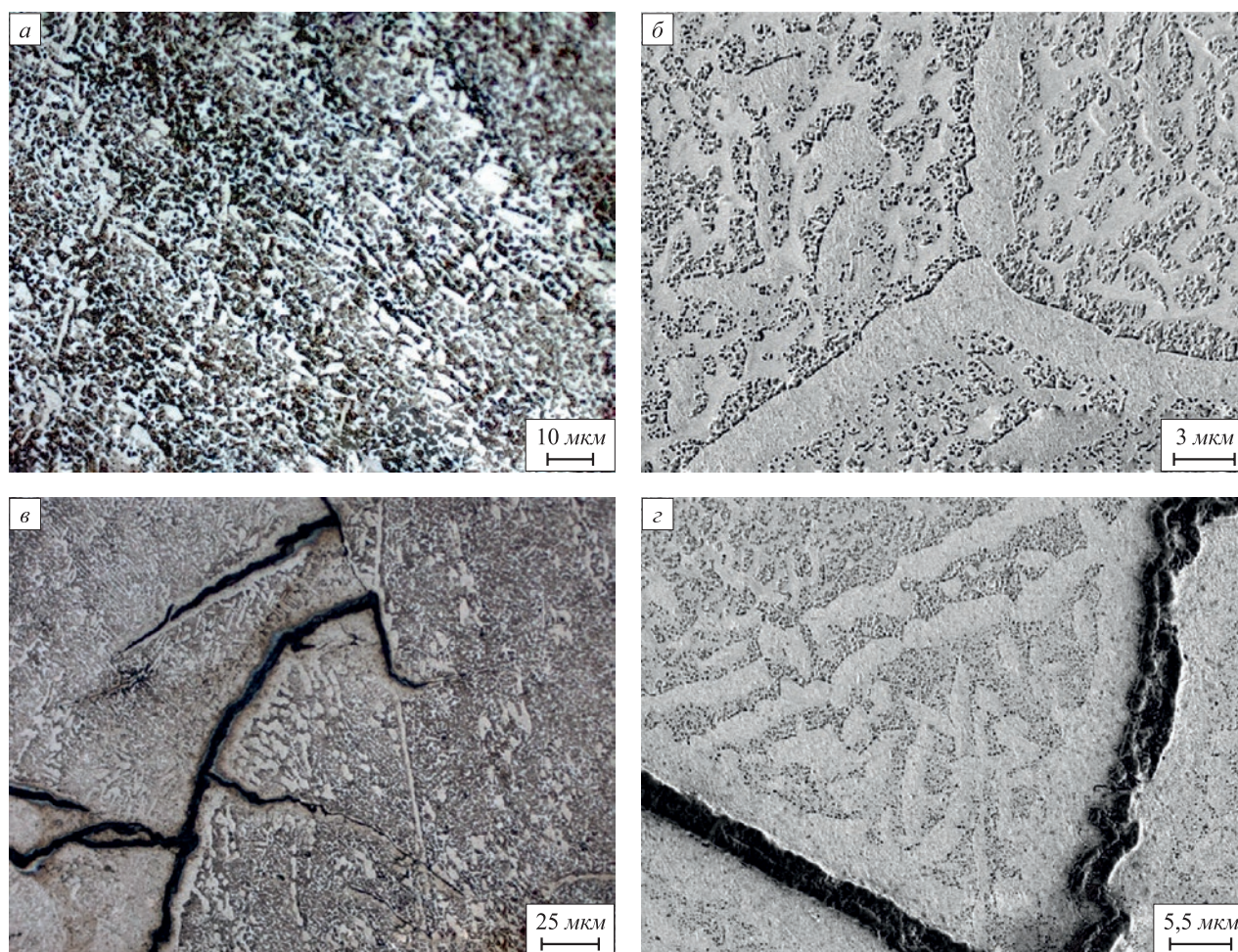


Рис. 6. Структура образцов сплава AlCoCrFeNi, деформированного со степенью 23 %, после отжига в течение 5 ч при температуре 1200 °С. Результаты световой микроскопии (а, в) и сканирующей электронной микроскопии (б, г)

Fig. 6. Structure of AlCoCrFeNi alloy samples deformed with 23 % after 5-hour annealing at 1200 °C. Optic microscopy (a, в) and scanning electron microscopy (б, г)

нагрев деформированных образцов сопровождается значительным выделением тепла (рис. 9). Очевидно, что в процессе отжига сплав стремится к состоянию термодинамического равновесия путем структурных преобразований и развития релаксационных процессов, сопровождающихся выделением энергии, накопленной вблизи дефектов кристаллического строения. Установлено, что при исследовании всех деформированных образцов количество тепла, выделяемого в процессе термического анализа, превышает значения, соответствующие литым (недеформированным) сплавам. Характер структурных преобразований, развивающихся в процессе нагрева, определяется степенью обжатия образцов. В материале, деформированном со степенью 11 %, релаксационные процессы продолжаются в течение всех трех термических циклов. В материале, деформированном с большей степенью (23 %), процессы залечивания дефектов наиболее активны на первой стадии нагрева, а на последующих стадиях они в значительной степени затухают. На последнем цикле термического воздействия

количество выделенного тепла лишь на 5 % выше по сравнению с недеформированным образцом. Таким образом, релаксационные процессы в структуре материала, деформированного с более высокой степенью, развиваются быстрее. Однако суммарное значение энергии, выделенной в исследуемых сплавах за три стадии нагрева, совпадает и составляет примерно 58 % относительно литого состояния.

Выводы

Структура высокоэнтропийного сплава AlCoCrFeNi, полученного методом аргоно-дугового переплава технически чистых одноэлементных материалов, представлена полигональными кристаллитами и характеризуется проявлением дендритной ликвации. Отжиг в течение 5 ч при температуре 1200 °С способствует гомогенизации материала и устраняет дендритное построение. Результатом высокотемпературного отжига сплава является формирование гетерофазной структуры, элементами которой являются пластины A2 и B2

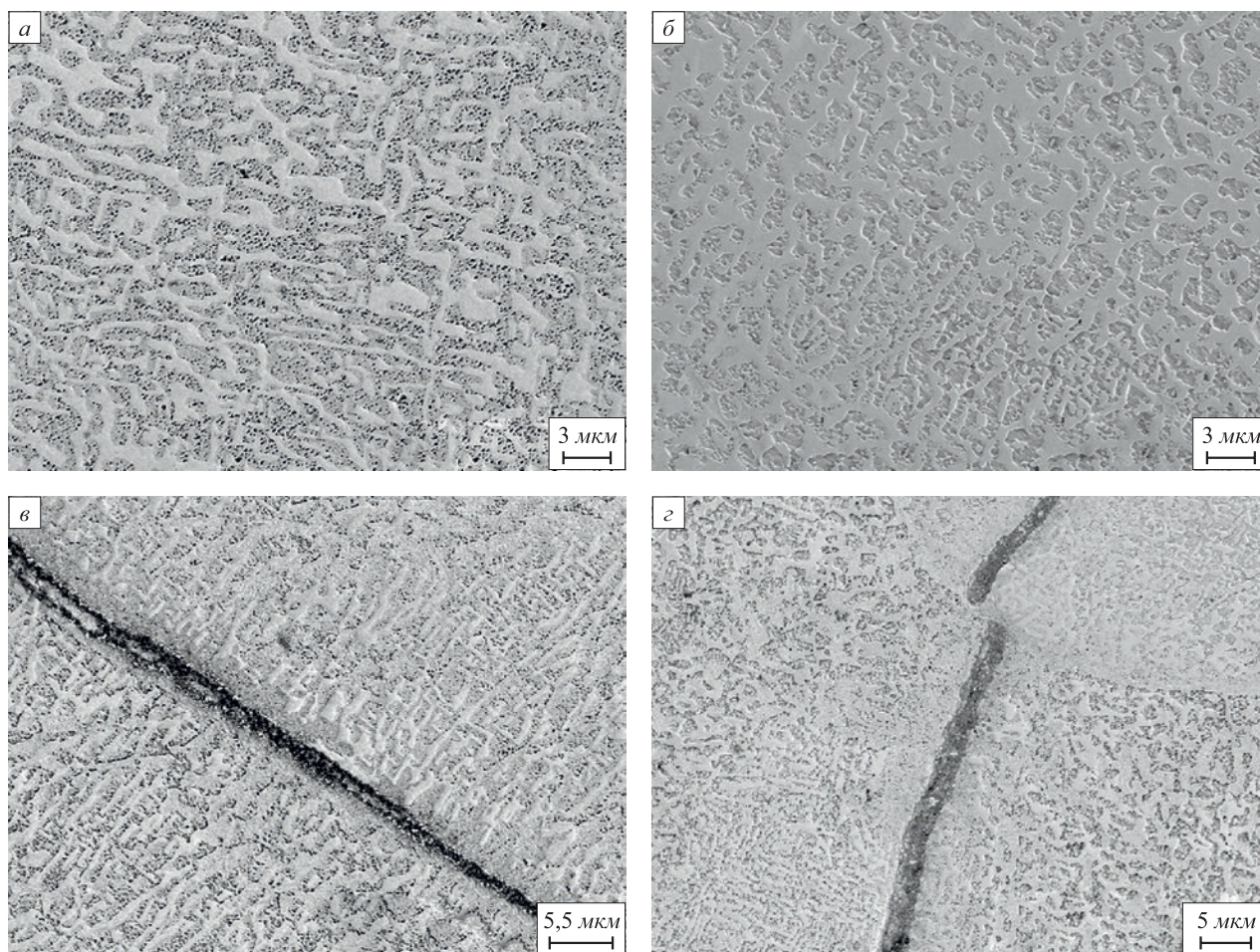


Рис. 7. Структура деформированных образцов со степенью обжатия 11 % (а, в) и 23 % (б, г) после трехкратной термической обработки

Fig. 7. Structure of deformed alloys with compression of 11 % (a, в) and 23 % (б, г) after three times heat treatment

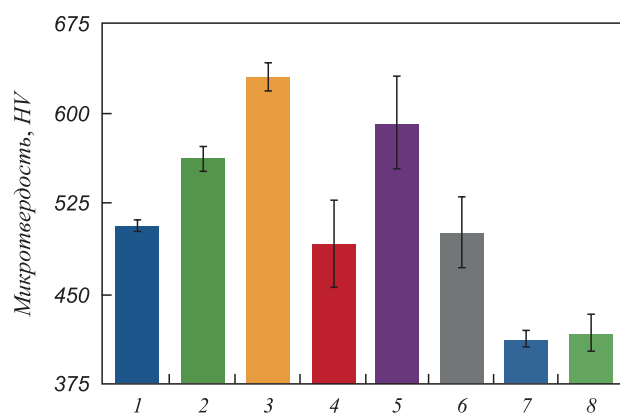


Рис. 8. Микротвердость исследуемых материалов после литья, пластической деформации и термической обработки:
1 – после литья; 2 – $\epsilon \sim 11\%$; 3 – $\epsilon \sim 23\%$;
4 – после литья + 3 цикла; 5 – $\epsilon \sim 11\%$ + 3 цикла;
6 – $\epsilon \sim 23\%$ + 3 цикла; 7 – после литья + отжиг;
8 – $\epsilon \sim 23\%$ + отжиг

Fig. 8. Microhardness of the test materials after casting, plastic deformation and heat treatment:

1 – after casting; 2 – $\epsilon \sim 11\%$; 3 – $\epsilon \sim 23\%$;
4 – after casting + 3 cycles; 5 – $\epsilon \sim 11\%$ + 3 cycles;
6 – $\epsilon \sim 23\%$ + 3 cycles; 7 – after casting + annealing;
8 – $\epsilon \sim 23\%$ + annealing

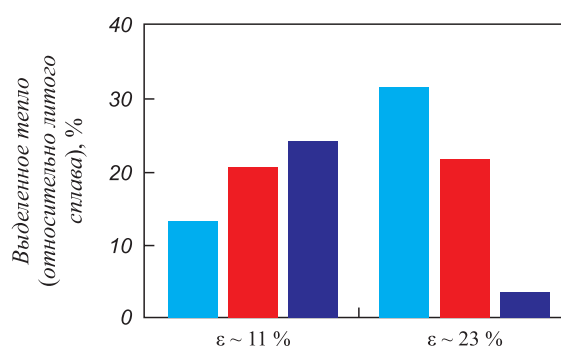


Рис. 9. Тепло, выделенное на каждом из циклов нагрева образцов, деформированных со степенью 11 и 23 %:

■ – 1 цикл; ■ – 2 цикл; ■ – 3 цикл

Fig. 9. Heat released in each of heating cycles of the samples deformed with 11 % and 23 %:

■ – 1 cycle; ■ – 2 cycle; ■ – 3 cycle

фаз. По границам зерен отожженного сплава формируется прослойка A2-фазы.

Для сплава AlCoCrFeNi характерна ограниченная пластичность, о чем свидетельствует появление трещин при осадке образцов со степенью 11 % и более. Однако образец сохраняет форму даже при напряжении 1262 ± 68 МПа.

Траектория образующихся в сплаве AlCoCrFeNi трещин кристаллографически обусловлена, о чем свидетельствует их параллельность в пределах одного зерна. Межзеренные границы являются эффективными барьерами, препятствующими распространению трещин.

Отжиг деформированных образцов в течение 5 ч при 1200 °С сопровождается формированием по пери-

метру трещин широких прослоек разупорядоченной A2 фазы.

Сопоставление результатов измерения микротвердости и термического анализа свидетельствует о том, что повышение степени деформации образцов приводит к ускорению релаксационных процессов в структуре высокоэнтропийного сплава AlCoCrFeNi.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

REFERENCES

1. Dai J.H., Li W., Song Y., Vitos L. Theoretical investigation of the phase stability and elastic properties of TiZrHfNb-based high entropy alloys // *Materials and Design*. 2019. Vol. 182. Article 108033. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108033>
2. Zhang Y. *High-Entropy Materials. A Brief Introduction*. Springer, 2019. 159 p.
3. Feuerbacher M., Heidelmann M., Thomas C. Plastic deformation properties of Zr – Nb – Ti – Ta – Hf high-entropy alloys // *Philosophical Magazine*. Taylor and Francis. 2015. Vol. 95. No. 11. P. 1222–1233. <https://doi.org/10.1080/14786435.2015.1028506>
4. Ahmad A.S., Su Y., Liu S.Y., Ståhl K., Wu Y.D., Hui X.D., Ruett U., Gutowski O., Glazyrin K., Liermann H.P., Franz H., Wang H., Wang D., Cao Q.P., Zhang D.X., Jiang J.Z. Structural stability of high entropy alloys under pressure and temperature // *Journal of Applied Physics*. 2017. Vol. 121. No. 23. Article 235901. <https://doi.org/10.1063/1.4984796>
5. Yu P.F., Zhang L.J., Ning J.L., Ma M.Z., Zhang X.Y., Li Y.C., Liaw P.K., Li G., Liu R.P. Pressure-induced phase transitions in HoDyYGdNb high-entropy alloy // *Materials Letters*. 2017. Vol. 196. P. 137–140. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.02.136>
6. 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. No. 8. Article 867. <https://doi.org/10.3390/met9080867>
7. Yusenko K.V., Riva S., Crichton W.A., Spektor K., Bykova E., Pakhomova A., Tudball A., Kupaenko I., Rohrbach A., Klemme S., Mazzali F., Margadonna S., Lavery N.P., Brown S.G.R. High-pressure high-temperature tailoring of High Entropy Alloys for extreme environments // *Journal of Alloys and Compounds*. 2018. Vol. 738. P. 491–500. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.12.216>
8. Zhang F.X., Zhao S., Jin K., Bei H., Popov D., Park C., Neuefeind J.C., Weber W.J., Zhang Y. Pressure-induced FCC to HCP phase transition in Ni-based high entropy solid solution alloys // *Applied Physics Letters*. 2017. Vol. 110. No. 1. Article 011902. <https://doi.org/10.1063/1.4973627>
9. Chen J., Li L., Weidner D., Vaughan M. Deformation experiments using synchrotron X-rays: In situ stress and strain measurements at high pressure and temperature // *Physics of the Earth and Planetary Interiors*. 2004. Vol. 143–144. P. 347–356. <https://doi.org/10.1016/j.pepi.2003.09.021>
10. Иванов Ю.Ф., Осинцев К.А., Громов В.Е., Коновалов С.В., Панченко И.А. Деформационное поведение высокоэнтропийного сплава системы Al – Co – Cr – Fe – Ni, изготовленного методом проволоочно-дугового аддитивного производства // *Известия вузов. Черная металлургия*. 2021. Т. 64. № 1. С. 68–74. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-1-68-74>
11. Osintsev K.A., Kononov S.V., Glezer A.M., Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Panchenko I.A., Sundeev R.V. Research on the structure of Al_{2.1}Co_{0.3}Cr_{0.5}FeNi_{2.1} high-entropy alloy at submicro- and nano-scale levels // *Materials Letters*. 2021. Vol. 294. Article 129717. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129717>
12. Wang W.R., Wang W.-L., Wang S.-C., Tsai Y.-C., Lai C.-H., Yeh J.-W. Effects of Al addition on the microstructure and mechanical property of Al_xCoCrFeNi high-entropy alloys // *Intermetallics*. 2012. Vol. 26. P. 44–51. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2012.03.005>
1. Dai J.H., Li W., Song Y., Vitos L. Theoretical investigation of the phase stability and elastic properties of TiZrHfNb-based high entropy alloys. *Materials and Design*. 2019, vol. 182, article 108033. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108033>
2. Zhang Y. *High-Entropy Materials. A Brief Introduction*. Springer, 2019, 159 p.
3. Feuerbacher M., Heidelmann M., Thomas C. Plastic deformation properties of Zr – Nb – Ti – Ta – Hf high-entropy alloys. *Philosophical Magazine*. Taylor and Francis. 2015, vol. 95, no. 11, pp. 1222–1233. <https://doi.org/10.1080/14786435.2015.1028506>
4. Ahmad A.S., Su Y., Liu S.Y., Ståhl K., Wu Y.D., Hui X.D., Ruett U., Gutowski O., Glazyrin K., Liermann H.P., Franz H., Wang H., Wang D., Cao Q.P., Zhang D.X., Jiang J.Z. Structural stability of high entropy alloys under pressure and temperature. *Journal of Applied Physics*. 2017, vol. 121, no. 23, article 235901. <https://doi.org/10.1063/1.4984796>
5. Yu P.F., Zhang L.J., Ning J.L., Ma M.Z., Zhang X.Y., Li Y.C., Liaw P.K., Li G., Liu R.P. Pressure-induced phase transitions in HoDyYGdNb high-entropy alloy. *Materials Letters*. 2017, vol. 196, pp. 137–140. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.02.136>
6. 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, no. 8, article 867. <https://doi.org/10.3390/met9080867>
7. Yusenko K.V., Riva S., Crichton W.A., Spektor K., Bykova E., Pakhomova A., Tudball A., Kupaenko I., Rohrbach A., Klemme S., Mazzali F., Margadonna S., Lavery N.P., Brown S.G.R. High-pressure high-temperature tailoring of High Entropy Alloys for extreme environments. *Journal of Alloys and Compounds*. 2018, vol. 738, pp. 491–500. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.12.216>
8. Zhang F.X., Zhao S., Jin K., Bei H., Popov D., Park C., Neuefeind J.C., Weber W.J., Zhang Y. Pressure-induced FCC to HCP phase transition in Ni-based high entropy solid solution alloys. *Applied Physics Letters*. 2017, vol. 110, no. 1, article 011902. <https://doi.org/10.1063/1.4973627>
9. Chen J., Li L., Weidner D., Vaughan M. Deformation experiments using synchrotron X-rays: In situ stress and strain measurements at high pressure and temperature. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*. 2004, vol. 143–144, pp. 347–356. <https://doi.org/10.1016/j.pepi.2003.09.021>
10. Ivanov Yu. F., Osintsev K.A., Gromov V.E., Kononov S.V., Panchenko I.A. Deformation behavior of high-entropy alloy system Al – Co – Cr – Fe – Ni, achieved by wire-arc additive manufacturing. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2021, vol. 64, no. 1, pp. 68–74. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-1-68-74>
11. Osintsev K.A., Kononov S.V., Glezer A.M., Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Panchenko I.A., Sundeev R.V. Research on the structure of Al_{2.1}Co_{0.3}Cr_{0.5}FeNi_{2.1} high-entropy alloy at submicro- and nano-scale levels. *Materials Letters*. 2021, vol. 294, article 129717. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129717>
12. Wang W.R., Wang W.-L., Wang S.-C., Tsai Y.-C., Lai C.-H., Yeh J.-W. Effects of Al addition on the microstructure and mechanical property of Al_xCoCrFeNi high-entropy alloys. *Intermetallics*. 2012, vol. 26, pp. 44–51. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2012.03.005>

13. Wang W.R., Wang W.L., Yeh J.W. Phases, microstructure and mechanical properties of $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloys at elevated temperatures // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 589. P. 143–152. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.11.084>
14. Ma Y., Jiang B., Li C., Wang Q., Dong C., Liaw P.K., Xu F., Sun L. The BCC/B2 morphologies in $\text{Al}_x\text{NiCoFeCr}$ high-entropy alloys // *Metals*. 2017. Vol. 7. No. 2. Article 57. <https://doi.org/10.3390/met7020057>
15. Feuerbacher M. Dislocations and deformation microstructure in a B2-ordered $\text{Al}_{28}\text{Co}_{20}\text{Cr}_{11}\text{Fe}_{15}\text{Ni}_{26}$ high-entropy alloy // *Scientific Reports*. 2016. Vol. 6. No. 1. Article 29700. <https://doi.org/10.1038/srep29700>
16. Muralikrishna G.M., Esther A.C.M., Guruvidyathri K., Watermeyer P., Liebscher C., Kulkarni K., Wilde G., Divinski S.V., Murty B.S. Novel multicomponent B2-ordered aluminides: Compositional design, synthesis, characterization and thermal stability // *Metals*. 2020. Vol. 10. No. 11. Article 1411. <https://doi.org/10.3390/met10111411>
17. Nevskii S., Sarychev V., Kononov S., Granovskii A., Gromov V. Formation mechanism of micro- and nanocrystalline surface layers in titanium and aluminum alloys in electron beam irradiation // *Metals*. 2020. Vol. 10. No. 10. Article 1399. <https://doi.org/10.3390/met10101399>
18. Rohila S., Mane R.B., Naskar S., Panigrahi B.B. Viscous flow assisted sintering of AlCoCrFeNi high entropy alloy powder // *Materials Letters*. 2019. Vol. 256. Article 126668. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.126668>
19. Li D.Y., Zhang Y. The ultrahigh charpy impact toughness of forged $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ high entropy alloys at room and cryogenic temperatures // *Intermetallics*. 2016. Vol. 70. P. 24–28. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2015.11.002>
20. Tang Z., Gao M.C., Diao H., Yang T., Liu J., Zuo T., Zhang Y., Lu Z., Cheng Y., Zhang Y., Dahmen K.A., Liaw P.K., Egami T. Aluminum alloying effects on lattice types, microstructures, and mechanical behavior of high-entropy alloys systems // *JOM*. 2013. Vol. 65. No. 12. P. 1848–1858. <https://doi.org/10.1007/s11837-013-0776-z>
21. Zhu J.M., Fu H.M., Zhang H.F., Wang A.M., Li H., Hu Z.Q. Microstructure and compressive properties of multiprincipal component AlCoCrFeNiC_x alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2011. Vol. 509. No. 8. P. 3476–3480. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.10.047>
22. Wang Y.P., Li B.S., Ren M.X., Yang C., Fu H.Z. Microstructure and compressive properties of AlCrFeCoNi high entropy alloy // *Materials Science and Engineering: A*. 2008. Vol. 491. No. 1–2. P. 154–158. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.01.064>
13. Wang W.R., Wang W.L., Yeh J.W. Phases, microstructure and mechanical properties of $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloys at elevated temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014, vol. 589, pp. 143–152. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.11.084>
14. Ma Y., Jiang B., Li C., Wang Q., Dong C., Liaw P.K., Xu F., Sun L. The BCC/B2 morphologies in $\text{Al}_x\text{NiCoFeCr}$ high-entropy alloys. *Metals*. 2017, vol. 7, no. 2, article 57. <https://doi.org/10.3390/met7020057>
15. Feuerbacher M. Dislocations and deformation microstructure in a B2-ordered $\text{Al}_{28}\text{Co}_{20}\text{Cr}_{11}\text{Fe}_{15}\text{Ni}_{26}$ high-entropy alloy. *Scientific Reports*. 2016, vol. 6, no. 1, article 29700. <https://doi.org/10.1038/srep29700>
16. Muralikrishna G.M., Esther A.C.M., Guruvidyathri K., Watermeyer P., Liebscher C., Kulkarni K., Wilde G., Divinski S.V., Murty B.S. Novel multicomponent B2-ordered aluminides: Compositional design, synthesis, characterization and thermal stability. *Metals*. 2020, vol. 10, no. 11, article 1411. <https://doi.org/10.3390/met10111411>
17. Nevskii S., Sarychev V., Kononov S., Granovskii A., Gromov V. Formation mechanism of micro- and nanocrystalline surface layers in titanium and aluminum alloys in electron beam irradiation. *Metals*. 2020, vol. 10, no. 10, article 1399. <https://doi.org/10.3390/met10101399>
18. Rohila S., Mane R.B., Naskar S., Panigrahi B.B. Viscous flow assisted sintering of AlCoCrFeNi high entropy alloy powder. *Materials Letters*. 2019, vol. 256, article 126668. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.126668>
19. Li D.Y., Zhang Y. The ultrahigh charpy impact toughness of forged $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ high entropy alloys at room and cryogenic temperatures. *Intermetallics*. 2016, vol. 70, pp. 24–28. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2015.11.002>
20. Tang Z., Gao M.C., Diao H., Yang T., Liu J., Zuo T., Zhang Y., Lu Z., Cheng Y., Zhang Y., Dahmen K.A., Liaw P.K., Egami T. Aluminum alloying effects on lattice types, microstructures, and mechanical behavior of high-entropy alloys systems. *JOM*. 2013, vol. 65, no. 12, pp. 1848–1858. <https://doi.org/10.1007/s11837-013-0776-z>
21. Zhu J.M., Fu H.M., Zhang H.F., Wang A.M., Li H., Hu Z.Q. Microstructure and compressive properties of multiprincipal component AlCoCrFeNiC_x alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2011, vol. 509, no. 8, pp. 3476–3480. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.10.047>
22. Wang Y.P., Li B.S., Ren M.X., Yang C., Fu H.Z. Microstructure and compressive properties of AlCrFeCoNi high entropy alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2008, vol. 491, no. 1–2, pp. 154–158. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.01.064>

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Иван Владимирович Иванов, младший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории физико-химических технологий и функциональных материалов, Новосибирский государственный технический университет

ORCID: 0000-0001-5021-0098

E-mail: i.ivanov@corp.nstu.ru

Кемал Исметович Эмурлаев, младший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории физико-химических технологий и функциональных материалов, Новосибирский государственный технический университет

ORCID: 0000-0002-1114-6799

E-mail: emurlaev@corp.nstu.ru

Алексей Александрович Руктуев, к.т.н., старший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории физико-химических технологий и функциональных материалов, Новосибирский государственный технический университет

ORCID: 0000-0002-1325-1533

E-mail: ruktuev@corp.nstu.ru

Ivan V. Ivanov, Junior Researcher of the Research Laboratory of Physical and Chemical Technologies and Functional Materials, Novosibirsk State Technical University

ORCID: 0000-0001-5021-0098

E-mail: i.ivanov@corp.nstu.ru

Kemal I. Emurlaev, Junior Researcher of the Research Laboratory of Physical and Chemical Technologies and Functional Materials, Novosibirsk State Technical University

ORCID: 0000-0002-1114-6799

E-mail: emurlaev@corp.nstu.ru

Aleksei A. Ruktuev, Cand. Sci (Eng.), Senior Researcher of the Research Laboratory of Physical and Chemical Technologies and Functional Materials, Novosibirsk State Technical University

ORCID: 0000-0002-1325-1533

E-mail: ruktuev@corp.nstu.ru

Андрей Геннадьевич Тюрин, к.т.н., декан механико-технологического факультета, Новосибирский государственный технический университет

ORCID: 0000-0003-4757-424X

E-mail: a.tyurin@corp.nstu.ru

Иван Анатольевич Батаев, д.т.н., заведующий научно-исследовательской лаборатории физико-химических технологий и функциональных материалов, Новосибирский государственный технический университет

ORCID: 0000-0003-2871-0269

E-mail: i.bataev@corp.nstu.ru

Andrei G. Tyurin, Cand. Sci (Eng.), Dean of the Faculty of Mechanics and Technology, Novosibirsk State Technical University

ORCID: 0000-0003-4757-424X

E-mail: a.tyurin@corp.nstu.ru

Ivan A. Bataev, Dr. Sci. (Eng.), Head of the Research Laboratory of Physical and Chemical Technologies and Functional Materials, Novosibirsk State Technical University

ORCID: 0000-0003-2871-0269

E-mail: i.bataev@corp.nstu.ru

ВКЛАД АВТОРОВ:

Иванов И.В. – разработка концепции научного исследования, проведение термического анализа и анализ полученных результатов, написание текста статьи.

Эмурлаев К.И. – пробоподготовка образцов на термические и механические испытания, проведение оптической металлографии и анализ полученных результатов, содействие в написании статьи.

Руктуев А.А. – проведение анализа методом сканирующей электронной микроскопии и анализ полученных результатов, содействие в написании статьи.

Тюрин А.Г. – проведение механических испытаний на сжатие и анализ полученных результатов, содействие в написании статьи.

Батаев И.А. – руководство научным исследованием, разработка первоначальной концепции научного исследования, написание текста статьи.

Поступила в редакцию 01.04.2021

После доработки 29.04.2021

Принята к публикации 12.05.2021

Received 01.04.2021

Revised 29.04.2021

Accepted 12.05.2021