



Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)

Сайт журнала: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Сравнение подходов, основанных на методе Вильямсона–Холла, для анализа структуры высокоэнтропийного сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$ после холодной пластической деформации

Иван Иванов ^{1, a, *}, Дарья Сафарова ^{1, b}, Зинаида Батаева ^{2, c}, Иван Батаев ^{1, d}

¹ Новосибирский государственный технический университет, пр. К. Маркса, 20, г. Новосибирск, 630073, Россия

² Сибирский государственный университет водного транспорта, ул. Щетинкина, 33, г. Новосибирск, 630099, Россия

^a <https://orcid.org/0000-0001-5021-0098>, i.ivanov@corp.nstu.ru, ^b <https://orcid.org/0000-0002-2811-8292>, safarova10ab@mail.ru,

^c <https://orcid.org/0000-0001-5027-6193>, bataevazb@ngs.ru, ^d <https://orcid.org/0000-0003-2871-0269>, i.bataev@corp.nstu.ru

ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

УДК 538.911

История статьи:

Поступила: 13 июня 2022
 Рецензирование: 29 июня 2022
 Принята к печати: 05 июля 2022
 Доступно онлайн: 15 сентября 2022

Ключевые слова:

Высокоэнтропийные сплавы
 $Al_{0.3}CoCrFeNi$
 Пластическая деформация
 Холодная прокатка
 Дифракция синхротронного рентгеновского излучения
 Методы профильного анализа
 Дефекты кристаллического строения
 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». Исследования выполнены на оборудовании ЦКП «Структура, механические и физические свойства материалов».

АННОТАЦИЯ

Введение. Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) являются новым и перспективным классом материалов, которые привлекают внимание как ученых, так и инженеров всего мира. Среди всех сплавов системы $Al_xCoCrFeNi$ отдельное внимание привлекают ВЭС с $x \leq 0,3$. Для материалов с данным составом характерно наличие только одной фазы с гранецентрированной кубической решеткой (ГЦК). Такие сплавы обладают высокой пластичностью (для них является возможным достижение высоких степеней деформации без видимых следов разрушения), отличной коррозионной стойкостью и фазовой стабильностью при высоких температурах. **Целью данной работы** являлось сравнение нескольких методов профильного анализа на примере пластически деформированных слитков высокоэнтропийного сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$. **Методы исследования.** С использованием нескольких методов профильного анализа рентгенограмм исследовались структуры холоднотемпературно деформированного высокоэнтропийного сплава (ВЭС) $Al_{0.3}CoCrFeNi$. Помимо классического метода Вильямсона–Холла анализ проводился с использованием модифицированного метода Вильямсона–Холла, а также методом, учитывающим анизотропию упругих свойств кристаллической решетки. **Материал исследования.** В качестве объекта исследования в работе использовались слитки высокоэнтропийного сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$, деформированные методом холодной прокатки с максимальной степенью обжатия 80 %. Из полученных заготовок вырезались образцы, которые исследовались методом дифракции синхротронного излучения по схеме «на просвет» вдоль двух (продольного (RD) и поперечного (TD)) направлений проката. **Результаты и обсуждение.** Показано, что реализация классического метода Вильямсона–Холла приводит к появлению существенной ошибки при аппроксимации экспериментальных результатов. Модифицированный метод Вильямсона–Холла отличается наименьшей ошибкой аппроксимации и может быть рекомендован для исследования сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$. Анализ деформированных образцов с применением этого метода позволил выявить несколько особенностей формирования дефектов кристаллического строения, которые хорошо согласуются с классическими представлениями о механизмах пластической деформации. Во-первых, рост степени деформации высокоэнтропийного сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$ приводит к практически равномерному повышению количества двойников и дефектов упаковки. Во-вторых, с ростом степени обжатия происходит снижение доли краевых и повышение доли винтовых дислокаций в материале. Полученные результаты хорошо коррелируют с результатами измерения микротвердости.

Для цитирования: Сравнение подходов, основанных на методе Вильямсона–Холла, для анализа структуры высокоэнтропийного сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$ после холодной пластической деформации / И.В. Иванов, Д.Э. Сафарова, З.Б. Батаева, И.А. Батаев // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2022. – Т. 24, № 3. – С. 90–102. – DOI: 10.17212/1994-6309-2022-24.3-90-102.

*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

Введение

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) являются новым и перспективным классом материалов, которые привлекают внимание как ученых, так и инженеров всего мира. В частности, это связано с рядом высоких эксплуатационных свойств, характерных для ВЭС [1, 2]. Наиболее распространенными и изученными являются сплавы, основанные на сочетании кобальта, хрома, железа, никеля и дополнительного элемента, в качестве которого могут выступать различные металлы. В частности, множество научных работ посвящено таким сплавам, как CoCrFeMnNi (сплав Кантора), и сплавам системы $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ [3, 4, 5].

Среди всех сплавов системы $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ отдельное внимание привлекают ВЭС с $x \leq 0,3$. Для материалов с данным составом характерно наличие только одной фазы с гранцентрированной кубической решеткой (ГЦК). Такие сплавы обладают высокой пластичностью (для них является возможным достижение высоких степеней деформации без видимых следов разрушения), отличной коррозионной стойкостью и фазовой стабильностью при высоких температурах. В то же время данные материалы обладают невысокой твердостью и характеризуются низкими значениями предела текучести. Прочностные свойства этих сплавов могут быть существенно повышены путем их пластической деформации и термической обработки. Согласно ряду литературных источников термомеханическая обработка сплава $\text{Al}_{0,3}\text{CoCrFeNi}$ приводит к его упрочнению и повышению твердости при сохранении достаточного уровня пластичности [6–8].

Одним из эффективных методов исследования структуры пластически деформированных сплавов является профильный анализ рентгенограмм, полученных методом дифракции рентгеновского излучения. Использование данного подхода позволяет оценить особенности дефектов кристаллического строения сплавов. Наиболее распространенным методом профильного анализа для металлов является классический метод Вильямсона–Холла. Использование этого метода позволяет оценить искажения кристаллической решетки и размеры областей когерентного рассеяния (ОКР). Однако известно, что метод Вильямсона–Холла характеризуется высокой ошибкой аппроксимации данных при анализе

материалов, которым свойственна высокая анизотропия упругих свойств. Поэтому при анализе подобных сплавов методами профильного анализа вводятся специальные поправки, учитывающие зависимость упругих свойств от направления в кристаллической решетке. Несмотря на то что данные методы широко используются при анализе металлов и сплавов, на данный момент не существует работ, в которых проведен исчерпывающий сравнительный анализ методов профильного анализа для исследования структуры высокоэнтропийных сплавов.

В рамках настоящей работы проведено сравнение нескольких методов профильного анализа на примере пластически деформированных слитков высокоэнтропийного сплава $\text{Al}_{0,3}\text{CoCrFeNi}$. С использованием различных методов были оценены дефекты кристаллического строения и показана их связь с микротвердостью деформированного сплава.

Получение образцов. Методы исследования структуры и свойств материалов

В данной работе объектами исследований являлись слитки высокоэнтропийного сплава $\text{Al}_{0,3}\text{CoCrFeNi}$. Слитки были получены из технически чистых металлов методом аргонодуговой плавки в медном водоохлаждаемом тигле. С целью 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 *EVO50 XVP (Carl Zeiss)* и детектора для энергодисперсионного микрорентгеноспектрального анализа *X-Act (Oxford Instruments)*. Согласно полученным данным отклонение фактического состава от планируемого не превышало 0,6 ат. %.

Хорошо известно, что для структуры материалов, полученных методами плавки и литья, характерно наличие дендритов большого размера, а также ярко выраженной неоднородности химического состава (т. е. дендритной ликвации). С целью получения более однородного состава и мелкозернистой структуры была проведена термомеханическая обработка слитков, которая

заклучалась в их пластической деформации методом холодной прокатки со степенью обжатия 20 % и длительном низкотемпературном отжиге (400 °С в течение 24 часов). Более высокие температуры отжига не использовались по той причине, что для некоторых высокоэнтропийных сплавов системы $Al_xCoCrFeNi$ характерно наличие фазовых переходов с образованием упорядоченных $B2$ и $L1_2$ фаз (пространственная группа симметрии $Pm\bar{3}m$) при температурах, превышающих 400 °С [6, 9]. Результаты рентгеноструктурного анализа свидетельствуют о том, что такая термомеханическая обработка способствовала релаксации структуры и не привела к образованию новых фаз (рис. 1).

После термомеханической обработки слитки высокоэнтропийного сплава подвергались пластической деформации по схеме холодной прокатки со степенями обжатия 20; 40; 60 и 80 %. Степень обжатия заготовок за один проход составляла ~ 2 %.

Из полученных описанным методом материалов вырезались образцы для проведения рентгеноструктурных и дюрOMETрических исследований. В рамках настоящей работы исследовались структура и свойства материалов вдоль продольного RD (англ. *rolling direction*) и поперечного TD (англ. *transverse direction*) направлений проката.

Рентгеноструктурный анализ объектов проводился методом дифракции синхротронного излучения по схеме «на просвет» на линии $P07$ (*The High Energy Materials Science*) источника *Petra III Deutsches Elektronen-Synchrotron DESY* (г. Гамбург, Германия). Длина волны используемого излучения составляла 0,14235 нм, что соответствует энергии 87,1 кэВ. Для записи дифракционных картин использовался 2D-сцинтилляционный детектор *PerkinElmer XRD 1621* с разрешением 2048×2048 пикселей и площадью экрана $409,6 \times 409,6$ мм. Расстояние от исследуемого объекта до детектора составляло 1,05 м.

Полученные дифракционные картины приводились к одномерному виду путем азимутального интегрирования с использованием библиотеки *pyFAI* [10]. Примеры полученных двумерных и одномерных дифракционных картин представлены на рис. 1.

Для проведения профильного анализа одномерные дифрактограммы описывались функцией вида

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

в которой первая сумма определяет вклад в интенсивность десяти дифракционных максимумов, а вторая сумма – это полином 7-го порядка, описывающий фон. В свою очередь, профиль каждого из дифракционных максимумов описывался функцией псевдоВойта, которая в общем виде записывается как

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

где I_0 – значение максимальной интенсивности дифракционного максимума; η – вклад функции Лоренца; $L(2\theta)$ и $G(2\theta)$ – функции Лоренца и Гаусса соответственно, которые, в свою очередь, имеют вид

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

и

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

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

Учет инструментального вклада осуществлялся при последующих расчетах с использованием функции Каглиоти, параметры которой были определены путем анализа дифрактограммы образца ВЭС после отжига.

Для проведения рентгеноструктурного анализа в первую очередь использовалась классическая модель Вильямсона–Холла, в соответствии с которой уширение пиков зависит от параметров микроструктуры образца следующим образом:

$$\Delta K = \frac{0,9}{D} + 2\varepsilon K, \quad (5)$$

где $K = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$ – координата обратного пространства; $\Delta K = \frac{\cos \theta \cdot 2\Delta\theta}{\lambda}$; ε – относительное искажение кристаллической решетки; λ – длина волны; D – средний «видимый» размер областей когерентного рассеяния.

Как отмечалось во введении, анизотропия упругих свойств материалов обуславливает высокую ошибку при аппроксимации данных профильного анализа классическими методами профильного анализа. Поэтому в рамках настоящей работы кроме классической модели Вильямсона–Холла использовались несколько других моделей.

В ряде случаев снизить ошибку аппроксимации позволяет введение поправки, которая основывается на предположении, что искажения кристаллической решетки в каком-либо из направлений зависят от модуля упругости кристалла вдоль данного направления [11]. Эта модель имеет вид

$$\Delta K = \frac{0,9}{D} + \frac{\sigma}{E_{hkl}} K, \quad (6)$$

где σ – изотропное упругое напряжение; E_{hkl} – модуль упругости вдоль нормали к плоскости (hkl) .

Кроме того, полученные данные анализировались с использованием модели, основанной на предположении о дислокационной природе искажений кристаллической решетки. Данный подход называется модифицированным методом Вильямсона–Холла [12]. В случае кубических поликристаллических материалов уравнение, лежащее в основе данной модели, имеет следующий вид:

$$\frac{\Delta K^2 - [\alpha + \beta W(g) / a]}{K^2} \cong \overline{AC_{h00}} [1 - qH^2], \quad (7)$$

где $\alpha = (0,9 / D)^2$; β – параметр, отражающий вероятность обнаружения дефектов упаковки и двойников; $W(g)$ – коэффициенты, зависящие от кристаллографических индексов направления $[hkl]$ [13, 14]; a – параметр решетки; A – параметр, зависящий от средней плотности дислокаций, средней длины вектора Бюргерса и взаимного расположения дислокаций; $\overline{C_{h00}}$ – средний дислокационный контрастный фактор в направлении $[h00]$; q – параметр, зависящий от упругих свойств материала;

$$H^2 = (h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2) / (h^2 + k^2 + l^2)^2.$$

Согласно ряду литературных источников модифицированный метод Вильямсона–Холла отличается наиболее низкой ошибкой аппроксимации [11, 15]. Более подробное описание реализации этого метода описано в работах [11, 15, 16].

Микротвердость образцов оценивали с использованием метода Виккерса на полуавтоматическом твердомере *Wolpert Group 402MVD*. Нагрузка на четырехгранный алмазный индентор составляла 0,98 Н, время выдержки под нагрузкой было равно 10 с.

Результаты исследований

Считается, что многоэлементный состав высокоэнтропийных сплавов приводит к существенным искажениям их кристаллической решетки даже до проведения пластической деформации. Данная особенность обуславливает дополнительное уширение дифракционных максимумов недеформированных образцов. Кроме того, в уширение дифракционных максимумов вносит заметный вклад сам инструмент, используемый для проведения дифракционных исследований. Для того чтобы учесть вклад обоих факторов и анализировать только эффекты, обусловленные изменением структуры образцов, в качестве эталона был использован недеформированный образец ВЭС того же состава, обладающий гомогенной структурой. Для этого была проведена предварительная термомеханическая обработка ВЭС, заключающаяся в пластической деформации и последующем длительном низкотемпературном отжиге. Согласно результатам исследований (рис. 1, а, б) структура сплава

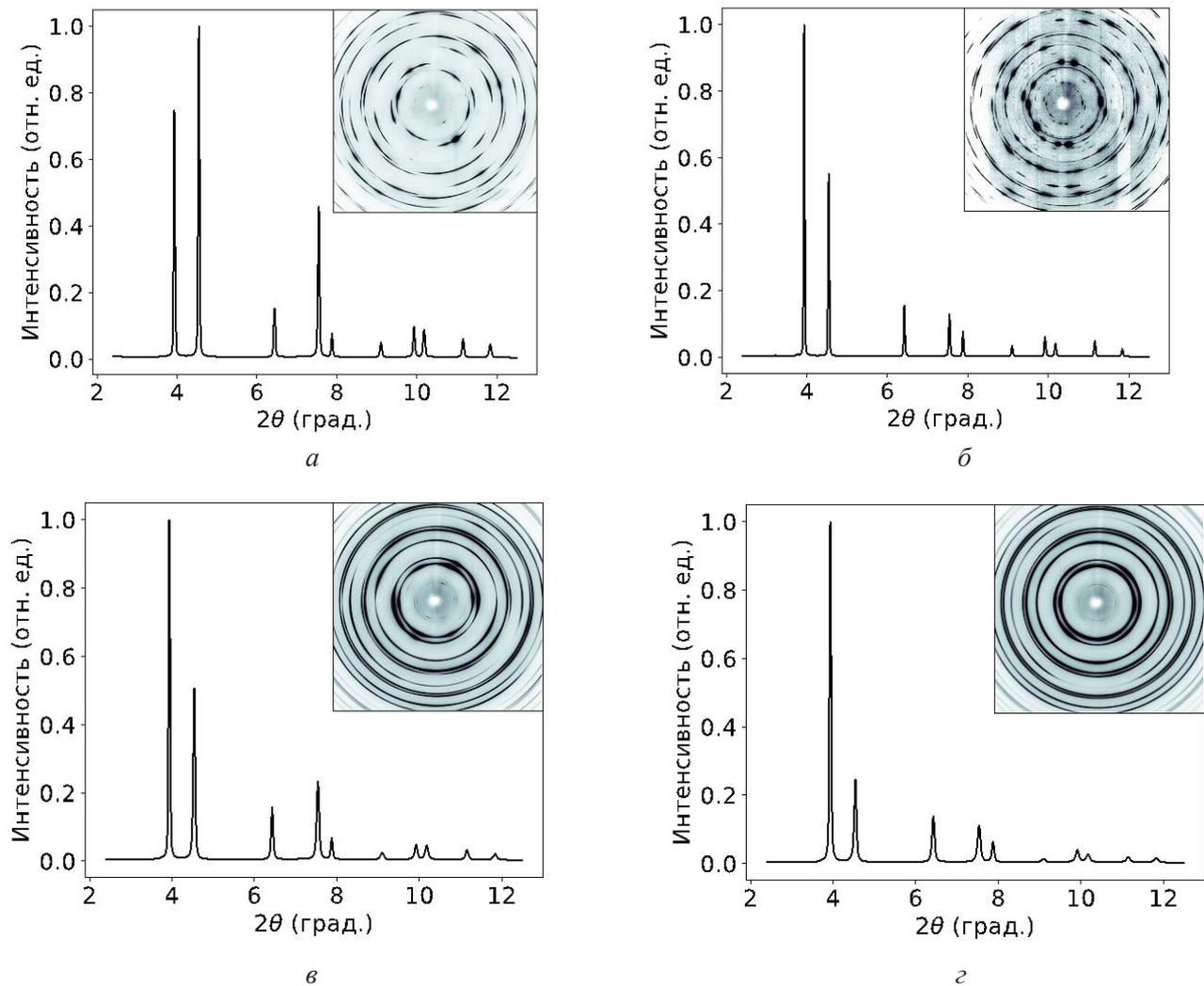


Рис. 1. Дифрактограммы сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$ после литья и пластической деформации (а); низкотемпературного отжига (б); холодной прокатки со степенями обжатия 40 % (в) и 80 % (г)

Fig. 1. X-ray diffraction patterns of the $Al_{0.3}CoCrFeNi$ high-entropy alloy in pre-deformed state (a); after annealing at 400 °C (b); after cold rolling with 40 % (c) and 80 % (d) reduction

после деформации и низкотемпературного отжига характеризуется более равномерной пространственной ориентацией кристаллитов (о чем свидетельствует наличие полных дифракционных колец) и низким уровнем микронапряжений (о чем говорит малая ширина дифракционных максимумов). Последующая пластическая деформация методом холодной прокатки (рис. 1, в, г) приводит к существенному уширению дифракционных максимумов, что свидетельствует о повышении количества дефектов кристаллического строения.

Проведение профильного анализа дифрактограмм пластически деформированных сплавов позволяет оценить степень дефектности кристаллической структуры исходя из параметров дифракционных максимумов. Так, оценка изме-

нения ширины дифракционных максимумов с использованием классического метода Вильямсона–Холла (см. уравнение (5)) позволяет определить относительные искажения кристаллической решетки и размер ОКР. Однако известно, что данный метод является наименее точным, что выражается наличием существенной ошибки при аппроксимации экспериментальных результатов. Поэтому при анализе данных рентгеновской дифракции методами профильного анализа часто вносятся корректировки, позволяющие учесть анизотропию свойств кристалла. Наиболее простым способом учета анизотропии служит введение в расчет модуля упругости для кристаллографических направлений, которые являются нормальными к плоскостям (hkl) анализируемых дифракционных рефлексов (см. урав-

нение (6)). В таблице представлены значения модулей упругости сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$ для анализируемых в работе дифракционных максимумов.

Другим менее распространенным, но во многих случаях более эффективным способом повышения точности аппроксимации является применение модели, основанной на дислокационной теории упругих искажений кристаллической решетки. Такой тип моделей в литературе называют модифицированными. Они были подробно описаны в работах Унгара с соавторами [17, 18]. В частности, к таким моделям относится используемая в настоящей работе модифицированная модель Вильямсона–Холла (см. уравнение (7)). Известно, что напряжения кристаллической решетки обусловлены присутствием в ней структурных дефектов различного рода. Наиболее распространенными дефектами кристаллического строения являются точечные дефекты, дислокации, дефекты упаковки, двойники, а так-

же границы зерен и субзерен [19]. Помимо снижения ошибки аппроксимации использование модифицированного метода Вильямсона–Холла позволяет получить дополнительную информацию об особенностях дефектной структуры кристаллической решетки. Так, в случае анализа поликристаллических материалов с кубической кристаллической решеткой появляется возможность определить такие параметры микроструктуры, как распределение дислокаций по типу (винтовые/краевые), а также вероятность обнаружения дефектов упаковки и двойников. Экспериментальные данные и графики, полученные с использованием различных моделей, представлены на рис. 2, 3 и 4.

Из представленных графиков можно сделать заключение, что введение корректировок позволяет снизить разброс значений и приблизить тенденцию к линейной, что подтверждается анализом значений коэффициента детерминации (R^2).

Значения модулей упругости сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$ для ряда кристаллографических направлений
Young's modulus of $Al_{0.3}CoCrFeNi$ alloy in different directions

Направление	[111]	[200]	[220]	[311]	[222]	[400]	[331]	[420]	[422]	[333]
E_{hkl} , ГПа	432	178	318	246	432	178	345	248	318	432

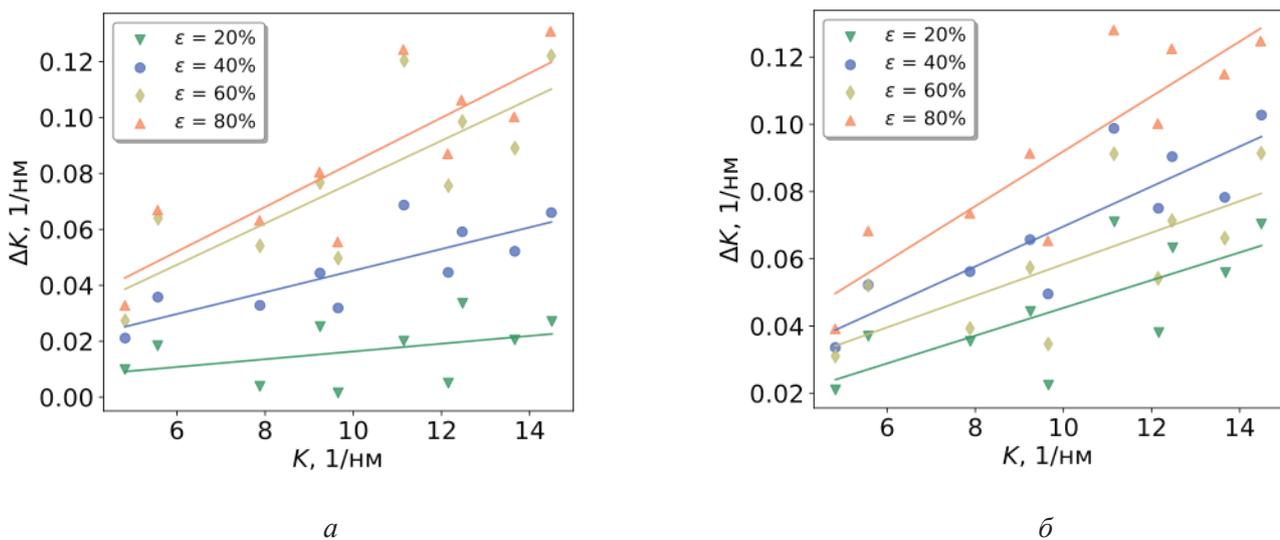


Рис. 2. Экспериментальные данные, аппроксимированные с использованием метода Вильямсона–Холла для сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$, деформированного методом холодной прокатки; исследование в направлении RD (a) и TD (б)

Fig. 2. Williamson-Hall plots for $Al_{0.3}CoCrFeNi$ alloy after cold rolling for (a) RD and (б) TD directions

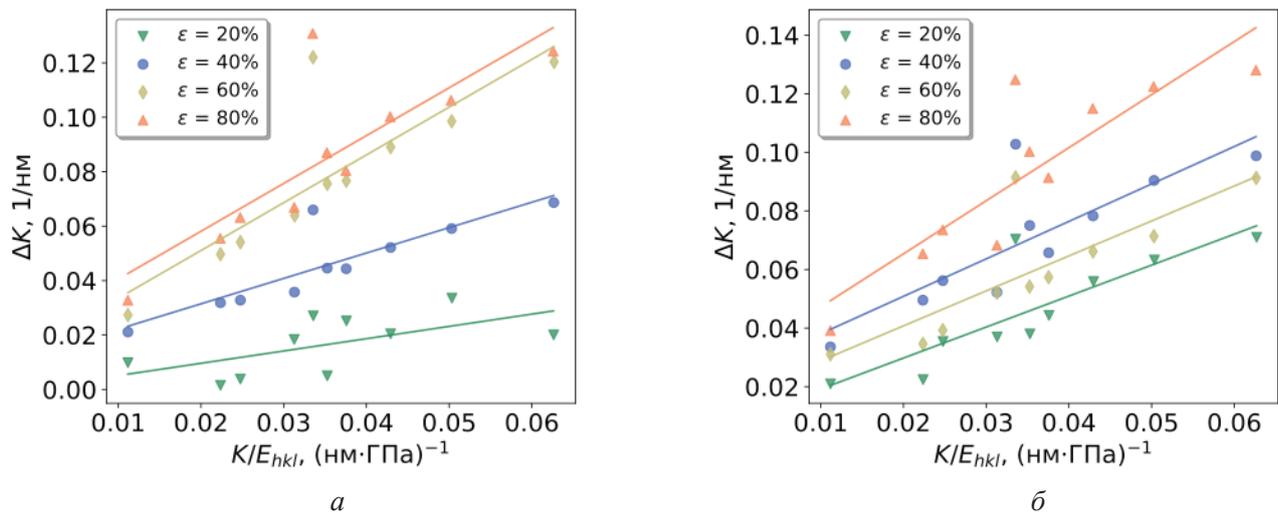


Рис. 3. Экспериментальные данные, аппроксимированные с использованием метода Вильямсона–Холла с поправкой на модуль упругости для сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$, деформированного методом холодной прокатки; исследование в направлении RD (а) и TD (б)

Fig. 3. Williamson-Hall corrected by elastic modulus plots for $Al_{0.3}CoCrFeNi$ alloy after cold rolling for (a) RD and (б) TD directions

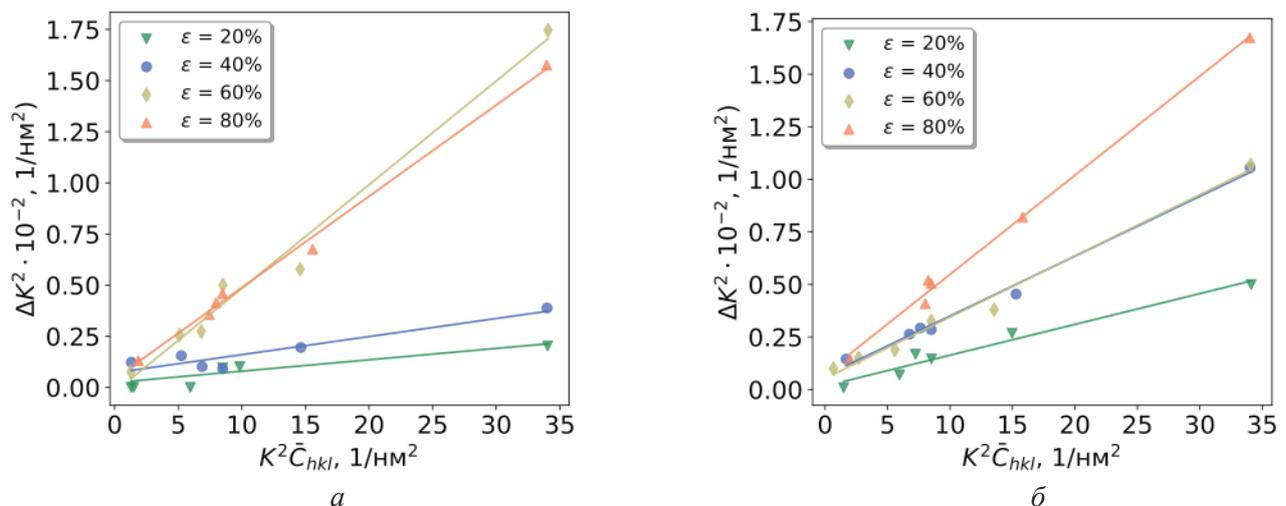


Рис. 4. Экспериментальные данные, аппроксимированные с использованием модифицированного метода Вильямсона–Холла для сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$, деформированного методом холодной прокатки; исследование в направлении RD (а) и TD (б)

Fig. 4. Modified Williamson-Hall plots for $Al_{0.3}CoCrFeNi$ alloy after cold rolling for (a) RD and (б) TD directions

Согласно полученным результатам (рис. 5) значения коэффициента R^2 в случае применения классического метода Вильямсона–Холла в некоторых случаях составляют лишь 0,5 или менее, что говорит о том, что только половина дисперсии величины ΔK учитывается данной моделью. Введение корректировок существенно снижает ошибку аппроксимации. Наилучший

результат характерен для модифицированного метода Вильямсона–Холла.

Ряд параметров модифицированной модели Вильямсона–Холла позволяет оценить особенности дефектов кристаллического строения исследуемых объектов. Так, динамика параметра q (см. уравнение (7)) позволяет сделать выводы об изменении относительной доли крае-

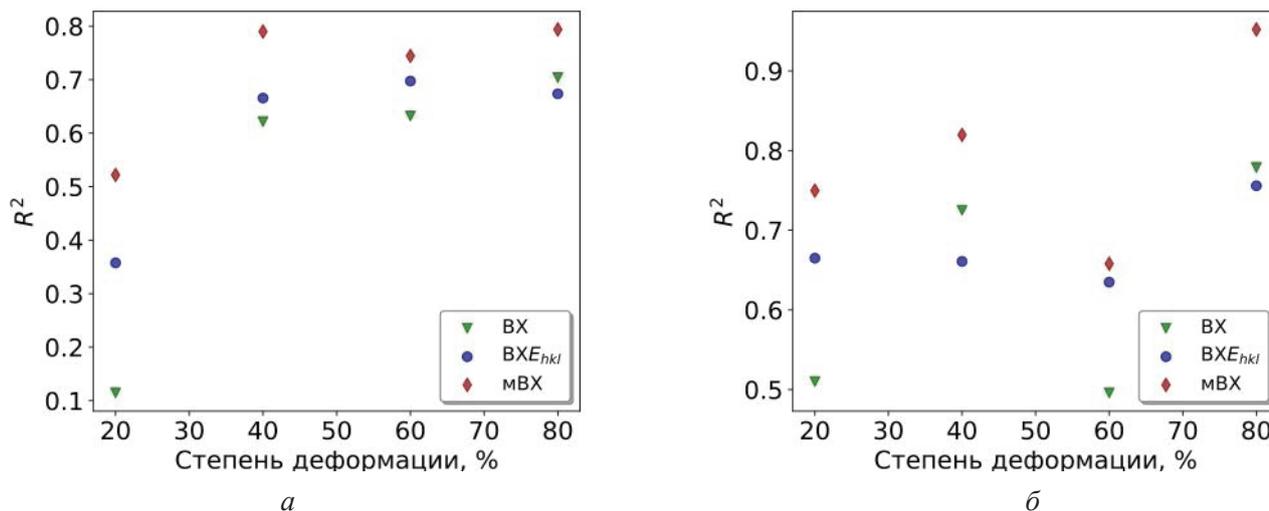


Рис. 5. Значения коэффициента детерминации для использованных в работе методов профильного анализа: классического метода Вильямсона–Холла (ВХ); классического метода с поправкой на модуль упругости (ВХЕ_{hkl}); модифицированного метода Вильямсона–Холла (mBX); представлены результаты для направлений RD (а) и TD (б)

Fig. 5. The coefficient of determination for various peak profile analysis methods used in this study: the classical Williamson-Hall (WH) method; classical method corrected for the modulus of elasticity (WHE_{hkl}); modified Williamson-Hall (mWH) method. The results for RD (a) and TD (b) directions are presented

вых/винтовых дислокаций, а значения параметра β (уравнение (7)) напрямую связаны с формированием в материале дефектов упаковки и двойников. На рост числа двойников и дефектов упаковки указывает повышение значений параметра β . Вместе с этим снижение значений параметра q свидетельствует о понижении относительной доли краевых дислокаций.

На рис. 6 представлены результаты анализа плотности дислокаций и параметра β в зависимости от степени пластической деформации, а также их взаимосвязь с измеренными значениями микротвердости. Видно, что пластическая деформация приводит к существенному росту числа двойников и дефектов упаковки. Значения параметра β возрастают более чем на порядок при росте степени обжатия до 60 %. Дальнейшее повышение степени деформации приведет к небольшому снижению числа дефектов данного типа. Эффект роста числа двойников и дефектов упаковки в процессе холодной пластической деформации является известным и хорошо изучен для многих высокоэнтропийных сплавов с гранцентрированной кубической решеткой [20, 21, 22], а последний этап – этап снижения – по всей видимости связан с насыщением структуры де-

фектами данного типа и изменениями, происходящими в дислокационной структуре материала. Так, видно, что на этапе повышения степени деформации до 60 % для материала характерно в основном присутствие винтовых дислокаций, а дальнейшее повышение степени деформации приводит к снижению доли дефектов данного типа. Эффект доминирования винтовых дислокаций при относительно низких степенях деформации был продемонстрирован в работе Schafner с соавторами на примере технической меди, подвергнутой деформации по схеме равноканального углового прессования [23]. Согласно полученным результатам рост степени деформации приводит к постепенному снижению доли винтовых и повышению доли краевых дислокаций. Подобный эффект также наблюдался и при исследовании дислокационной структуры алюминиевого сплава Al-5,9Mg-0,3Sc-0,18Zr, обладающего ГЦК-кристаллической решеткой [24]. Данный сплав был продеформирован по схеме кручения под высоким давлением, и повышение числа оборотов с 0,5 до 5 привело к снижению доли винтовых дислокаций в системе с 30 до 8 %.

Полученные результаты исследований микроструктуры хорошо коррелируют со значе-

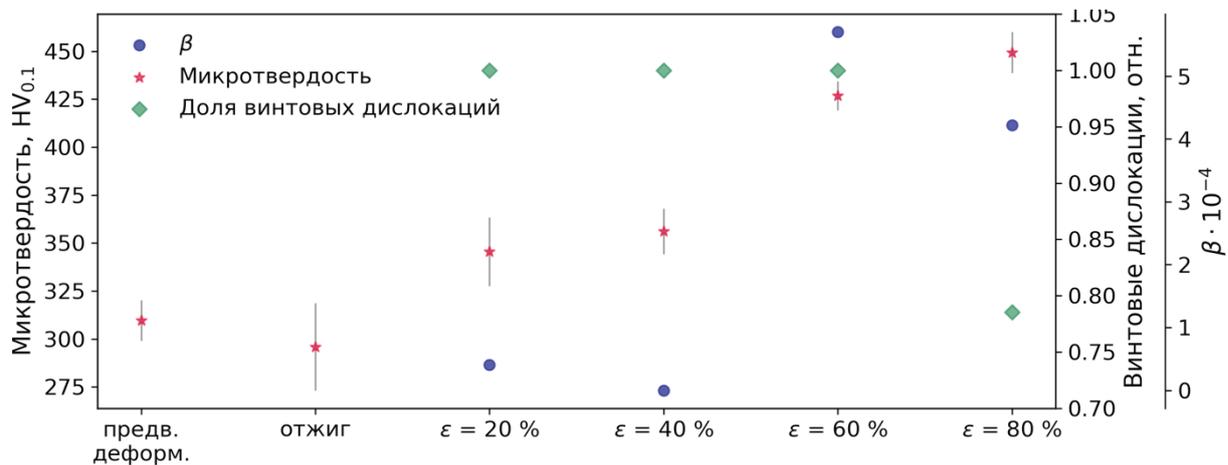


Рис. 6. Относительная доля краевых дислокаций, параметр β, микротвердость сплава Al_{0,3}CoCrFeNi в зависимости от степени обжатия при прокатке

Fig. 6. Relative fraction of edge dislocations, parameter β and microhardness of the Al_{0,3}CoCrFeNi alloy during cold rolling

ниями микротвердости. Из рис. 6 следует, что рост степени деформации приводит существенному повышению данного параметра. Можно отметить, что сплав Al_{0,3}CoCrFeNi обладает высокой способностью к деформационному упрочнению.

Выводы

1. На примере высокоэнтропийного сплава Al_{0,3}CoCrFeNi были показаны возможности методов профильного анализа для оценки дефектов кристаллической структуры. Ввиду наличия внутренних напряжений, связанных с природой ВЭС, учет инструментального вклада целесообразно проводить с использованием предварительно подготовленного отожжённого сплава того же состава, что и исследуемые образцы.

2. Анизотропия упругих свойств, характерная для сплава Al_{0,3}CoCrFeNi, приводит к появлению ошибки при аппроксимации результатов с использованием классического метода Вильямсона–Холла. Введение дополнительных поправок является эффективным способом снижения ошибки линейной аппроксимации.

3. Наименьшая ошибка аппроксимации характерна для модифицированного метода Вильямсона–Холла. Использование данного метода позволяет получить наиболее достоверные результаты, касающиеся дефектного строения сплава Al_{0,3}CoCrFeNi.

4. Пластическая деформация методом холодной прокатки приводит к росту количества де-

фектов упаковки и двойников. Вплоть до степени деформации 60 % в структуре сплава доминируют винтовые дислокации, а рост доли краевых дислокаций происходит только при повышении степени деформации до 80 %. Такая динамика дефектов кристаллического строения хорошо согласуется с данными, предоставленными в литературных источниках. Сплав Al_{0,3}CoCrFeNi отличается высокой склонностью к деформационному упрочнению.

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. High-pressure induced phase transitions in high-entropy alloys: a review / F. Zhang, H. Lou, B. Cheng, Z. Zeng, Q. Zeng // *Entropy*. – 2019. – Vol. 21 (3). – DOI: 10.3390/e21030239.
3. 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.
4. Effects of Al addition on the microstructure and mechanical property of Al_xCoCrFeNi high-entropy alloys / W.R. Wang, W.L. Wang, S.C. Wang, Y.C. Tsai, C.H. Lai, J.W. Yeh // *Intermetallics*. – 2012. – Vol. 26. – P. 44–51. – DOI: 10.1016/j.intermet.2012.03.005.
5. Structure and properties of high-entropy alloys / V.E. Gromov, S.V. Konovalov, Yu.F. Ivanov,



K.A. Osintsev. – Berlin: Springer, 2021. – 110 p. – (Advanced Structured Materials; vol. 107).

6. Hardening of an Al_{0.3}CoCrFeNi high entropy alloy via high-pressure torsion and thermal annealing / Q.H. Tang, Y. Huang, Y.Y. Huang, X.Z. Liao, T.G. Langdon, P.Q. Dai // *Materials Letters*. – 2015. – Vol. 151. – P. 126–129. – DOI: 10.1016/j.matlet.2015.03.066.

7. Sourav A., Yebaji S., Thangaraju S. Structure-property relationships in hot forged Al_xCoCrFeNi high entropy alloys // *Materials Science and Engineering A*. – 2020. – Vol. 793. – P. 139–877. – DOI: 10.1016/j.msea.2020.139877.

8. 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.

9. 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.

10. The fast azimuthal integration Python library: pyFAI / G., Ashiotis, A. Deschildre, Z. Nawaz, J.P. Wright, D. Karkoulis, F.E. Picca, J. Kieffer // *Journal of Applied Crystallography*. – 2015. – Vol. 48 (2). – P. 510–519.

11. Forouzanmehr N., Nili M., Bönisch M. The analysis of severely deformed pure Fe structure aided by X-ray diffraction profile // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2016. – Vol. 117 (6). – P. 624–633. – DOI: 10.1134/S0031918X16060077.

12. Dislocation structure in different texture components determined by neutron diffraction line profile analysis in a highly textured Zircaloy-2 rolled plate / T. Ungár, T.M. Holden, B. Jóni, B. Clausen, L. Balogh, G. Csiszár, D.W. Brown // *Journal of Applied Crystallography*. – 2015. – Vol. 48. – P. 409–417. – DOI: 10.1107/S160057671500133.

13. Gubicza J. X-ray line profile analysis in materials science. – Hershey, PA: Engineering Science Reference, an imprint of IGI global, 2014. – 343 p.

14. Dislocations, grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution X-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis / T. Ungár, S. Ott, P.G. Sanders, A. Borbély, J.R. Weertman // *Acta Materialia*. – 1998. – Vol. 46, N 10. – P. 3693–3699.

15. Application of different diffraction peak profile analysis methods to study the structure evolu-

tion of cold-rolled hexagonal α -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.

16. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice / T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész, A. Borbély // *Journal of Applied Crystallography*. – 1999. – Vol. 32 (5). – P. 992–1002.

17. 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. – Vol. 69 (21). – P. 3173–3175.

18. Dragomir I.C., Ungár T. Contrast factors of dislocations in the hexagonal crystal system // *Journal of Applied Crystallography*. – 2002. – Vol. 35 (5). – P. 556–564.

19. Ungár T. Dislocation model of strain anisotropy // *Powder Diffraction*. – 2008. – Vol. 23 (2). – P. 125–132. – DOI: 10.1154/1.2918549.

20. Effects of solute concentration on the stacking fault energy in copper alloys at finite temperatures / Q.Q. Shao, L.H. Liu, T.W. Fan, D.W. Yuan, J.H. Chen // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2017. – Vol. 726. – P. 601–607.

21. Phase transformation assisted twinning in a face-centered-cubic FeCrNiCoAl_{0.36} high entropy alloy / P. Yu, R. Feng, J. Du, S. Shinzato, J.P. Chou, B. Chen, Y.C. Lo, P.K. Liaw, S. Ogata, A. Hu // *Acta Materialia*. – 2019. – Vol. 181. – P. 491–500. – DOI: 10.1016/j.actamat.2019.10.012.

22. High-velocity deformation of Al_{0.3}CoCrFeNi high-entropy alloy: Remarkable resistance to shear failure / Z. Li, S. Zhao, H. Diao, P.K. Liaw, M.A. Meyers // *Scientific Reports*. – 2017. – Art. 42742. – P. 1–8. – DOI: 10.1038/srep42742.

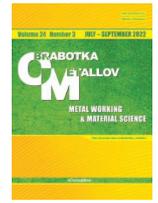
23. Schafner E., Zehetbauer M., Ungár T. Measurement of screw and edge dislocation density by means of X-ray Bragg profile analysis // *Materials Science and Engineering A*. – 2001. – Vol. 321. – P. 220–223. – DOI: 10.1016/S0921-5093(01)00979-0.

24. X-ray diffraction study on the microstructure of an Al-Mg-Sc-Zr alloy deformed by high-pressure torsion / D. Fátay, E. Bastarash, K. Nyilas, S. Dobatkin, J. Gubicza, T. Ungár // *Zeitschrift fuer Metallkunde/ Materials Research and Advanced Techniques*. – 2003. – Vol. 94 (7). – P. 842–847. – DOI: 10.3139/146.030842.

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/>)



Comparison of approaches based on the Williamson-Hall method for analyzing the structure of an $Al_{0.3}CoCrFeNi$ high-entropy alloy after cold deformation

Ivan Ivanov^{1, a, *}, Daria Safarova^{1, b}, Zinaida Bataeva^{2, c}, Ivan Bataev^{1, d}

¹ Novosibirsk State Technical University, 20 Prospekt K. Marksa, Novosibirsk, 630073, Russian Federation

² Siberian State University of water transport, 33 Schetinkina str., Novosibirsk, 630099, Russian Federation

^a <https://orcid.org/0000-0001-5021-0098>, i.ivanov@corp.nstu.ru, ^b <https://orcid.org/0000-0002-2811-8292>, safarova10ab@mail.ru,

^c <https://orcid.org/0000-0001-5027-6193>, bataevazb@ngs.ru, ^d <https://orcid.org/0000-0003-2871-0269>, i.bataev@corp.nstu.ru

ARTICLE INFO

Article history:

Received: 13 June 2022

Revised: 29 June 2022

Accepted: 05 July 2022

Available online: 15 September 2022

Keywords:

High-entropy alloys

$Al_{0.3}CoCrFeNi$,

Plastic deformation

Cold rolling

Synchrotron X-ray diffraction

Peak profile analysis

Microhardness

Defect structure

Funding

This study was funded according to Russian Science Foundation research project No.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. High-entropy alloys (HEAs) belong to a new and promising class of materials that are attracting the attention of both scientists and engineers from all over the world. Among all alloys of the $Al_xCoCrFeNi$ system, HEAs with $x \leq 0.3$ attract special attention. Materials with this composition are characterized by the presence of only one phase with a face-centered cubic lattice (FCC). Such alloys have high ductility, excellent corrosion resistance and phase stability at high temperatures. **The purpose of this work** is to compare several methods of profile analysis on the example of plastically deformed ingots of a high-entropy $Al_{0.3}CoCrFeNi$ alloy. **The methods of investigation.** Using several methods of profile analysis of X-ray diffraction patterns, the structures of the cold-worked high-entropy alloy $Al_{0.3}CoCrFeNi$ are studied. In addition to the classical *Williamson-Hall* method, the analysis was carried out using a modified one, as well as a method that takes into account the anisotropy of the elastic properties of the crystal lattice. **Research material.** Ingots of the high-entropy $Al_{0.3}CoCrFeNi$ alloy deformed by cold rolling with a maximum reduction ratio of 80% were used as the object of the study. Samples were cut from the obtained blanks, which were studied by the method of synchrotron radiation diffraction according to the “transmission” scheme along two (longitudinal (RD) and transverse (TD)) directions of rolled products. **Results and discussion.** It is shown that the use of the classical *Williamson-Hall* method leads to a significant error in the approximation of experimental results. The modified *Williamson-Hall* method has the smallest approximation error and can be recommended for studying the $Al_{0.3}CoCrFeNi$ alloy. An analysis of deformed samples using this method made it possible to reveal several features of the formation of defects in the crystalline structure, which are in good agreement with the classical concepts of the mechanisms of plastic deformation. First, an increase in the degree of deformation of the high-entropy $Al_{0.3}CoCrFeNi$ alloy leads to an almost uniform increase in the number of twins and stacking faults. Secondly, with an increase in the degree of reduction, there is a decrease in the fraction of edge dislocations and an increase in the fraction of screw dislocations in the material. The results obtained correlate well with the results of microhardness measurements.

For citation: Ivanov I.V., Safarova D.E., Bataeva Z.B., Bataev I.A. Comparison of approaches based on the Williamson–Hall method for analyzing the structure of an $Al_{0.3}CoCrFeNi$ high-entropy alloy after cold deformation. *Obrabotka metallov (tehnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2022, vol. 24, no. 3, pp. 90–102. DOI: 10.17212/1994-6309-2022-24.3-90-102. (In Russian).

* 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

References

1. Bataeva Z.B., Ruktuev A.A., Ivanov I.V., Yurgin A.B., Bataev I.A. Obzor issledovaniy splavov, razrabotannykh na osnove entropiynogo 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. Zhang F., Lou H., Cheng B., Zeng Z., Zeng Q. High-pressure induced phase transitions in high-entropy alloys: a review. *Entropy*, 2019, vol. 21 (3). DOI: 10.3390/e21030239.
3. 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, pp. 143–152. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.11.084.
4. 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. DOI: 10.1016/j.intermet.2012.03.005.
5. Gromov V.E., Konovalov S.V., Ivanov Yu.F., Osintsev K.A. *Structure and properties of high-entropy alloys*. Berlin, Springer, 2021. 110 p.
6. Tang Q.H., Huang Y., Huang Y.Y., Liao X.Z., Langdon T.G., Dai P.Q. Hardening of an Al_{0.3}CoCrFeNi high entropy alloy via high-pressure torsion and thermal annealing. *Materials Letters*, 2015, vol. 151, pp. 126–129. DOI: 10.1016/j.matlet.2015.03.066.
7. Sourav A., Yebaji S., Thangaraju S. Structure-property relationships in hot forged Al_xCoCrFeNi high entropy alloys. *Materials Science and Engineering A*, 2020, vol. 793, pp. 139–877. DOI: 10.1016/j.msea.2020.139877.
8. Ma Y., Jiang B., Li C., Wang Q., Dong C., Liaw P.K., Xu F., Sun L. The BCC/B2 morphologies in Al_xNiCoFeCr high-entropy alloys. *Metals*, 2017, vol. 7 (2). DOI: 10.3390/met7020057.
9. 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_{0.3}CoCrFeNi high-entropy alloy. *Metals*, 2021, vol. 11 (6). DOI: 10.3390/met11060940.
10. Ashiotis G., Deschildre A., Nawaz Z., Wright J.P., Karkoulis D., Picca F.E., Kieffer J. The fast azimuthal integration Python library: pyFAI. *Journal of Applied Crystallography*, 2015, vol. 48 (2), pp. 510–519.
11. Forouzanmehr N., Nili M., Bönisch M. The analysis of severely deformed pure Fe structure aided by X-ray diffraction profile. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117 (6), pp. 624–633. DOI: 10.1134/S0031918X16060077.
12. Ungár T., Holden T.M., Jóni B., Clausen B., Balogh L., Csiszár G., Brown D.W. Dislocation structure in different texture components determined by neutron diffraction line profile analysis in a highly textured Zircaloy-2 rolled plate. *Journal of Applied Crystallography*, 2015, vol. 48, pp. 409–417. DOI: 10.1107/S160057671500133.
13. Gubicza J. *X-ray line profile analysis in materials science*. Hershey, PA, Engineering Science Reference, an imprint of IGI global, 2014. 343 p.
14. Ungár T., Ott S., Sanders P.G., Borbély A., Weertman J.R. Dislocations, grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution X-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis. *Acta Materialia*, 1998, vol. 46, no. 10, pp. 3693–3699.
15. 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 α -titanium. *Metals and Materials International*, 2020, vol. 26 (1), pp. 83–93. DOI: 10.1007/s12540-019-00309-z.
16. 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, vol. 32, pp. 992–1002.
17. 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, vol. 69 (21), pp. 3173–3175.
18. Dragomir I.C., Ungár T. Contrast factors of dislocations in the hexagonal crystal system. *Journal of Applied Crystallography*, 2002, vol. 35 (5), pp. 556–564.
19. Ungár T. Dislocation model of strain anisotropy. *Powder Diffraction*, 2008, vol. 23 (2), pp. 125–132. DOI: 10.1154/1.2918549.
20. Shao Q.Q., Liu L.H., Fan T.W., Yuan D.W., Chen J.H. Effects of solute concentration on the stacking fault energy in copper alloys at finite temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, vol. 726, pp. 601–607.
21. Yu P., Feng R., Du J., Shinzato S., Chou J.P., Chen B., Lo Y.C., Liaw P.K., Ogata S., Hu A. Phase transformation assisted twinning in a face-centered-cubic FeCrNiCoAl_{0.36} high entropy alloy. *Acta Materialia*, 2019, vol. 181, pp. 491–500. DOI: 10.1016/j.actamat.2019.10.012.

22. Li Z., Zhao S., Diao H., Liaw P.K., Meyers M.A. High-velocity deformation of Al_{0.3}CoCrFeNi high-entropy alloy: Remarkable resistance to shear failure. *Scientific Reports*, 2017, art. 42742, pp. 1–8. DOI: 10.1038/srep42742.

23. Schafner E., Zehetbauer M., Ungár T. Measurement of screw and edge dislocation density by means of X-ray Bragg profile analysis. *Materials Science and Engineering A*, 2001, vol. 321, pp. 220–223. DOI: 10.1016/S0921-5093(01)00979-0.

24. Fátay D., Bastarash E., Nyilas K., Dobatkin S., Gubicza J., Ungár T. X-ray diffraction study on the microstructure of an Al-Mg-Sc-Zr alloy deformed by high-pressure torsion. *Zeitschrift Fuer Metallkunde = Materials Research and Advanced Techniques*, 2003, vol. 94 (7), pp. 842–847. DOI: 10.3139/146.030842.

Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.

© 2022 The Authors. Published by Novosibirsk State Technical University. This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).