



УДК 669.017.15

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-176-184



Оригинальная статья

Original article

## ЭВОЛЮЦИЯ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА В ПРОЦЕССЕ НАГРЕВА ДЕФОРМИРОВАННОГО ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$

И. В. Иванов<sup>1</sup>, С. А. Аккузин<sup>2</sup>, Д. Э. Сафарова<sup>1</sup>,И. Ю. Литовченко<sup>2</sup>, И. А. Батаев<sup>1</sup><sup>1</sup> Новосибирский государственный технический университет (Россия, 630073, Новосибирск, пр. Карла Маркса, 20)<sup>2</sup> Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН (Россия, 634055, Томск, пр. Академический, 2/4)

✉ i.ivanov@corp.nstu.ru

**Аннотация.** При выборе составов высокоэнтروпийных сплавов одним из учитываемых параметров является термическая стабильность. В работе рассматриваются структурные преобразования деформированного высокоэнтропийного сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ , происходящие в процессе его отжига. Материал получен методом аргонодуговой плавки смеси чистых одноэлементных компонентов. С целью гомогенизации структуры полученный слиток подвергался термомеханической обработке по схеме, сочетающей холодную прокатку со степенью обжатия 50 % и низкотемпературный отжиг (400 °C в течение 100 ч). В дальнейшем гомогенизированная заготовка прокатывалась в холодном состоянии со степенью обжатия 80 %. Структуру материалов исследовали непосредственно в процессе нагрева (в режиме *in-situ*) с использованием метода дифракции синхротронного рентгеновского излучения. Скорость нагрева образцов составляла 20 °C/мин, максимальная температура нагрева – 1000 °C. Параметры дислокационной структуры сплава (плотность винтовых дислокаций, пространственное распределение дислокаций) в процессе нагрева определяли с использованием модифицированных методов Вильямсона–Холла и Уоррена–Авербаха. Согласно полученным данным, температура начала формирования высокоэнтропийной фазы, обладающей примитивной кубической решеткой, составляет 560 °C. В процессе нагрева материала вплоть до температуры начала формирования этой фазы наблюдаются увеличение плотности винтовых дислокаций и формирование разупорядоченной дислокационной структуры. Характер изменения плотности дислокаций хорошо коррелирует с ростом микротвердости сплава. При начальном значении в  $406 \pm 13 \text{ HV}_{0.1}$  (для деформированного материала) микротвердость в процессе термической обработки повышается до  $587 \pm 10 \text{ HV}_{0.1}$ .

**Ключевые слова:** высокоэнтропийные сплавы, сплав  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ , пластическая деформация, термическая обработка, дислокационная структура, просвечивающая электронная микроскопия, дифракция синхротронного рентгеновского излучения

**Благодарности:** 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., Аккузин С.А., Сафарова Д.Э., Литовченко И.Ю., Батаев И.А. Эволюция дислокационной структуры и фазового состава в процессе нагрева деформированного высокоэнтропийного сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ . *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):176–184. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-176-184>

## EVOLUTION OF DISLOCATION STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF DEFORMED $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ HIGH-ENTROPY ALLOY DURING HEATING

I. V. Ivanov<sup>1</sup>, S. A. Akkuzin<sup>2</sup>, D. E. Safarova<sup>1</sup>,I. Yu. Litovchenko<sup>2</sup>, I. A. Bataev<sup>1</sup><sup>1</sup> Novosibirsk State Technical University (20 K. Marksa Ave., Novosibirsk 630073, Russian Federation)<sup>2</sup> Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/4 Akademicheskii Ave., Tomsk 634055, Russian Federation)

✉ i.ivanov@corp.nstu.ru

**Abstract.** When choosing compositions of high-entropy alloys, one of the parameters taken into account is thermal stability. The paper considers the structural transformations of the deformed  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  high-entropy alloy occurring during its annealing. The material was obtained by argon-arc

melting with a mixture of pure single-element components. In order to homogenize the structure, the resulting ingot was subjected to thermomechanical processing according to a scheme combining cold rolling with a compression ratio of 50 % and low-temperature annealing (400 °C for 100 h). In the future, the homogenized billet was rolled in a cold state with a compression ratio of 80 %. The structure of the materials was studied directly during heating (*in-situ* mode) using the method of synchrotron X-ray diffraction. The heating rate of the samples was 20 °C/min, the maximum heating temperature was 1000 °C. The parameters of the alloy dislocation structure (density of screw dislocations, spatial distribution of dislocations) during heating were determined using the modified Williamson–Hall and Warren–Averbach methods. According to the data obtained, the temperature of beginning of formation of a high-entropy phase with a primitive cubic lattice is 560 °C. In the process of heating the material up to this temperature, an increase in density of screw dislocations and formation of a disordered dislocation structure are observed. The nature of change in dislocation density correlates well with the increase in the alloy microhardness. At an initial value of  $406 \pm 13 \text{ HV}_{0.1}$  (for the deformed material), the microhardness during heat treatment increases up to  $587 \pm 10 \text{ HV}_{0.1}$ .

**Keywords:** high-entropy alloy,  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ , plastic deformation, heat treatment, dislocation structure, transmission electron microscopy, synchrotron X-ray diffraction

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

**For citation:** Ivanov I.V., Akkuzin S.A., Safarova D.E., Litovchenko I.Yu., Bataev I.A. Evolution of dislocation structure and phase composition of deformed  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  high-entropy alloy during heating. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):176–184.  
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-176-184>

## ВВЕДЕНИЕ

Термическая стабильность является одним из параметров, которые часто учитываются при выборе составов высокоэнтروпийных сплавов (ВЭС) [1–4]. Для ВЭС, относящихся к многокомпонентным системам, характерно формирование как упорядоченных, так и разупорядоченных кристаллических фаз. К разупорядоченным относятся фазы, для которых характерно случайное распределение атомов по позициям в ячейке. Как правило, эти фазы обладают гранецентрированной (ГЦК) или объемно-центрированной (ОЦК) кубической решеткой и занимают наибольшую долю в объеме сплава [5]. В то же время при выплавке, а также при последующей термической обработке ВЭС возможно формирование упорядоченных фаз с примитивной кубической решеткой [6]. Безусловно, образование таких фаз приводит к изменению свойств сплавов.

Из множества известных составов ВЭС часто выделяют систему  $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$  [7–11]. Особенность сплавов этой системы заключается в том, что, изменяя содержание алюминия, можно управлять фазовым составом сплава. Так, при  $x = 0,3$  структура сплавов представлена только ОЦК фазой. При значении  $x$  в диапазоне от 0,3 до 0,6 наряду с ОЦК фазой в структуре сплавов формируется вторая фаза с ГЦК решеткой. Увеличение параметра  $x$  до значений 0,6 – 2,0 сопровождается формированием однофазной ГЦК структуры.

Соответствие структурно-фазового состояния отмеченным диапазонам составов высокоэнтропийных сплавов подтверждается экспериментальными исследованиями, а также проводимыми термодинамическими расчетами [12]. В то же время известно, что на формирование дополнительных фаз в сплавах системы  $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$  существенное влияние может оказывать предварительная термомеханическая обработка. Экспериментально показано, например, что пластическая деформация сплавов с  $x$ , равным 0,3, 0,6 и 0,9 при температуре 930 °C, сопровождается выделением по гра-

ницам зерен частиц соединения  $\text{AlNi}$  [13]. Согласно данным работы [14] образование интерметаллидной фазы в сплавах  $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$  может происходить в процессе сухого трения при температуре 900 °C. Одним из результатов воздействия процессов деформации и отжига является формирование упорядоченных высокоэнтропийных фаз. Согласно данным работы [15] пластическая деформация сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  со степенью обжатия 20 % и его последующий отжиг при 550 °C приводят к формированию фазы с  $\text{L1}_2$ -структурой (характеризуется примитивной кубической решеткой). Повышение температуры отжига до 700 °C сопровождается образованием в сплаве интерметаллида  $\text{AlNi}$  и фазы В2, обладающей примитивной кубической решеткой. Согласно исследованию [16] В2-фаза наблюдается также после отжига заготовок, деформированных методом кручения под высоким давлением. В этой же работе зафиксирован эффект упрочнения сплавов при повышении температуры отжига деформированного материала. Формирование фазы с упорядоченной кубической решеткой в структуре сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  было зафиксировано также авторами работы [17]. Холодная прокатка данного сплава со степенью обжатия 50 % и последующий отжиг при 800 °C приводят к формированию В2-фазы. Отмечалось также существенное влияние температуры отжига на механические свойства заготовок из деформированных ВЭС [17].

Таким образом, на основании анализа имеющихся литературных данных можно сделать несколько выводов. Во-первых, для сплавов системы  $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$  характерно образование не только высокоэнтропийных разупорядоченных фаз, но также многокомпонентных фаз с упорядоченным строением. Во-вторых, фазовый состав этих материалов в значительной степени определяется схемой и режимами термомеханической обработки. Сочетание процессов пластической деформации и высокотемпературного отжига является фактором, способствующим формированию упорядоченных высокоэнтропийных фаз. Варьируя параметрами

температурно-силового воздействия, можно изменять температуру начала выделения упорядоченных фаз. И, наконец, ряд исследований указывает на возможность изменения механических свойств высокоэнтропийных сплавов в зависимости от температуры отжига.

Очевидно, что вопросы термической стабильности ВЭС, формирования в них упорядоченных фаз и изменения их механических свойств в зависимости от температурного воздействия являются важными не только с точки зрения управления структурой и свойствами конечного изделия, но и с позиции понимания условий, в которых это изделие может функционировать. Понимая актуальность отмеченной проблемы, следует, однако, отметить недостаток экспериментальных данных, раскрывающих особенности формирования в анализируемых ВЭС новых фаз в условиях деформационного и теплового воздействий. При выполнении настоящей работы для анализа изменения структуры деформированного сплава  $Al_{0.3}CoCrFeNi$  в процессе его нагрева был использован метод дифракции синхротронного рентгеновского излучения в режиме *in-situ*. Использование этого метода в сочетании с профильным анализом зафиксированных дифрактограмм позволило рассчитать изменение параметра решетки, выявить температуру начала формирования упорядоченной высокоэнтропийной фазы, а также оценить изменение плотности дислокаций в процессе нагрева материала. В дополнение к дифракции синхротронного рентгеновского излучения структуру материалов исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии. Твердость образцов оценивали по методу Виккерса.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Слиток высокоэнтропийного сплава  $Al_{0.3}CoCrFeNi$  был получен методом аргонодуговой плавки смеси чистых одноэлементных компонентов. Плавку ВЭС осуществляли в печи Bühler ArcMelter АМ при давлении аргона  $2 \cdot 10^{-2}$  бар ( $2 \cdot 10^3$  Па). Для получения однородного химического состава материал подвергали десятикратному переплаву. С этой же целью осуществлялась дополнительная термомеханическая обработка сплава. Полученный в печи слиток в холодном состоянии был прокатан со степенью обжатия 50 % и выдержан в течение 100 ч при 400 °С. Указанный режим термического воздействия позволил избежать образования в структуре сплава упорядоченных фаз [18].

Подготовленная таким образом заготовка была использована для проведения исследований, основной целью которых являлось изучение влияния температуры нагрева на структурно-фазовые преобразования сплава, деформированного методом холодной прокатки. Суммарная степень обжатия заготовки, составляющая 80 %, достигалась за несколько проходов. На каждом из проходов степень обжатия составляла 2 % относительно исходной толщины заготовки. Образцы,

вырезанные из холоднодеформированного листа, помещались в печь дилатометра Bähr DIL 805 A/D, в которой нагревались со скоростью 20 °С/мин. Максимальная температура нагрева составляла 1000 °С.

Анализ структуры материала в процессе нагрева осуществлялся с использованием метода дифракции синхротронного рентгеновского излучения в режиме *in-situ*. Исследования были проведены на станции P07 («High Energy Materials Science») источника DESY: PETRA III (г. Гамбург). Длина волны используемого излучения составляла 0,014235 нм, что соответствует энергии фотонов 87,1 кэВ. Для записи дифракционных картин использовали 2D-сцинтилляционный детектор PerkinElmer XRD 1621 с разрешением 2048×2048 пикселей и площадью 409,6 мм<sup>2</sup>. Расстояние от исследуемого объекта до детектора составляло 1,05 м. Съемку дифрактограмм осуществляли в направлении, поперечном прокатке (англ. «*transverse direction*»). Полученные дифракционные картины приводили к одномерному виду путем азимутального интегрирования с использованием библиотеки pyFAI [19].

Для проведения профильного анализа одномерные дифрактограммы описывались функцией вида:

$$I_{\text{pattern}}(2\theta) = \sum_{i=1}^{10} I_i(2\theta) + \sum_{j=0}^7 a_j(2\theta)^j. \quad (1)$$

Первая сумма в выражении (1) определяет вклад в интенсивность десяти дифракционных максимумов, а вторая представляет полином 7-го порядка, описывающий фон дифрактограммы. В свою очередь профиль каждого из дифракционных максимумов описывался функцией псевдо-Войта, имеющей вид:

$$I_i(2\theta) = I_0[\eta L(2\theta) + (1 - \eta)G(2\theta)], \quad (2)$$

где  $I_0$  – значение максимальной интенсивности дифракционного максимума;  $\eta$  – вклад функции Лоренца;  $L(2\theta)$  и  $G(2\theta)$  – функции Лоренца и Гаусса, которые имеют вид:

$$L(2\theta) = \frac{[0,5\beta(1-A)]^2}{[0,5\beta(1-A)]^2 + (2\theta - 2\theta_0)^2}, \quad (3)$$

$$G(2\theta) = \exp\left\{\frac{-\pi(2\theta - 2\theta_0)^2}{\left[0,5\beta(1-A)\sqrt{\frac{\pi}{\ln 2}}\right]^2}\right\}, \quad (4)$$

где  $2\theta_0$  – угловая позиция, соответствующая максимальному значению интенсивности пика;  $\beta$  – ширина на половине высоты дифракционного максимума;  $A$  – параметр асимметрии дифракционного максимума ( $-1 \leq A \leq 1$ ).

Параметры дислокационной структуры (плотность винтовых дислокаций, пространственное расположе-

ние дислокаций), соответствующей конкретной стадии нагрева сплава, определялись с использованием модифицированных методов Вильямсона–Холла и Уоррена–Авербаха. Детальное их описание представлено в работах [20 – 23].

Наряду с экспериментами по анализу структуры с использованием синхротронного рентгеновского излучения была подготовлена серия образцов для оценки микротвердости холоднодеформированного ВЭС после нагрева до температур 100 – 900 °С (с интервалом 50 °С), 875 и 900 °С. Анализ материалов проводили методом Виккерса на полуавтоматическом твердомере WolpertGroup 402MVD. Нагрузка на четырехгранный алмазный индентор составляла 0,98 Н, время выдержки под нагрузкой – 10 с. Тонкое строение образцов, термически обработанных при 550, 650 и 900 °С, исследовали с использованием просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В опубликованных ранее работах представлены различные данные об особенностях фазовых преобразований, развивающихся при нагреве образцов из сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ . Отмечается, что один из факторов, определяющих температуру начала выделения упорядоченных фаз, связан со степенью предварительной пластической деформации материала. Так, в работе [17] было показано, что температура начала формирования упорядоченной  $B_2$ -фазы в сплаве  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ , прокатанном предварительно в холодном состоянии на 50 %, находится в диапазоне 600 – 800 °С. Точное значение этой температуры при проведении эксперимента по схеме *ex-situ* установить не удалось. Несомненным преимуществом *in-situ* подхода, реализованного в настоящей

работе, является возможность точного определения температур фазовых и структурных преобразований, происходящих при нагреве сплава. На рис. 1 представлена дифракционная карта, соответствующая процессу нагрева холоднокатанного сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ . Во всем диапазоне температур наблюдаются дифракционные максимумы ГЦК фазы. Однако, начиная с температуры ~600 °С, появляются максимумы фазы, обладающей примитивной кубической решеткой. Для более точного определения температуры начала ее формирования был проведен анализ изменения интенсивности дифракционного максимума (310) (рис. 2).

Из представленных данных следует, что интенсивность максимума (310) фазы с примитивной кубической решеткой изменяется немонотонно (рис. 2, а). Особенностью, характерной для этого параметра, является его постепенное повышение с ростом температуры и последующее снижение. Анализируемая фаза начинает формироваться при температуре 560 °С (рис. 2, б).

На рис. 3 приведены результаты изменения параметра кристаллической решетки материала и линейного расширения образца. При нагреве примерно до 750 °С скорость изменения обоих параметров близка к линейной. Слабо выраженное изменение зависимости, связывающей величину  $\Delta L$  с температурой нагрева, наблюдается в температурном интервале 450 – 600 °С (рис. 3, б). Объяснение наблюдаемого эффекта может быть связано с перестраиванием дислокационной структуры сплава. При нагреве сплава до температуры выше 850 °С скорость роста параметра решетки возрастает с  $0,07 \cdot 10^{-4}$  до  $0,125 \text{ \AA}/^\circ\text{C}$ . В температурном диапазоне 750 – 900 °С скорость роста параметра  $\Delta L$  постепенно снижается, а в температурном интервале 900 – 1000 °С проявляется эффект сжатия образца.

На рис. 4 представлены результаты профильного анализа зафиксированных экспериментально дифракто-

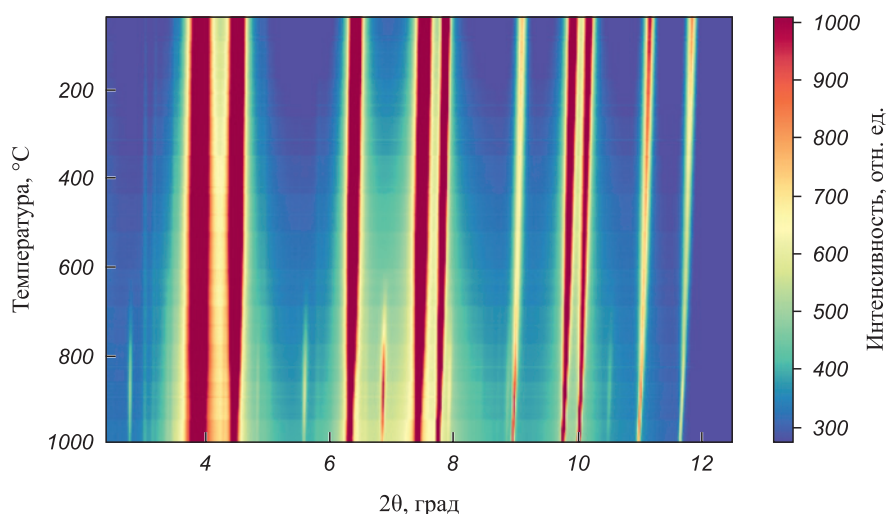
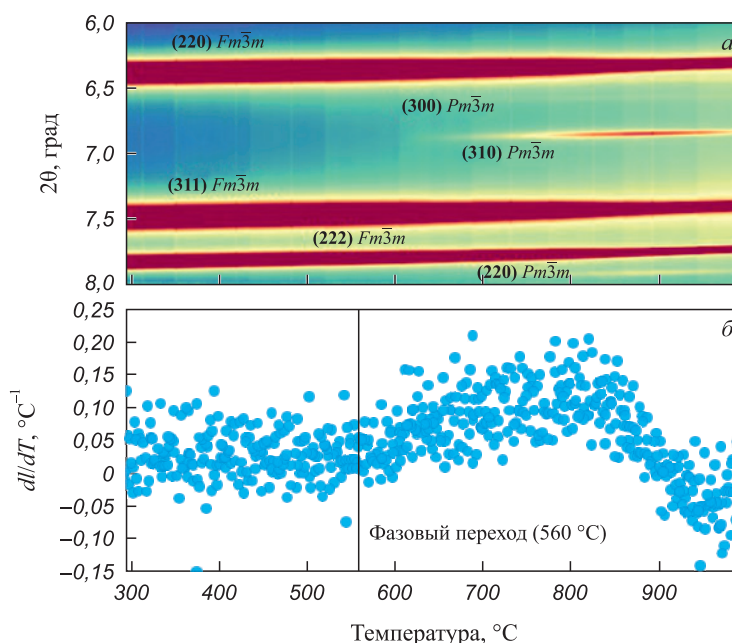


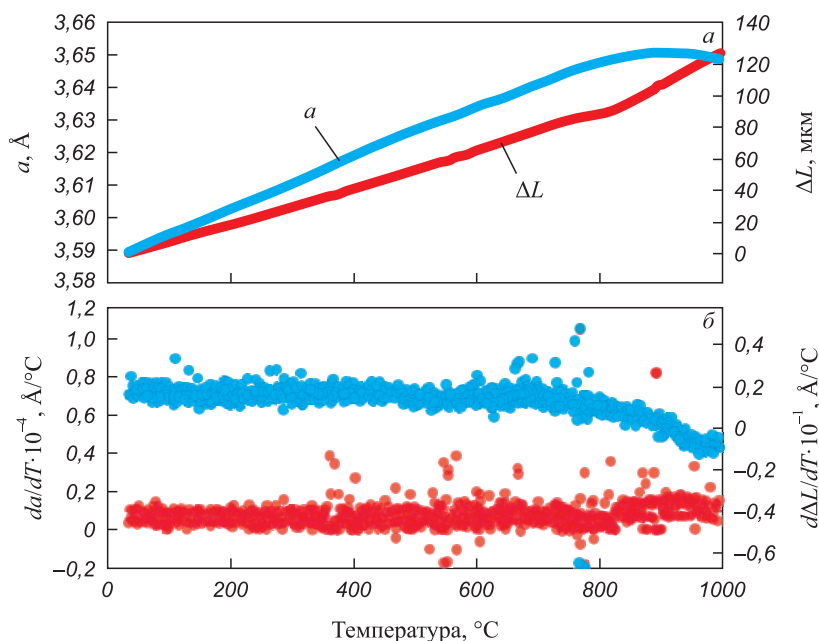
Рис. 1. Дифракционная карта процесса нагрева холоднокатанного сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$

Fig. 1. X-ray diffraction pattern of heating of the cold rolled  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  alloy



**Рис. 2.** Изменение интенсивности дифракционных максимумов разупорядоченной и упорядоченной фаз высокоэнтропийного сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  (а) и изменение производной интенсивности по температуре дифракционного максимума (310) фазы с примитивной кубической решеткой (б)

**Fig. 2.** Change in intensity of diffraction maxima of the disordered and ordered phases in  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  high-entropy alloy (а) and change in intensity derivative according to temperature of diffraction maximum (310) of the phase with a primitive cubic lattice (б)

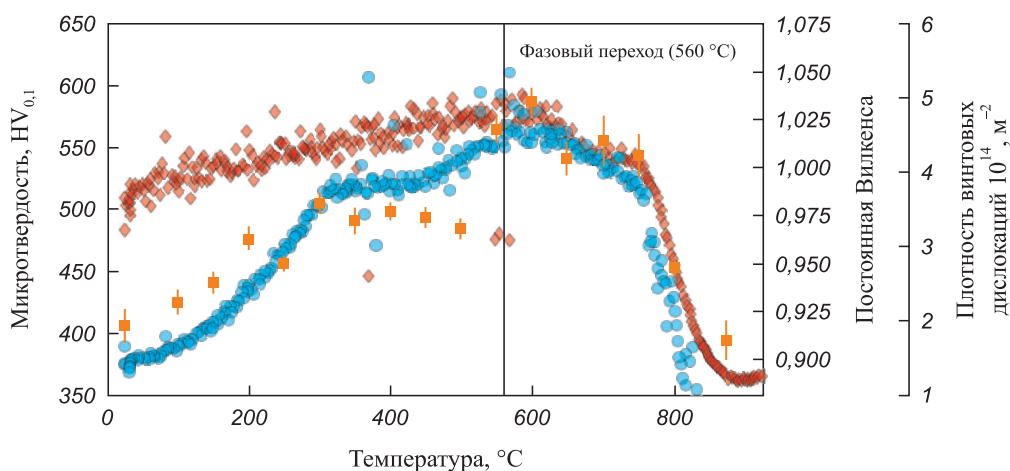


**Рис. 3.** Изменение параметра решетки  $a$  (●) и термическое расширение пластически деформированного образца  $\Delta L$  (●) из сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  в процессе его нагрева (а) и изменение производных  $da/dT$  (●) и  $d\Delta L/dT$  (●) (б)

**Fig. 3.** Change in the lattice parameter  $a$  (●) and thermal expansion of the plastically deformed sample  $\Delta L$  (●) of  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  alloy during heating (а) and change in derivatives  $da/dT$  (●) and  $d\Delta L/dT$  (●) (б)

грамм. С использованием модифицированных методов Вильямсона–Холла и Уоррена–Авербаха были рассчитаны значения плотности винтовых дислокаций ( $\rho_{\text{винт}}$ ) и параметра Вилкенса ( $M$ ). Параметр  $M$  характеризует особенности пространственной конфигурации дисло-

каций. Его снижение свидетельствует о формировании в сплаве дислокационных стенок, в то время как рост величины  $M$  является признаком формирования разупорядоченной дислокационной структуры. Согласно полученным данным, вплоть до начала выделения упо-



**Рис. 4.** Изменение плотности винтовых дислокаций (●), параметра Вилкенса (◆) и микротвердости (■) при нагреве деформированного сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$

**Fig. 4.** Change in density of screw dislocations (●), the Wilkens parameter (◆) and microhardness (■) during heating of deformed  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  alloy

рядоченной фазы (560 °C) происходит одновременное повышение плотности дислокаций и разупорядочение дислокационной структуры.

Изменение плотности дислокаций хорошо коррелирует с ростом микротвердости анализируемых образцов. В исходном состоянии (перед нагревом) микротвердость холоднодеформированного образца составляет  $406 \pm 13 \text{ HV}_{0.1}$ . Максимальное значение микротвердости на уровне  $587 \pm 10 \text{ HV}_{0.1}$  зафиксировано на образцах, термически обработанных при 550 – 600 °C. Согласно результатам профильного анализа, при этих температурах значения плотности дислокаций также находятся на максимальном уровне. Результатом дальнейшего повышения температуры является снижение плотности дислокаций и уровня микротвердости до  $395 \pm 16 \text{ HV}_{0.1}$ .

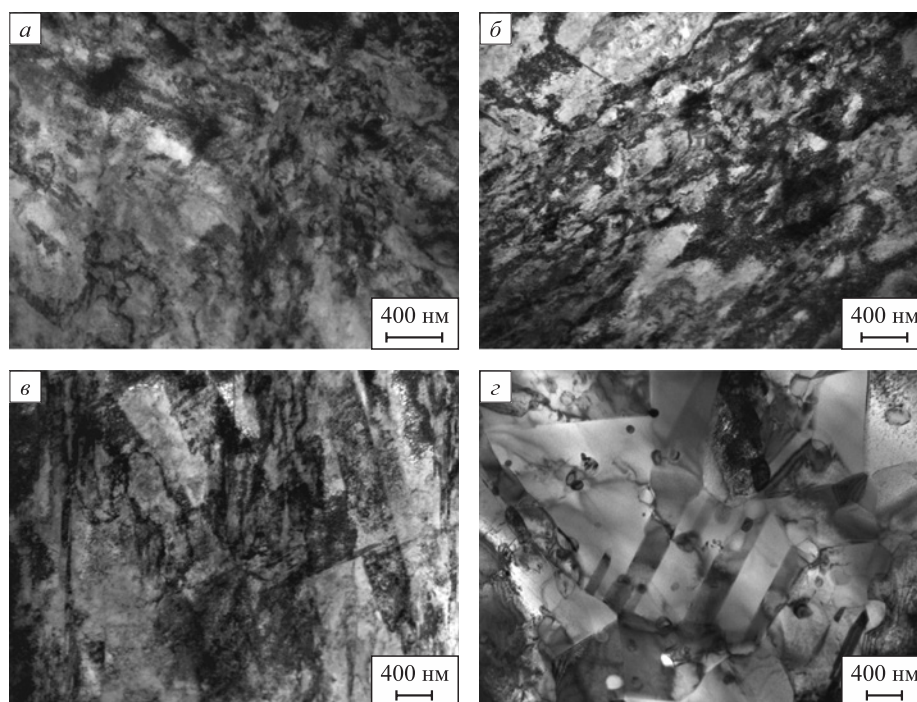
Характер изменения структуры и свойств сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  в зависимости от температуры термической обработки ранее обсуждался авторами работы [23]. В работе [24] отмечалось, что пластическая деформация с последующим отжигом высокоэнтروпийного сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  приводит к формированию упорядоченной фазы с примитивной кубической решеткой на субзеренных границах или в местах высокой локальной плотности дефектов. Вопрос, касающийся роста плотности дислокаций в процессе нагрева высокоэнтропийных сплавов, ранее в литературе не обсуждался и требует проведения дополнительных исследований.

Анализ рис. 4 позволяет сделать вывод о том, что превышение значений температуры нагрева, соответствующих началу выделения упорядоченной фазы, сопровождается снижением как плотности дислокаций, так и параметра Вилкенса. Данный факт свидетельствует об активизации процессов, связанных с полигонизацией и рекристаллизацией структуры сплава. Результаты исследований, проведенных методом прос-

вечивающей электронной микроскопии (рис. 5), также указывают на развитие рекристаллизационных процессов. Анализ представленных снимков свидетельствует о повышенной степени дефектности структуры материала, находящегося в холоднодеформированном состоянии (рис. 5, а), а также после нагрева до 550 и 650 °C (рис. 5, б, в).

Несмотря на то, что, согласно данным дифракции синхротронного излучения формирование фазы с примитивной кубической решеткой начинается при 560 °C, методом просвечивающей электронной микроскопии даже после нагрева до температуры 650 °C частиц данной фазы обнаружено не было (рис. 5, в). Объясняется это тем, что на начальном этапе формирования частицы анализируемой фазы являются мелкоразмерными и выделяются из исходной матрицы таким образом, что с использованием дифракционного контраста не просматриваются. В то же время в образцах, термически обработанных при 900 °C, частицы упорядоченной фазы хорошо заметны (рис. 5, г).

Таким образом, результаты исследований, проведенных методом просвечивающей электронной микроскопии, соответствуют экспериментальным данным, зафиксированным в процессе рентгеноструктурного анализа. Проведенный в работе анализ свидетельствует о том, что интенсивное снижение плотности дислокаций и параметра Вилкенса (при нагреве сплава до 750 °C) (рис. 4) обусловлено началом развития рекристаллизационных процессов. Наблюдаемое на рис. 3 снижение скорости линейного расширения ( $\Delta L$ ) при температурах нагрева свыше 750 °C связано, вероятно, также с развитием рекристаллизационных процессов и сопутствующей этому явлению аннигиляцией дефектов кристаллического строения. Можно ожидать, что при дальнейшем повышении температуры скорость линейного расширения образца выйдет на плато, а затем мате-



**Рис. 5.** Результаты структурных исследований сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  методом просвечивающей электронной микроскопии после холодной прокатки (а), а также после прокатки и отжига при 550 (б), 650 (в) и 900 °С (г)

**Fig. 5.** Results of transmission electron microscopy of  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  alloy after cold rolling (a) and after rolling and annealing at 550 (b), 650 (c) and 900 °C (d)

риал начнет расширяться, но уже с другой скоростью. Подобный эффект наблюдался в работе [25], в которой исследовалась структура образцов, сваренных трением. Зафиксированное экспериментально отклонение зависимости  $\Delta L - T$  от линейной авторами работы было связано с процессами рекристаллизации и изменением величины остаточных напряжений. Подобные явления наблюдались также в работах [26; 27].

## Выводы

С использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения установлено, что температура начала формирования высокоэнтропийной фазы с примитивной кубической решеткой при нагреве холоднокатанного образца из сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  составляет 560 °С.

Нагрев деформированного сплава до 560 °С сопровождается ростом плотности винтовых дислокаций ( $\rho_{\text{винт}}$ ) и повышением степени разупорядочения дислокационной структуры, выражающемся в росте параметра Вилкенса  $M$ .

Изменение плотности дислокаций коррелирует с характером изменения микротвердости сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ . Нагрев холоднодеформированного материала от комнатной температуры до 600 °С, сопровождающийся повышением плотности дислокаций, приводит к росту микротвердости от  $406 \pm 13$  до  $587 \pm 10 \text{ HV}_{0.1}$ . Снижение плотности дислокаций, имеющее место при

дальнейшем повышении температуры отжига, приводит к снижению микротвердости сплава до  $395 \pm 16 \text{ HV}_{0.1}$ .

Дилатометрический анализ сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  свидетельствует о нелинейном характере связи параметра кристаллической решетки  $a$  и удлинения образца  $\Delta L$  с температурой нагрева. В диапазоне температур от 25 до 850 °С скорость роста параметра решетки составляет  $0,07 \cdot 10^{-4} \text{ Å/°C}$  и возрастает до  $0,125 \text{ Å/°C}$  при нагреве выше 850 °С. Превышение температуры с 750 до 900 °С сопровождается постепенным снижением скорости линейного расширения образца. В интервале температур 900 – 1000 °С наблюдается его сжатие. Зафиксированный эффект может быть связан со снижением количества дефектов кристаллической решетки, сопутствующим развитию рекристаллизационных процессов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Thirathipviwat P., Song G., Jayaraj J., Bednarcik J., Wendrock H., Gemming T., Freudenberger J., Nielsch K., Han J. A comparison study of dislocation density, recrystallization and grain growth among nickel, FeNiCo ternary alloy and FeNiCoCrMn high entropy alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019;790:266–273. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.03.052>
2. Karati A., Guruvidyathri K., Hariharan V.S., Murty B.S. Thermal stability of AlCoFeMnNi high-entropy alloy. *Scripta Materialia*. 2019;162:465–467. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.12.017>

3. Pacheco V., Lindwall G., Karlsson D., Cedervall J., Fritze S., Ek G., Berastegui P., Sahlberg M., Jansson U. Thermal stability of the  $\text{HfNbTiVZr}$  high-entropy alloy. *Inorganic Chemistry*. 2019;58(1):811–820.  
<https://doi.org/10.1021/acs.inorgchem.8b02957>
4. Батаева З.Б., Руктуев А.А., Иванов И.В., Юргин А.Б., Батаев И.А. Обзор исследований сплавов, разработанных на основе энтропийного подхода. *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2021;23(2):116–146.  
<https://doi.org/10.17212/1994-6309-2021-23.2-116-146>  
Bataeva Z.B., Ruktuev A.A., Ivanov I.V., Yurgin A.B., Bataev I.A. Review of alloys developed using the entropy approach. *Obrabotka metallov (Metal Working and Material Science)*. 2021;23(2):116–146. (In Russ.).  
<https://doi.org/10.17212/1994-6309-2021-23.2-116-146>
5. Gromov V.E., Konovalov S.V., Ivanov Yu.F., Osintsev K.A. Structure and Properties of High-Entropy Alloys. Berlin: Springer; 2021;107:110. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-78364-8>
6. Иванов И.В., Юргин А.Б., Насенник И.Е., Купер К.Э. Оценка остаточных напряжений в кристаллических фазах высокоэнтропийных сплавов системы  $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ . *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2022;24(4):181–191.  
<http://dx.doi.org/10.17212/1994-6309-2022-24.4-181-191>  
Ivanov I.V., Yurgin A.B., Nasennik I.E. Kuper K.E. Residual stress estimation in crystalline phases of high-entropy alloys of the  $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$  system. *Obrabotka metallov (Metal Working and Material Science)*. 2022;23(2):116–146. (In Russ.).  
<http://dx.doi.org/10.17212/1994-6309-2022-24.4-181-191>
7. 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;589:143–152.  
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.11.084>
8. Osintsev K., Konovalov S., Gromov V., Panchenko I., Chen X. Phase composition prediction of Al-Co-Cr-Fe-Ni high entropy alloy system based on thermodynamic and electronic properties calculations. *Materials Today: Proceedings*. 2021;46-2:961–965.  
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.01.079>
9. Osintsev K., Gromov V., Ivanov Y., Konovalov S., Panchenko I., Vorobyev S. Evolution of structure in  $\text{AlCoCrFeNi}$  high-entropy alloy irradiated by a pulsed electron beam. *Metals*. 2021;11(8):1228. <https://doi.org/10.3390/met11081228>
10. Osintsev K.A., Konovalov S.V., Glezer A.M., Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Panchenko I.A., Sundeev R.V. Research on the structure of  $\text{Al}_{2.1}\text{Co}_{0.3}\text{Cr}_{0.5}\text{FeNi}_{2.1}$  high-entropy alloy at submicro- and nano-scale levels. *Materials Letters*. 2021;294:129717.  
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129717>
11. Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Konovalov S.V., Osintsev K.A. Effect of electron beam treatment on the structure and properties of  $\text{AlCoCrFeNi}$  high-entropy alloy. *CIS Iron and Steel Review*. 2021;22:72–76.  
<https://doi.org/10.17580/cisirs.2021.02.13>
12. Gao M.C., Yeh J.-W., Liaw P.K., Zhang Y. High-Entropy Alloys. Cham: Springer International Publishing; 2016;1:516.  
<https://doi.org/10.1007/978-3-319-27013-5>
13. Annasamy M., Haghdadi N., Taylor A., Hodgson P., Fabijanic D. Dynamic recrystallization behaviour of  $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$  high entropy alloys during high-temperature plane strain compression. *Materials Science and Engineering: A*. 2019;745:90–106. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.12.102>
14. Joseph J., Haghdadi N., Shamlaye K., Hodgson P., Barnett M., Fabijanic D. The sliding wear behaviour of  $\text{CoCrFeMnNi}$  and  $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$  high entropy alloys at elevated temperatures. *Wear*. 2019;428-429:32–44.  
<https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.03.002>
15. Gwalani B., Soni V., Choudhuri D., Lee M., Hwang J.Y., Nam S.J., Ryu H., Hong S.H., Banerjee R. Stability of ordered  $\text{L}_{12}$  and  $\text{B}_2$  precipitates in face centered cubic based high entropy alloys- $\text{Al}_{0.3}\text{CoFeCrNi}$  and  $\text{Al}_{0.3}\text{CuFeCrNi}_2$ . *Scripta Materialia*. 2016;123:130–134.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.06.019>
16. Tang Q.H., Huang Y., Huang Y.Y., Liao X.Z., Langdon T.G., Dai P.Q. Hardening of an  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  high entropy alloy via high-pressure torsion and thermal annealing. *Materials Letters*. 2015;151:126–129.  
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2015.03.066>
17. Иванов И.В., Эмурлаев К.И., Купер К.Э., Сафарова Д.Э., Батаев И.А. Структурные преобразования при отжиге холоднодеформированного высокоэнтропийного сплава  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ . *Известия вузов. Черная Металлургия*. 2022;65(8):539–547.  
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-8-539-547>  
Ivanov I.V., Emurlaev K.I., Kuper K.E., Safarova D.E., Bataev I.A. Structural transformations during annealing of cold-worked high-entropy alloy  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ . *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2022;65(8):539–547. (In Russ.).  
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-8-539-547>
18. Asadikiya M., Yang S., Zhang Y., Lemay C., Apelian D., Zhong Y. A review of the design of high-entropy aluminum alloys: a pathway for novel Al alloys. *Journal of Materials Science*. 2021;56(21):12093–12110.  
<https://doi.org/10.1007/s10853-021-06042-6>
19. Ashiotis G., Deschildre A., Nawaz Z., Wright J.P., Karkoulis D., Piccaci F.E., Kieffer J. The fast azimuthal integration Python library: pyFAI. *Journal of Applied Crystallography*. 2015;48-2:510–519.  
<https://doi.org/10.1107/S1600576715004306>
20. Ungár T., Borbély A. The effect of dislocation contrast on X-ray line broadening: A new approach to line profile analysis. *Applied Physics Letters*. 1996;69(21):3173–3175.  
<https://doi.org/10.1063/1.117951>
21. Ungár T., Tichy G. The effect of dislocation contrast on X-ray line profiles in untextured polycrystals. *Physica Status Solidi (a)*. 1999;171(2):425–434.  
[https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1521-396X\(199902\)171:2<425::AID-PSSA425>3.0.CO;2-W](https://doi.org/10.1002/(SICI)1521-396X(199902)171:2<425::AID-PSSA425>3.0.CO;2-W)
22. Ungár T., Dragomir I., Révész Á., Borbély A. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice. *Journal of Applied Crystallography*. 1999;32(5):992–1002.  
<https://doi.org/10.1107/S0021889899009334>
23. Dong W., Zhou Z., Zhang L., Zhang M., Liaw P.K., Li G., Liu R. Effects of Y, GdCu, and Al addition on the thermoelectric behavior of  $\text{CoCrFeNi}$  high entropy alloys. *Metals*. 2018;8(10):781. <https://doi.org/10.3390/met8100781>
24. Dasari S., Sarkar A., Sharma A., Gwalani B., Choudhuri D., Soni V., Manda S., Samajdar I., Banerjee R. Recovery of cold-worked  $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$  complex concentrated alloy through twinning assisted  $\text{B}_2$  precipitation. *Acta Materialia*.

2021;202:448–462.

<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.10.071>

25. Khosravi J., Givi M.K.B., Barmouz M., Rahi A. Microstructural, mechanical, and thermophysical characterization of Cu/WC composite layers fabricated via friction stir processing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2014;74:1087–1096. <https://doi.org/10.1007/s00170-014-6050-x>

26. Boso D.P., Lefik M., Schrefler B.A. Thermal and bending strain on  $rmNb_3rmSn$  strands. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. 2006;16(2):1823–1827. <https://doi.org/10.1109/TASC.2005.864255>
27. Panigrahi B.B., Dabhade V.V., Godkhindi M.M. Thermal expansion behaviour of nanocrystalline titanium powder compacts. *Materials Letters*. 2005;59(19-20):2539–2541. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.03.041>

## Сведения об авторах

**Иван Владимирович Иванов**, к.т.н., 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

**Сергей Александрович Аккузин**, младший научный сотрудник лаборатории материаловедения сплавов с памятью формы, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН

ORCID: 0000-0002-2078-4194

E-mail: s.akkuzin@ispms.ru

**Дарья Эйнуллаевна Сафарова**, магистрант кафедры материаловедения в машиностроении, Новосибирский государственный технический университет

ORCID: 0000-0002-2811-8292

E-mail: safarova10ab@mail.ru

**Игорь Юрьевич Литовченко**, д.ф.-м.н., доцент, заведующий лабораторией материаловедения сплавов с памятью формы, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН

ORCID: 0000-0002-5892-3719

E-mail: litovchenko@ispms.ru

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

ORCID: 0000-0003-2871-0269

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

## Information about the Authors

**Ivan V. Ivanov**, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate 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

**Sergei A. Akkuzin**, Junior Researcher of the Laboratory of Materials Science of Shape Memory Alloys, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-2078-4194

E-mail: s.akkuzin@ispms.ru

**Dar'ya E. Safarova**, MA Student of the Chair "Materials Science in Mechanical Engineering", Novosibirsk State Technical University

ORCID: 0000-0002-2811-8292

E-mail: safarova10ab@mail.ru

**Igor' Y. Litovchenko**, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Assist. Prof., Head of the Laboratory of Materials Science of Shape Memory Alloys, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-5892-3719

E-mail: litovchenko@ispms.ru

**Ivan A. Bataev**, Dr. Sci. (Eng.), Assist. Prof., 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

**И. В. Иванов** – разработка концепции научного исследования, обработка и анализ полученных результатов, написание текста статьи.

**С. А. Аккузин** – пробоподготовка образцов для проведения исследований методом просвечивающей электронной микроскопии, анализ структуры материалов методом просвечивающей электронной микроскопии.

**И. Ю. Литовченко** – анализ структуры материалов методом просвечивающей электронной микроскопии, описание полученных результатов.

**Д. Э. Сафарова** – выплавка образцов, проведение экспериментов по пластической деформации.

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

## Contribution of the Authors

**I. V. Ivanov** – development of the concept of scientific research, processing and analysis of results, writing the text.

**S. A. Akkuzin** – samples preparation for research by transmission electron microscopy, analysis of the materials structure by transmission electron microscopy.

**I. Yu. Litovchenko** – analysis of the materials structure by transmission electron microscopy, description of results.

**D. E. Safarova** – smelting of samples, conducting experiments on plastic deformation.

**I. A. Bataev** – scientific guidance, development of the concept of scientific research, writing the text.

Поступила в редакцию 16.02.2023  
После доработки 16.05.2023  
Принята к публикации 11.09.2023

Received 16.02.2023  
Revised 16.05.2023  
Accepted 11.09.2023