



Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)

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



Исследование микроструктуры и свойств высокоэнтروпийного сплава AlFeCoCrNiNb_x , полученного методом механического легирования и искрового плазменного спекания

Юаньсюнь Лю^{1, a}, Жанна Ковалевская^{1, b, *}, Цзинжуй Хуан^{1, c}, Маргарита Химич^{2, d}

¹ Национальный исследовательский Томский политехнический университет, пр. Ленина, 30, г. Томск, 634050, Россия

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, пр. Академический, 2/4, г. Томск, 634055, Россия

^a  <https://orcid.org/0009-0002-8501-2643>,  yuansyun1@tpu.ru; ^b  <https://orcid.org/0000-0003-3040-8851>,  kovalevskaya@tpu.ru;

^c  <https://orcid.org/0000-0003-1070-7678>,  jereehuang@gmail.com; ^d  <https://orcid.org/0000-0001-5859-7418>,  khimich@ispms.ru

ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

УДК 669.018.9: 620.18: 621.762

История статьи:

Поступила: 27 января 2026

Рецензирование: 02 февраля 2026

Принята к печати: 14 марта 2026

Доступно онлайн: 15 июня 2026

Ключевые слова:

Высокоэнтропийный сплав

AlFeCoCrNiNb_x

Механическое легирование

Искровое плазменное спекание

Микроструктура

Микротвердость

Испытания на сжатие

Финансирование

Исследование выполнено с участием средств гранта Российского научного фонда, проект № 25-49-00169, <https://rscf.ru/project/25-49-00169/>.

АННОТАЦИЯ

Введение. Для создания высокоэнтропийных сплавов (ВЭС) часто применяют механическое легирование (МА) в сочетании с искровым плазменным спеканием (SPS). Комбинация процесса МА с SPS позволяет эффективно подавлять рост зерен, максимально сохраняя исходную структуру, полученную после механической активации. Это дает возможность получать ВЭС с уникальными свойствами. В настоящем исследовании методом МА в течение 40 часов с последующим SPS при температуре 1000 °С получены ВЭС-системы AlFeCoCrNiNb_x (где x – молярная доля, $x = 0; 0,25; 0,5; 0,75$). **Целью работы** является исследование влияния содержания Nb на микроструктуру и свойства высокоэнтропийного сплава AlFeCoCrNiNb_x , полученного с помощью комбинированного метода МА и SPS. **Методы исследований.** Как для порошков, так и для спеченных образцов проводились рентгеноструктурный анализ (РСА), энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (ЭДС) и сканирующая электронная микроскопия (СЭМ). Оценивались микротвердость и механические свойства на сжатие с анализом изломов. **Результаты и обсуждение.** В процессе МА в порошке всех сплавов системы AlFeCoCrNiNb_x был получен общий твердый раствор с ОЦК-решеткой и наноразмерной субструктурой. Легирование сплава значительной долей ниобия привело к образованию небольшого количества упрочняющей фазы Лавеса. Последующее SPS способствовало фазовому превращению с формированием примерно в равных объемных долях ОЦК-твердого раствора, обогащенного Al и Ni, и ГЦК-твердого раствора, обогащенного Fe и Cr. Нагрев способствовал выделению фазы Лавеса в виде вторичных зерен внутри зерен ОЦК-твердого раствора. С возрастанием в сплаве доли Nb увеличивалась доля фазы Лавеса. Оценка механических свойств показала, что самая высокая пластичность характерна для сплава AlFeCoCrNi , прочность – для сплава $\text{AlFeCoCrNiNb}_{0,25}$, твердость – для сплава $\text{AlFeCoCrNiNb}_{0,75}$, что обусловлено особенностями строения и долей фазы Лавеса в составе сплава.

Для цитирования: Исследование микроструктуры и свойств высокоэнтропийного сплава AlFeCoCrNiNb_x , полученного методом механического легирования и искрового плазменного спекания / Ю. Лю, Ж.Г. Ковалевская, Ц. Хуан, М.А. Химич // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2026. – Т. 28, № 2. – С. 243–263. – DOI: 10.17212/1994-6309-2026-28.2-243-263.

Введение

Как известно, в 2004 году J.W. Yeh и его коллеги предложили новую концепцию проектирования сплавов, разработав так называемые

высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) [1, 2]. ВЭС определяются как системы, содержащие пять или более основных элементов, каждый с равной молярной долей, при небольшой разнице в атомных радиусах. За счет высокой энтропии смешивания ВЭС должен представлять собой один неупорядоченный твердый раствор с тем типом решетки, который является энергетически выгодным для всей системы [3]. На современном этапе разработки ВЭС исследователи пришли к заключению, что создание однофазного сплава

*Адрес для переписки

Ковалевская Жанна Геннадьевна, д.т.н., профессор
 Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
 пр. Ленина, 30,
 634050, г. Томск, Россия
 Тел.: +7 906 199-05-77, e-mail: kovalevskaya@tpu.ru

ва, к чему стремились первые разработчики, значительно ограничивает возможности управления строением и свойствами полученного материала [4, 5]. Меняя соотношение компонентов сплава либо легируя сплав дополнительными компонентами, можно добиваться значительных фазовых и структурных превращений и, как следствие, необходимых механических и эксплуатационных свойств [6–9].

В семействе ВЭС широко исследуется сплав AlFeCoCrNi с объемно-центрированной кубической (ОЦК) решеткой [10–12]. Одним из методов создания оптимального соотношения между прочностью и пластичностью сплава AlFeCoCrNi является его легирование пятым компонентом, например Ti , Zr , V , Nb и др. [12]. Легирующий элемент может менять фазовый состав или параметры кристаллической решетки основной фазы сплава. Так, в работах исследовалось влияние на сплав добавки Ti [13] и Zr [14]. Оба компонента способствуют выделению в составе сплава фазы Лавеса, что меняет комплекс физико-механических свойств. При легировании Ti наилучшие механические свойства при сжатии показал сплав $\text{AlCoCrFeNiTi}_{0,5}$ ($\sigma_{0,2} = 2260$ МПа, $\sigma_B = 3140$ МПа, $\varepsilon = 23,3\%$) [13], при легировании Zr – сплав $\text{AlCrCoNiFeZr}_{0,008}$ ($\sigma_{0,2} = 1560$ МПа, $\sigma_B = 3513$ МПа, $\varepsilon = 29,5\%$) [14]. В обоих случаях достижение высоких механических свойств характерно для доэвтектоидных сплавов, состоящих из зерен твердого раствора и эвтектики, в состав которой входит твердый раствор и фаза Лавеса. При легировании сплава V не наблюдалось изменения фазового состава [15]. Весь V растворялся в твердом растворе, меняя параметры решетки, а значит, и механические свойства. Лучшие свойства показали два сплава: AlCoCrFeNiV ($\sigma_{0,2} = 1726,5$ МПа, $\text{HV} = 6488$ МПа), $\text{AlCoCrFeNiV}_{0,2}$ ($\sigma_B = 3297,8$ МПа, $\varepsilon = 26,8\%$) [15].

При легировании сплава Nb происходят похожие фазовые и структурные превращения. Атомный радиус Nb больше, чем у других элементов, что вызывает значительные искажения кристаллической решетки и, как следствие, повышает прочность сплава. Кроме того, ниобий обладает отрицательной энтальпией смешения с другими элементами, способствуя образованию фаз Лавеса с гексагональной плотноупакованной структурой и стимулируя переход микрострук-

туры сплава к эвтектическому строению [16]. Добавление значительной доли ниобия обычно приводит к снижению пластичности. Однако выбор оптимального количества Nb позволяет повысить прочность при сохранении достаточного уровня пластичности. В отлитом состоянии оптимальное сочетание свойств получено в сплаве $\text{AlCrCoNiFeNb}_{0,25}$ ($\sigma_{0,2} = 1959$ МПа, $\sigma_B = 3008$ МПа, $\varepsilon = 10,5\%$, $\text{HV} = 6680$ МПа) [17]. Дополнительные фазовые и структурные превращения в сплаве обеспечивает термическая обработка, что описано в предыдущей работе авторов [18].

В настоящее время для получения ВЭС в основном используются методы дуговой и вакуумной индукционной плавки [19]. Однако сплавы, изготовленные этими способами, склонны к ликвации, что часто приводит к несоответствию фактических свойств расчетным значениям. Поэтому помимо вышеупомянутых традиционных технологий для создания ВЭС часто применяется механическое легирование (Mechanical Alloying, MA) [20, 21]. Компактирование порошков ВЭС искровым плазменным спеканием (Spark Plasma Sintering, SPS) дает возможность формировать материалы с уникальным комплексом свойств [19, 22–23]. Ключевым преимуществом механического легирования является повышение растворимости элементов и стимулирование формирования твердых растворов. Так, в работе [24] исследовали эволюцию фаз в порошках сплава AlCoCrFeNi , полученных механическим легированием при различном времени размолла. С увеличением времени размолла наблюдается непрерывное уменьшение размера зерна, уменьшение доли ГЦК-фазы, растворяющейся в ОЦК-фазе, и увеличение искажения кристаллической решетки. Время формирования общего твердого раствора составило 30 ч. Похожие результаты описаны в работах [25, 26]. Выбор времени легирования определяется скоростью вращения барабанов в шаровой мельнице (обычно от 250 до 400 об/мин) и отношением массы шаров к массе порошка, например 7:1; 10:1; 15:1. При правильном подборе перечисленных параметров МА можно получить в ВЭС AlFeCoCrNi однофазное нанокристаллическое строение [21–26].

Последующее SPS, осуществляемое в условиях совместного воздействия импульсного

Методика исследований

тока, высокой скорости нагрева и одноосного давления, обеспечивает ускоренную диффузию атомов в местах локального нагрева на границах контакта консолидирующихся частиц [19]. При SPS сплавов системы AlFeCoCrNi благодаря высокой скорости протекания процесса удается сохранить метастабильные фазы и часть ультрамелкозернистой структуры с высокой плотностью дефектов кристаллического строения [22]. Такая структура отличается от крупнозернистой структуры, полученной при прямом спекании, как описано в работе [25]. Отмечается, что SPS приводит к частичному превращению ОЦК-фазы в ГЦК-фазу, что существенно улучшает механические свойства сплава. Остается открытым вопрос, что происходит с оставшейся ОЦК-фазой. В работе [24] описана ее перестройка в В2-фазу – упорядоченную модификацию ОЦК-решетки на основе AlNi . Однако следует отметить, что фазы В2 и ОЦК неразличимы методами стандартного рентгенофазового анализа [22].

В настоящем исследовании были получены высокоэнтропийные сплавы системы AlFeCoCrNiNb_x с молярной долей $x = 0; 0,25; 0,5; 0,75$ методом МА в течение 40 ч с последующим SPS при температуре 1000 °С. Было исследовано влияние содержания Nb на поведение при механическом легировании, микроструктуру и механические свойства сплавов после последующего SPS.

Целью работы является исследование влияния содержания Nb на микроструктуру и свойства высокоэнтропийного сплава AlFeCoCrNiNb_x , полученного с помощью комбинированного метода механического легирования и последующего искрового плазменного спекания. В рамках цели были поставлены следующие **задачи**.

1. Исследовать структурно-фазовое состояние и внешнюю морфологию порошков сплавов системы AlCoCrFeNiNb_x , полученных МА.

2. Описать фазовые и структурные превращения, происходящие в сплавах при компактировании методом SPS.

3. Оценить механические свойства, определяемые испытанием на сжатие и измерением микротвердости.

4. Определить зависимость между формируемой структурой и свойствами исследуемых сплавов.

В качестве исходных материалов использовались порошки Al, Co, Cr, Fe, Ni и Nb чистотой 99,9 % со средним размером частиц 50 мкм. Методом механического легирования были получены высокоэнтропийные сплавы AlFeCoCrNiNb_x (где x – молярная доля, $x = 0; 0,25; 0,5; 0,75$). Для упрощения образцы были названы Nb0, Nb0,25, Nb0,5, Nb0,75 в соответствии с молярной долей в сплаве Nb. Выбор состава сплавов был обусловлен тем, что предел растворимости ниобия в твердом растворе AlCoCrFeNi составляет менее 4,76 ат. % (соответствует $x = 0,25$) [17]. В этом случае Nb при МА может полностью растворяться в общем твердом растворе и вносит вклад в упрочнение преимущественно за счет твердорастворного механизма упрочнения. При превышении мольной концентрации $\text{Nb}_x = 0,25$ в составе сплава формируется упрочняющая фаза Лавеса. В работах предыдущих авторов мало информации о том, как избыток Nb влияет на формирование структуры сплава при МА и при последующей SPS-консолидации, поэтому исследование сплавов системы AlCoCrFeNi , легированных Nb с мольной долей от 0,25 до 0,75, представляет научный интерес [27].

Измельчение проводили в планетарной шаровой мельнице модели QM-3SP4. Размольные шары и барабаны были выполнены из нержавеющей стали 03X17H14M3. Чистота помола обеспечивалась химическим составом стали. Благодаря трем основным компонентам – Fe (основному), Cr (16...18 масс. %) и Ni (13...15 масс. %), совпадающим с составом исследуемого сплава, а также малой доле углерода (0,03 масс. %), посторонние примеси в продукт не попадали. Для предотвращения окисления в процессе легирования барабан неоднократно вакуумировали, а весь процесс в камере проводили в атмосфере высокочистого аргона. В качестве противоагломерирующей добавки использовали 3 масс. % стеариновой кислоты. Соотношение массы шаров к массе порошка составляло 10:1, скорость вращения – 300 об/мин, время измельчения – 40 ч. После завершения измельчения порошок просеивали через сито 75 мкм для получения конечного продукта.

Порошковый сплав консолидировали на установке SPS. Пресс-формы, пуансоны и уплотнительные прокладки, использовавшиеся в про-

цессе прессования, были изготовлены из графита. Весь процесс прессования проходил в вакууме. Скорость нагрева составляла 100 °С/мин. При достижении температуры 1000 °С выдерживали давление 50 МПа в течение 15 минут, после чего образцы охлаждали вместе с печью. Регистрировали кривые нагрева, отражающие зависимость температуры, давления и смещения от времени SPS-процесса. Полученные образцы имели цилиндрическую форму толщиной 7 мм и диаметром 20 мм. Из консолидированных образцов были вырезаны образцы соответствующей формы для всех последующих исследований.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) как порошков, так и спеченных образцов проводили на дифрактометре XRD-6000 с излучением Cu-K α в диапазоне углов 10°...90° с шагом сканирования 0,02°. По данным дифрактограмм были рассчитаны структурные параметры кристаллической решетки и соотношение основных фаз: методом Шеррера – область когерентного рассеяния (ОКР) и микроискажения кристаллической решетки; методом Ритвельда – параметр кристаллической решетки и соотношение фаз. Элементный состав сплавов определялся методом локальной энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) на сканирующем элек-

тронном микроскопе JEOL-JSM6000-NEJSCOP, оборудованном соответствующим детектором. Микроструктуру полированных и протравленных царской водкой образцов исследовали с использованием сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Пористость образцов оценивали методом гидростатического взвешивания. Механические свойства на сжатие при комнатной температуре измеряли на испытательной системе Instron 5500 со скоростью деформации 1·10⁻³ с⁻¹ на образцах с формой прямоугольного параллелепипеда размером 4×4×7 мм. Образцов было не менее трех для каждого сплава. Микротвердость сплавов измеряли на микротвердомере ПМТ-3 при нагрузке 500 г в соответствии со стандартной методикой. Для каждого значения механической характеристики рассчитывали среднеквадратичное отклонение.

Результаты и их обсуждение

В табл. 1 представлены результаты элементного анализа сплавов, проведенного методом ЭДС. Согласно полученным данным, состав сплавов как после МА, так и после SPS в целом соответствует ожидаемым атомным процентам с небольшим расхождением.

Таблица 1
Table 1

Элементный состав сплавов AlFeCoCrNiNb_x (ат. %)
Chemical composition of AlFeCoCrNiNb_x alloys (at. %)

Сплав / Alloy	Состояние / Condition	Al	Fe	Cr	Co	Ni	Nb
Nb0	Расчетное / Designation	20	20	20	20	20	0
	Порошок / Powder	24,0	18,3	19,4	18,7	19,6	0
	SPS	24,9	18,4	17,7	19,0	20,0	0
Nb0,25	Расчетное / Designation	19,1	19,1	19,1	19,1	19,1	4,5
	Порошок / Powder	19,2	19,6	17,2	21,3	18,2	4,5
	SPS	21,3	18,1	18,0	18,2	20,0	4,4
Nb0,5	Расчетное / Designation	18,2	18,2	18,2	18,2	18,2	9,0
	Порошок / Powder	17,4	18,4	17,6	19,8	17,9	8,9
	SPS	19,8	17,4	17,9	17,3	18,8	8,8
Nb0,75	Расчетное / Designation	17,4	17,4	17,4	17,4	17,4	13,0
	Порошок / Powder	17,7	17,6	16,7	17,8	17,7	12,5
	SPS	22,3	15,7	16,1	15,9	17,8	12,2

Расхождение в значениях содержания элементов между исходными порошковыми смесями и компактированными образцами может быть связано с особенностью получения данных. В случае порошка данные снимались с поверхности частиц, а в случае компактированного материала – с поперечного шлифа, т. е. с внутренней части материала. Возможно, что при МА поверхностный слой частиц отличается по составу от основного материала в силу особенности своего формирования.

На рис. 1 показаны СЭМ-изображения и результаты ЭДС исследуемого порошка сплавов, полученных МА.

В процессе МА непрерывные соударения между частицами порошка исходных компонентов приводят к их дроблению и измельчению. Пластическая деформация частиц вызывает рост количества дефектов кристаллической решетки, таких как дислокации и точечные дефекты, и усиливает диффузию компонентов в решетку друг друга. Уменьшение размера частиц увеличивает их удельную поверхность и соответственно поверхностную энергию, что делает порошок склонным к агломерации и холодной сварке [20]. После 40 ч повторяющихся процессов пластической деформации, измельчения, агломерации и холодной сварки размер и форма частиц порошка стабилизируются. Размер частиц становится несколько меньше исходного, форма – однообразной. Результаты ЭДС показывают однородное распределение всех компонентов сплава в порошке (рис. 1). Это свидетельствует о том, что в результате длительного процесса МА достигается однородность получаемого материала.

На рис. 2 показаны результаты гранулометрического анализа порошков, выполненного с помощью программного обеспечения ImageJ. Размер частиц имеет узкое распределение, что повышает сыпучесть и обеспечивает хорошую базу для получения образцов методом SPS. Все расчетные характеристики – $D_{ср}$ (средний размер частиц), D_{50} (размер, ниже которого находится 50 % частиц), D_{90} (размер, ниже которого существует 90 % частиц) – у порошка, не содержащего Nb, меньше, чем у легированных порошков. Размер частиц порошка сплава Nb0 находится в интервале до 21 мкм, сплавов Nb0,25, Nb0,5, Nb0,75 – до 35 мкм. Основная причина увеличения размера легированных частиц заключается

в том, что Nb как более мягкий металл играет роль связующего в процессе механической активации, усиливая процесс агломерации.

На рентгенограммах порошков $AlFeCoCrNiNb_x$ всех исследуемых составов после 40 ч МА пики исходных элементов не обнаруживаются (рис. 3) [28]. В полученном материале формируются следующие фазы. Основной фазой для всех составов сплава является ОЦК-фаза, представляющая неупорядоченный твердый раствор всех присутствующих в системе компонентов. Кроме того, в сплавах, легированных Nb, идентифицируется фаза Лавеса, представляющая в данном случае сложный интерметаллид, который описывается как $(CoCr)_2Nb$ с гексагональной сингонией [16]. При анализе влияния содержания Nb на фазовый состав установлено, что в порошках Nb0,25, Nb0,5, Nb0,75 интенсивность дифракционных пиков фазы Лавеса возрастает с увеличением содержания Nb. Это указывает на тенденцию к увеличению доли фазы Лавеса в структуре сплава с увеличением в ее составе Nb.

В табл. 2 представлены рассчитанные структурные параметры ОЦК-фазы в порошках, полученных МА. Как известно, размер ОКР может быть сопоставим с усредненным размером кристаллитов в наноструктурных поликристаллических материалах, отклонения параметра кристаллической решетки указывают на растворение в ней легирующих элементов, а искажение кристаллической решетки связано с наличием точечных и линейных дефектов, возникающих в процессе МА из-за множества факторов, таких как локальный нагрев, пластическая деформация и взаимопроникновение компонентов сплава при формировании общего твердого раствора.

ОКР в порошках всех сплавов имеют размер 12...15 нм, показывая, что в процессе МА произошло измельчение зеренной и субзеренной структуры частиц порошка. В сплаве Nb0 значение ОКР больше, чем в сплавах, легированных Nb. С увеличением содержания Nb увеличивается параметр кристаллической решетки твердого раствора. Как известно, атомный радиус Nb (1,46 Å) намного больше, чем у основных компонентов (Fe: 1,24 Å, Ni: 1,24 Å, Co: 1,25 Å, Cr: 1,3 Å, Al: 1,43 Å), и поэтому именно растворение Nb в ОЦК-фазе вызывает увеличение параметра решетки [16]. По данным из научной литературы, растворимость Nb в ОЦК-решетке не

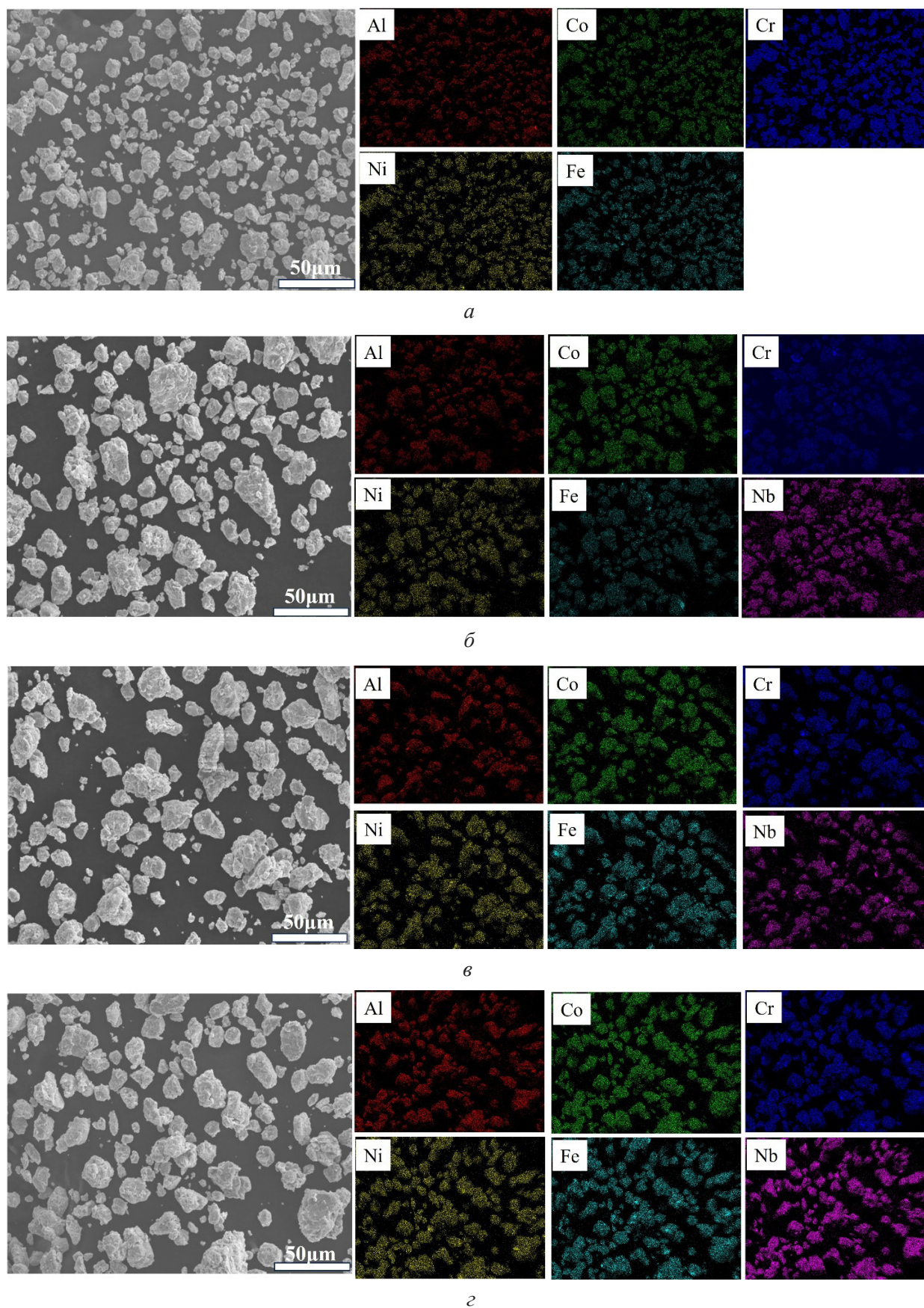


Рис. 1. СЭМ-изображение и результаты ЭДС порошков сплавов AlFeCoCrNiNb_x , полученных МА:
 $a - \text{Nb}0$; $\delta - \text{Nb}0,25$; $\epsilon - \text{Nb}0,5$; $z - \text{Nb}0,75$

Fig. 1. SEM images and EDS results of AlFeCoCrNiNb_x powders produced by MA:
 $a - \text{Nb}0$; $\delta - \text{Nb}0,25$; $\epsilon - \text{Nb}0,5$; $z - \text{Nb}0,75$

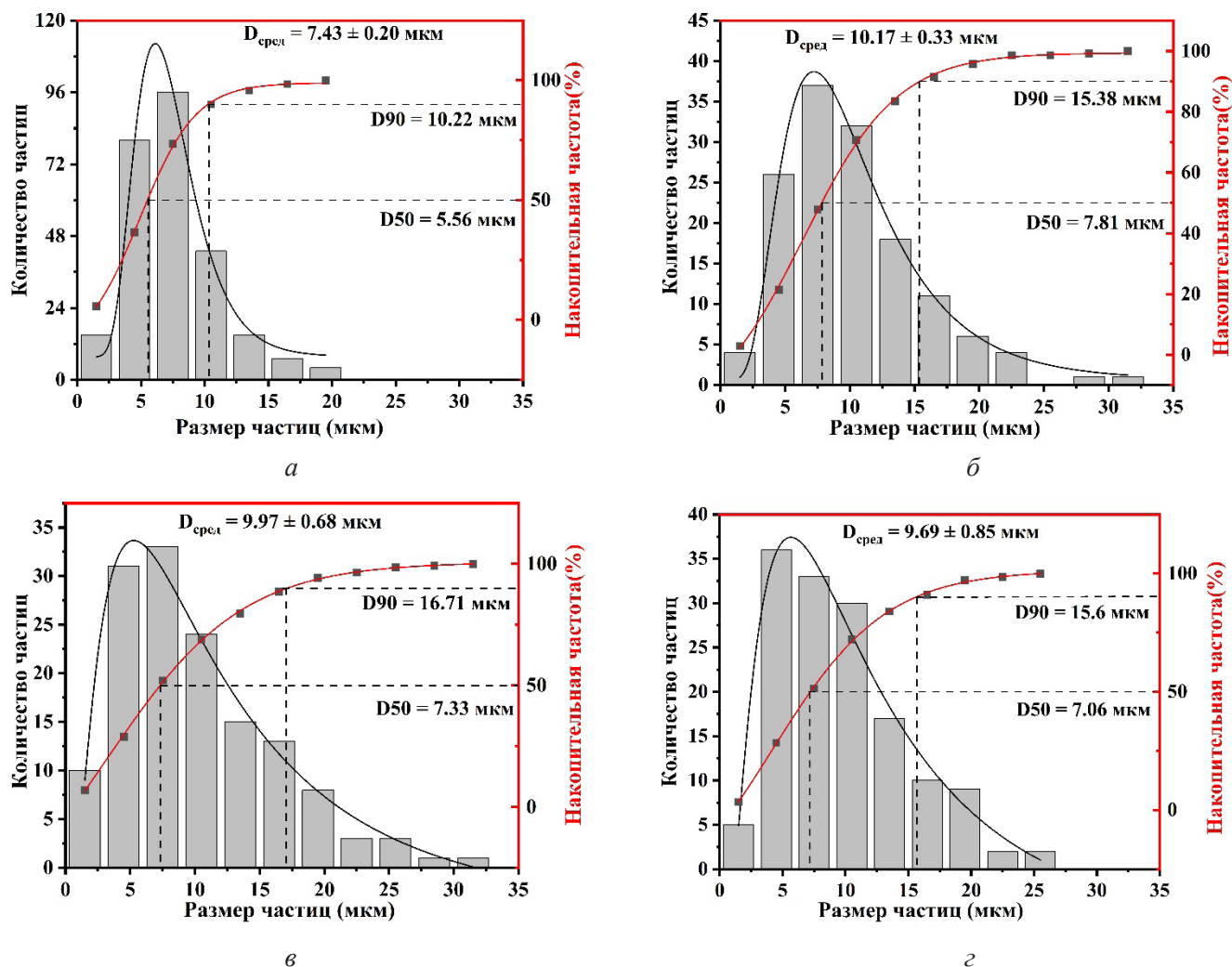


Рис. 2. Распределение по размерам частиц порошка сплавов $AlFeCoCrNiNb_x$, полученных МА:

a – Nb0; б – Nb0,25; в – Nb0,5; г – Nb0,75

Fig. 2. Particle size distribution of $AlFeCoCrNiNb_x$ powders produced by MA:

a – Nb0; б – Nb0.25; в – Nb0.5; г – Nb0.75

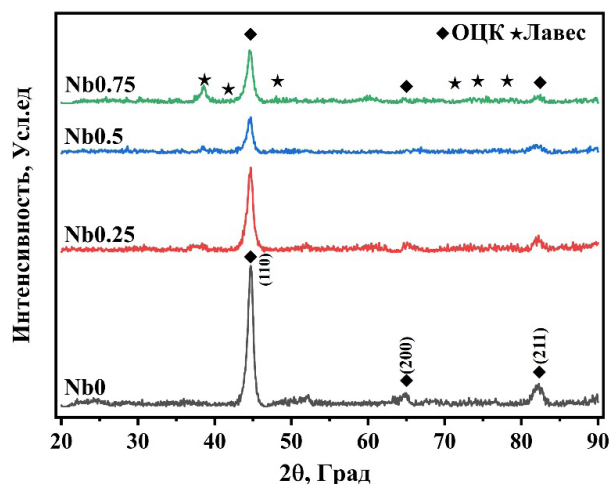


Рис. 3. Рентгенограммы порошка сплавов $AlFeCoCrNiNb_x$, полученных МА

Fig. 3. XRD patterns of $AlFeCoCrNiNb_x$ powders produced by MA

превышает 0,25 мольной доли [17], но в условиях интенсивной пластической деформации, характерной для процесса МА, может превышать равновесный показатель. Порошки всех сплавов имеют микроскопическую деформацию, которая возрастает с увеличением доли Nb (табл. 2).

Таким образом, МА порошка сплавов всех исследуемых составов приводит к формированию гомогенного материала, состоящего из основной фазы – общего твердого раствора с ОЦК-решеткой и наноразмерной субструктурой. Добавление в сплав Nb в концентрации, равной или превышающей равновесную растворимость, приводит к формированию упрочняющей фазы Лавеса, но в незначительном количестве, что следует из оценки интегральной интенсивности пиков этой фазы на дифракто-

Структурные параметры основной ОЦК-фазы порошка сплавов $AlFeCoCrNiNb_x$, полученных МА
Structural parameters of the main BCC phase of $AlFeCoCrNiNb_x$ powders produced by MA

Порошок / Powder	ОКР, нм / Crystalline size (nm)	Параметр решетки, Å / Lattice parameter (Å)	Искажение решетки, % / Lattice strain (%)
Nb0	15 ± 7	$2,87 \pm 0,02$	$0,19 \pm 0,07$
Nb0,25	12 ± 6	$2,88 \pm 0,02$	$0,25 \pm 0,04$
Nb0,5	13 ± 7	$2,88 \pm 0,02$	$0,42 \pm 0,07$
Nb0,75	12 ± 5	$2,89 \pm 0,02$	$0,61 \pm 0,09$

граммах порошков (рис. 3). В условиях интенсивной пластической деформации, характерной для МА, растворимость Nb в общем твердом растворе значительно превышает равновесную, характерную для кристаллизованного сплава. При получении сплава дуговой плавкой в процессе кристаллизации ликвация приводит к оттеснению атомов Nb в оставшуюся жидкую фазу и затвердеванию обогащенной Nb жидкости в виде фазы Лавеса [17]. В случае механического легирования, в условиях формирования новых фаз лишь за счет диффузионных процессов в твердом веществе, растворение Nb в общем твердом растворе энергетически более выгодно, чем строительство новой фазы со сложной решеткой интерметаллида [21]. Кроме того, было отмечено, что Nb не весь растворяется в общем твердом растворе, а сохраняется в виде частиц со своей кристаллической решеткой, но поскольку она тоже кубическая, то на дифрактограмме ее пики полностью перекрываются пиками общего твердого раствора. В этом случае измельченные включения ниобия равномерно распределяются по всей зеренной структуре порошка.

После SPS меняется фазовый состав и строение исследуемых сплавов. Результаты PCA приведены на рис. 4, а также в табл. 3 и 4.

По данным PCA в процессе SPS сплав Nb0 претерпевает следующее фазовое превращение: более половины объемной доли неупорядоченного твердого раствора с ОЦК-решеткой перестраивается в ГЦК-решетку. Согласно данным из научной литературы остаточная ОЦК-фаза распадается на две рентгенографически неразличимые составляющие с одинаковым типом решетки и близкими значениями их параметров:

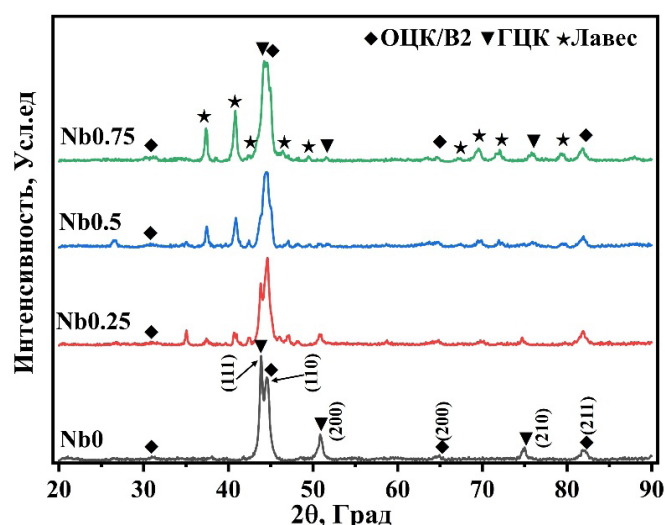


Рис. 4. Рентгенограммы сплавов $AlFeCoCrNiNb_x$, полученных SPS

Fig. 4. XRD patterns of $AlFeCoCrNiNb_x$ alloys produced by SPS

упорядоченный (B2) и неупорядоченный твердые растворы, обозначаемые на дифрактограмме как ОЦК/В2 [22, 24].

В сплавах, легированных Nb, наряду с превращением части ОЦК-фазы в ГЦК-фазу значительно увеличивается доля фазы Лавеса. В сплаве Nb0,25 фаза Лавеса составляет около трети объемной доли, а в сплаве Nb0,75 ее доля возрастает почти до половины объема (табл. 3). В сплавах всех составов параметр ОЦК-кристаллической решетки сохраняется таким же, каким был в порошке, а ОКР увеличивается примерно в четыре раза. В сформировавшейся ГЦК-фазе у всех сплавов определяется один и тот же параметр решетки, а ОКР имеет большее значение, чем в ОЦК-фазе (табл. 4). Следовательно, фазовые превращения в сплаве сопровождаются пере-

Таблица 3

Table 3

Объемная доля фаз в сплавах AlFeCoCrNiNb_x, полученных SPS
Volume fraction of phases in AlFeCoCrNiNb_x alloys produced by SPS

Сплав / Alloy	ОЦК / BCC	ГЦК / FCC	Фаза Лавеса / Laves phase
Nb0	41	59	—
Nb0,25	45	24	31
Nb0,5	31	29	40
Nb0,75	29	27	44

Таблица 4

Table 4

Структурные параметры основных фаз сплавов AlFeCoCrNiNb_x, полученных SPS
Structural parameters of the main phases of AlFeCoCrNiNb_x alloys produced by SPS

Фаза / Phase	Сплав / Alloy	ОКР, нм / Crystalline size (nm)	Параметр решетки, Å / Lattice parameter (Å)	Искажение решетки, % / Lattice strain (%)
ОЦК / BCC	Nb0	68 ± 7	2,87 ± 0,02	1,03 ± 0,06
	Nb0,25	40 ± 8	2,88 ± 0,02	0,95 ± 0,14
	Nb0,5	44 ± 5	2,88 ± 0,02	0,86 ± 0,09
	Nb0,75	48 ± 9	2,89 ± 0,02	0,95 ± 0,09
ГЦК / FCC	Nb0	79 ± 14	3,59 ± 0,05	0,67 ± 0,04
	Nb0,25	124 ± 13	3,59 ± 0,05	0,36 ± 0,01
	Nb0,5	132 ± 13	3,59 ± 0,05	0,78 ± 0,02
	Nb0,75	113 ± 15	3,59 ± 0,05	0,64 ± 0,02

стройкой субструктуры, но не приводят к значительному росту субзерна, сохраняя наноразмерность как в ОЦК-, так и в ГЦК-фазе.

На рис. 5 представлены СЭМ-изображения микроструктуры сплавов AlFeCoCrNiNb_x после МА и SPS. На каждом изображении обозначены зоны с разным строением, элементный состав которых приведен в табл. 5.

В сплаве Nb0 наблюдаются участки с двумя типами морфологии: мелкозернистая структура, состоящая из зерен микронных размеров (верхний левый угол рис. 5, а) и участки с крупнозернистой структурой, состоящие из структурных элементов в несколько десятков микрометров (нижний правый угол рис. 5, а). Мелкозернистая структура имеет два контраста: серый и темно-серый (область 1). Зоны с теми же контрастами формируют и крупнозернистые участки структу-

ры. Есть зоны размером до 30 мкм, где преобладает серый контраст (область 2) и зоны размером до 50 мкм, где преобладает темно-серый контраст (область 3). По данным элементного анализа все пять компонентов сплава присутствуют в зернах как серого, так и темно-серого контраста. В зоне темно-серого контраста наблюдается тенденция консолидации Al, Ni и Co, а в зоне серого контраста больше Fe и Cr с достаточно высоким содержанием Ni и Co (табл. 5). В связи с этим можно предположить, что зоны разного контраста являются зернами двух основных фаз, образовавшихся в процессе SPS из общего ОЦК-твердого раствора.

Зоны, обогащенные Al и Ni, имеют ОЦК-решетку, а зоны, обогащенные Fe и Cr, – ГЦК-решетку. Это заключение опирается на результаты детальных исследований структуры

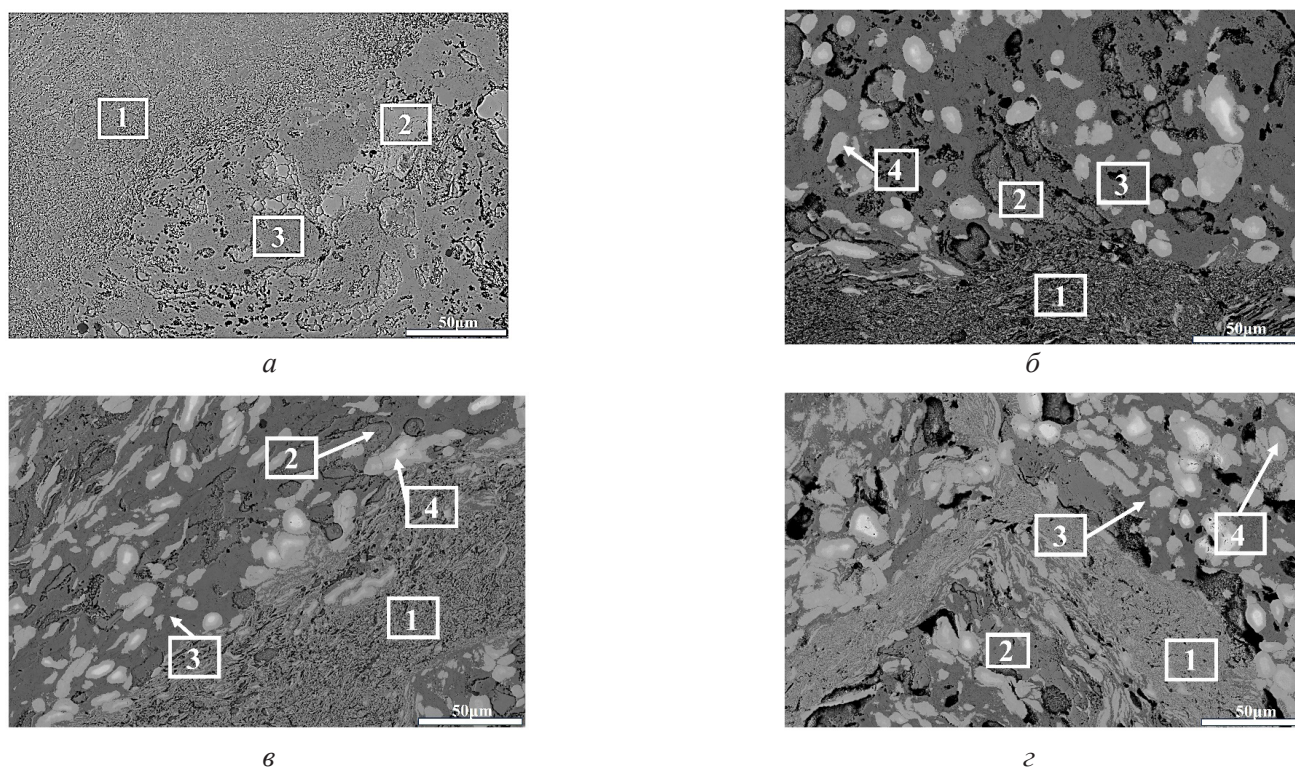


Рис. 5. СЭМ-изображение микроструктуры сплавов AlFeCoCrNiNb_x , полученных SPS:

$a - \text{Nb}0$; $б - \text{Nb}0,25$; $в - \text{Nb}0,5$; $г - \text{Nb}0,75$, где зона 1 – мелкозернистая структура; 2 – с серым; 3 – с темно-серым; 4 – со светло-серым контрастом

Fig. 5. SEM images of the microstructure of AlFeCoCrNiNb_x alloys produced by PS:

$a - \text{Nb}0$; $б - \text{Nb}0,25$; $в - \text{Nb}0,5$; $г - \text{Nb}0,75$, where region 1 represents a fine-grained structure; regions 2, 3, and 4 exhibit gray, dark-gray and light-gray contrast, respectively

Таблица 5

Table 5

Элементный состав структурных составляющих в сплавах AlFeCoCrNiNb_x , полученных SPS (ат. %)

Chemical composition of the structural constituents in AlFeCoCrNiNb_x alloys produced by SPS (at. %)

Структурная составляющая / Structural constituent	Сплав / Alloy	Al	Cr	Fe	Co	Ni	Nb
С темно-серым контрастом / Dark-gray contrast	Nb0	29,4	9,5	9,6	23,3	28,2	—
	Nb0,25	28,6	9,7	7,9	22,3	30,0	1,5
	Nb0,5	30,5	8,3	9,0	18,6	32,4	1,2
С серым контрастом / Gray contrast	Nb0	4,1	16,0	57,0	14,5	8,4	—
	Nb0,25	5,4	16,9	51,9	15,3	9,8	0,7
	Nb0,5	4,3	11,9	64,1	8,8	10,2	0,7
	Nb0,75	4,3	8,5	76,3	6,0	4,3	0,6
Со светло-серым контрастом / Light-gray contrast	Nb0	—	—	—	—	—	—
	Nb0,25	3,7	18,6	9,3	29,9	11,5	27,0
	Nb0,5	3,9	20,8	9,4	28,7	11,5	25,7
	Nb0,75	4,1	23,1	5,3	26,2	13,5	27,8
С мелкозернистой структурой / Fine-grained structure	Nb0	22,0	12,9	19,9	22,3	22,9	—
	Nb0,25	27,5	9,9	13,6	18,9	23,2	6,9
	Nb0,5	20,7	13,2	15,8	19,0	21,2	10,1
	Nb0,75	16,5	13,9	18,0	18,7	18,8	14,1

идентичного по составу и способу получения сплава, представленных в работах [16, 29–32]. В данном составе сплава могут формироваться следующие фазы, характерные для литого строения: два общих твердых раствора с ОЦК- и ГЦК-решеткой, тетрагональная σ -фаза на основе Cr-Fe-Co и упорядоченная фаза B2 с ОЦК-решеткой AlNi. В каком соотношении и какие фазы формируются в процессе SPS, зависит не только от режимов консолидации, но от режимов МА [31, 32].

По данным работ [29, 32] фаза, обогащенная Fe и Ni, имеет характерную для такого состава ГЦК-решетку, так как Ni является стабилизатором высокотемпературной модификации Fe. Вторая фаза с ОЦК/B2-решеткой может быть общим твердым раствором с выделением внутри мелкодисперсных включений упорядоченного твердого раствора B2, как подробно описано в работе [22].

Очевидно, что на участках с мелкозернистой структурой также присутствует сегрегация компонентов, обусловленная наличием зерен с разным фазовым составом. Однако при картировании элементного состава с площади в несколько десятков микрометров эффект неоднородности состава отдельных зерен сплава нивелируется (табл. 5).

Сегрегация компонентов в отдельных зонах обусловлена как наследственностью от МА, так и диффузионными процессами, происходящими в материале при нагреве в процессе SPS. Поскольку SPS протекает при локальном нагреве отдельных участков на границе соединения частиц порошка, то это приводит к градиентному распределению температуры в объеме материала в процессе компактирования. Неоднородность нагрева влияет на формирование неоднородности в структуре сплава.

Предыдущие исследователи также отмечали характерную разнотернистость структуры, формирующейся в данном сплаве в процессе SPS. Предполагается следующая кинетика процесса: дефекты кристаллического строения, образованные в результате МА порошка, в сочетании с деформацией и высокой температурой SPS действуют как движущие силы динамической рекристаллизации с последующим ростом отдельных зерен [22]. В результате формируется структура, частично наследующая мелкозерни-

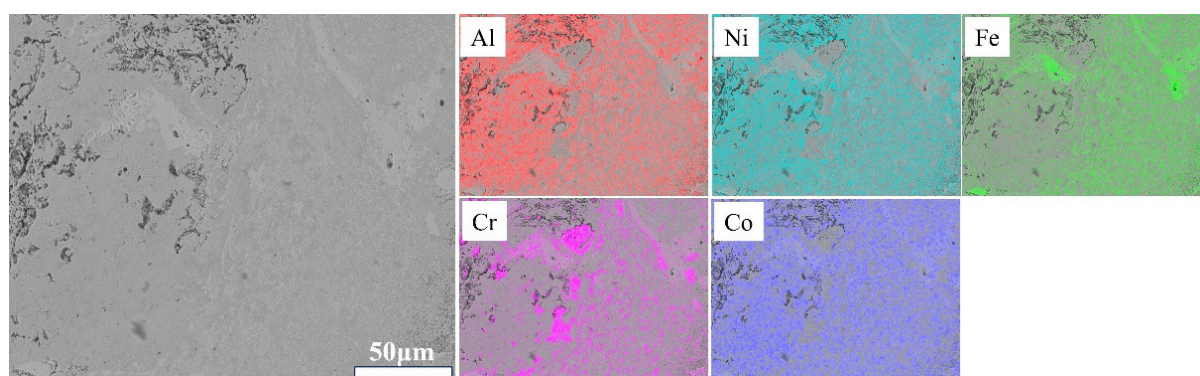
стое строение консолидированных порошков, а частично состоящая из рекристаллизовавшихся зерен.

В образцах из сплавов, легированных Nb, формируется структура, подобная структуре сплава без Nb (рис. 5). Так же как и в сплаве Nb0, наблюдаются участки примерно в равной доле с двумя типами морфологии: мелкозернистая структурная составляющая (нижний правый угол рис. 5, б) со следами пластической деформации и участки, состоящие из больших структурных элементов (верхний правый угол рис. 5, б) как со следами, так и без следов пластической деформации. Участки первого типа не имеют четких границ и образуют с участками второго типа градиентные переходы, имеющие промежуточное строение. Контраст структуры меняется, формируя более четкий рисунок как на участках с мелкозернистой структурой, так и на участках с более крупным зерном.

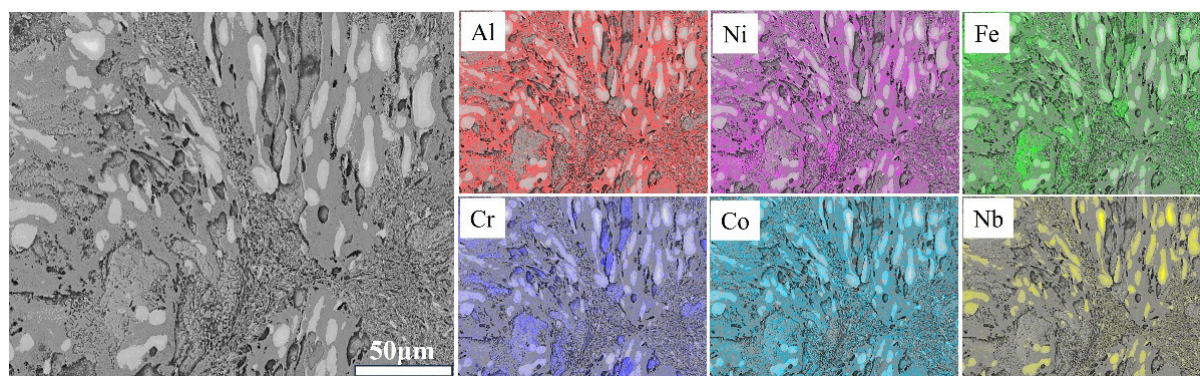
На участках с более крупным зерном, наряду с наблюдаемыми ранее зернами с серым (область 2) и темно-серым контрастом (область 3), формируются структурные элементы со светло-серым контрастом (область 4). Часть светло-серых зерен имеет внутренний градиент с нетравящейся серединой. Светло-серые зерна формируются внутри темно-серых зерен. На участках изображения без следов пластической деформации форма светлых зерен близка к округлой, что указывает на их вторичность. Результаты элементного анализа показали, что светло-серые зоны соответствуют фазе Лавеса, темно-серые зоны (как и в сплаве Nb0) – ОЦК-фазе, а серые зерна – ГЦК-фазе. Участки с мелкозернистой структурой (область 1) представляют собой смесь всех трех присутствующих в сплаве фаз (табл. 5).

Распределение компонентов в сплавах представлено на рис. 6. Наблюдается общая тенденция: на участках с мелкозернистой структурой распределение компонентов, в том числе Nb, более однородно за счет измельчения структурных составляющих. На участках с крупной зернистой структурой заметно, как Nb консолидируется в фазе Лавеса.

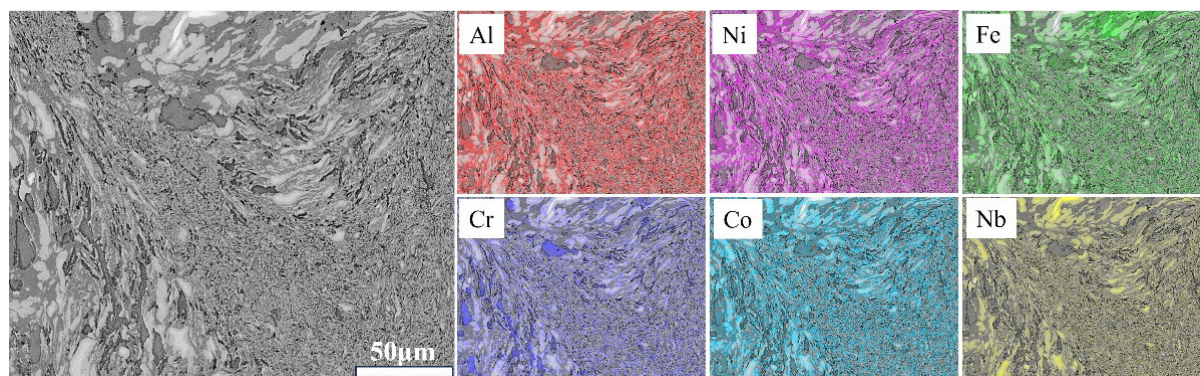
Как было описано выше, в сплавах, содержащих Nb, фаза Лавеса образуется в небольшом количестве уже в процессе МА. При этом основное количество Nb либо входит в состав общего пересыщенного твердого раствора, либо



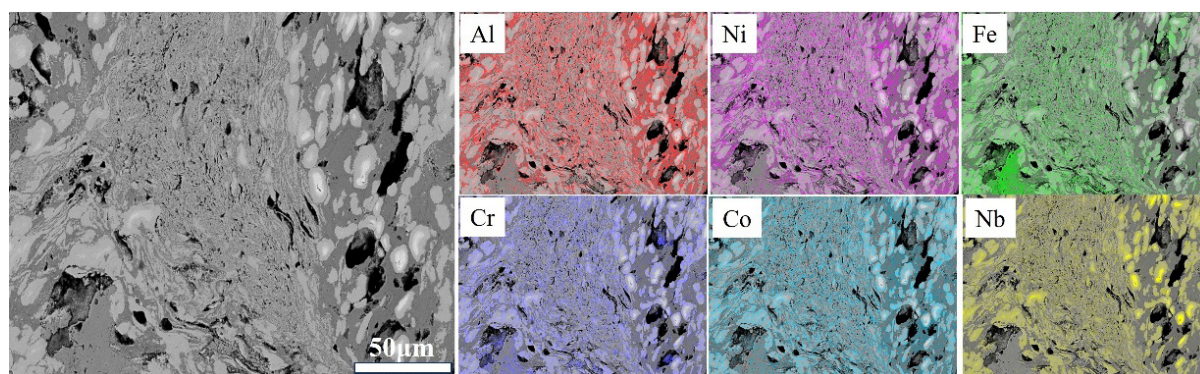
а



б



в



г

Рис. 6. СЭМ-изображение и результаты ЭДС сплавов $AlFeCoCrNiNb_x$, полученных SPS:

а – Nb0; б – Nb0,25; в – Nb0,5; г – Nb0,75

Fig. 6. SEM image and EDS results of $AlFeCoCrNiNb_x$ alloys produced by SPS:

а – Nb0; б – Nb0.25; в – Nb0.5; г – Nb0.75

сохраняет собственные включения в структуре. В процессе SPS происходит нагрев локальных зон материала и, как следствие, система имеет возможность перейти из неравновесного в равновесное состояние в процессе динамической рекристаллизации. В этом случае Nb должен выделиться из твердого раствора и сформировать фазу Лавеса или фаза Лавеса может сформироваться на основе зерен твердого раствора Nb. Центрами роста новых зерен могут быть зародыши фазы Лавеса, уже сформировавшиеся в процессе МА. При анализе микроструктуры мы видим, что крупные зерна фазы Лавеса формируются в зернах ОЦК-твердого раствора, обедняя его Nb и обогащая Al и Ni, так как эти элементы не входят в состав фазы Лавеса, описываемой общей формулой $(\text{CoCr})_2\text{Nb}$ (рис. 5, табл. 5). В некоторых частицах фазы Лавеса в центре имеются зоны без контраста. Как показал ЭДС-анализ, это твердый раствор на основе Nb, где содержание Nb составляет около 95 ат. %. Таким образом, можно предположить, что крупные частицы фазы Лавеса образуются в процессе динамической рекристаллизации на основе сохранившихся частиц Nb и их рост обеспечивается за счет диффузии компонентов из общего пересыщенного твердого раствора, сформированного в процессе МА. Можно предположить, что те же механизмы обеспечивают формирование фазы Лавеса на участках с мелкозернистым строением.

Следует отметить, что участки сплава с характерной мелкозернистой и крупнозернистой структурой значительно превышают размер частиц спекаемых порошков. На основе общих представлений о кинетике процесса SPS можно предположить следующий механизм формирования подобного строения [33]. Благодаря высокой температуре (1000 °C) при консолидации порошка процесс пластической деформации протекает достаточно интенсивно, фактически поглощая исходные границы порошка и формируя новые конгломераты большего размера. Вновь сформированные структурные объекты на фото выглядят как вытянутые участки с мелкозернистым наследуемым от порошка строением. В местах наибольшей концентрации энергии деформации мелкозернистая структура замещается крупнозернистой вторичной структурой в результате рекристаллизации. Однако более точ-

ное описание кинетики процесса формирования структуры материала требует дополнительных исследований.

При измерении микротвердости исследуемых сплавов было определено, что наличие в структуре двух участков с особым строением не приводит к существенному разбросу значений. Значения микротвердости находятся в близких интервалах с тенденцией большего среднего значения на участках с мелкозернистой структурой. Так, в сплаве Nb0,25 на участке с мелкозернистой структурой интервал значений микротвердости составляет от 584 до 771 HV со средним значением 663 HV, а на участке с крупнозернистой структурой – от 499 до 712 HV и средним 614 HV. Увеличение значения микротвердости (при постоянстве элементного и фазового состава) на участках с мелкозернистой структурой может быть обусловлено только одним фактором: меньшим размером структурных составляющих, что увеличивает протяженность границ зерен и, как следствие, способствует большему сопротивлению деформации.

С увеличением содержания в сплаве Nb среднее значение микротвердости возрастает (табл. 6). В этом случае причина упрочнения связана с изменением соотношения фаз (табл. 3). Чем больше в структуре сплава твердой фазы Лавеса, тем выше совокупное значение микротвердости сплава. Эта зависимость наблюдается в сплавах исследуемого состава, полученного другими способами – дуговой плавкой и лазерной наплавкой (табл. 6) [17, 34].

Оценка пористости образцов методом гидростатического взвешивания показала, что с увеличением содержания ниобия в сплаве пористость несколько возрастает: с $1,9 \pm 0,5$ % для сплава без Nb до $2,1 \pm 0,6$ %, $4,4 \pm 0,6$ % и $3,2 \pm 0,6$ % в сплавах Nb0,25, Nb0,5 и Nb0,75 соответственно.

На рис. 7 представлены кривые сжатия для сплавов системы AlFeCoCrNiNb_x . Хорошие пластические характеристики показывает сплав Nb0. У сплава Nb0,25 возрастают характеристики прочности, но снижается пластичность. Сплавы Nb0,5 и Nb0,75 не проявляют пластичности, что приводит к снижению характеристик прочности. Таким образом, с увеличением содержания Nb с 0,25 до 0,75 мольных процентов предел прочности при сжатии и относительное удлинение становятся ниже. Однако при мак-

Таблица 6

Table 6

Механические свойства сплавов AlFeCoCrNiNb_x, полученных SPS
Mechanical properties of AlFeCoCrNiNb_x alloys produced by SPS

Сплав / Alloy	Метод получения / Production method	σ_B , МПа / σ_u (MPa)	$\sigma_{0,2}$, МПа / $\sigma_{0,2}$ (MPa)	ε , %	Микротвердость, HV / Hardness (HV)	Литература / Literature source
AlCrFeCoNi	МА и SPS / MA and SPS	2261,3 ± 106	1562,1 ± 93	7,2 ± 0,4	559 ± 17	Настоящая работа / Present paper
AlCrFeCoNiNb _{0,25}		2393,8 ± 117	2092,7 ± 71	0,9 ± 0,2	629 ± 28	
AlCrFeCoNiNb _{0,5}		2241,2 ± 135	—	—	903 ± 32	
AlCrFeCoNiNb _{0,75}		1028,7 ± 139	—	—	941 ± 30	
CoCrFeNiAl	МА и SPS / MA and SPS	1907	1462	11,2	625	[23]
AlCoCrFeNi	МА и SPS / MA and SPS	2659	2029	9,1	635 ± 4	[32]
	Индукционная плавка / Induction melting	3072	1366	29	504 ± 10	
AlCrFeCoNi	Дуговая плавка / Arc melting	3531	1373	24,5	520 ± 11	[17]
AlCrFeCoNiNb _{0,25}		3008	1959	10,5	668 ± 12	
AlCrFeCoNiNb _{0,5}		3170	2473	4,1	747 ± 10	
AlCrFeCoNiNb _{0,25}	Дуговая плавка / Arc melting	1962	1356	7,7	625 ± 28	[18]
AlCrFeCoNi	Лазерная наплавка / Laser cladding	—	—	—	557	[34]
AlCrFeCoNiNb _{0,25}		—	—	—	662	
AlCrFeCoNiNb _{0,5}		—	—	—	784	
AlCrFeCoNiNb _{0,75}		—	—	—	789	

симальном количестве Nb наблюдаются максимально высокие значения микротвердости, что может положительно сказаться на характеристиках износостойкости данного сплава (табл. 6).

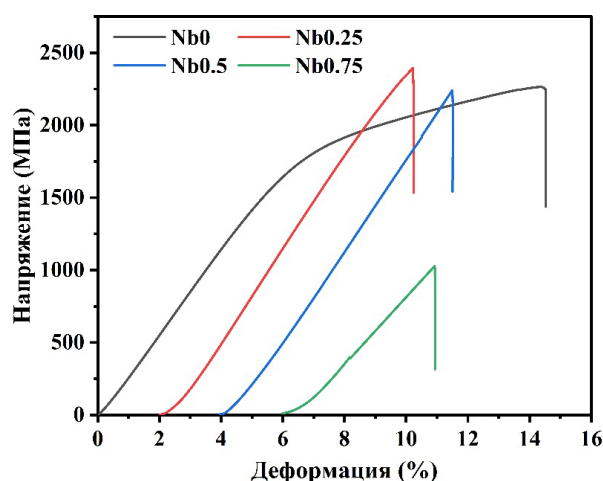
Описание морфологии изломов образцов, испытанных на сжатие, подтверждает приведенные выше данные об их механических свойствах (рис. 8).

У сплава Nb0 наблюдается поверхность излома, характерная для вязкого разрушения. На рис. 8, а видны полосы скольжения (тонкие параллельные линии на расстоянии друг от друга около 1 мкм, ориентированные в соответствии

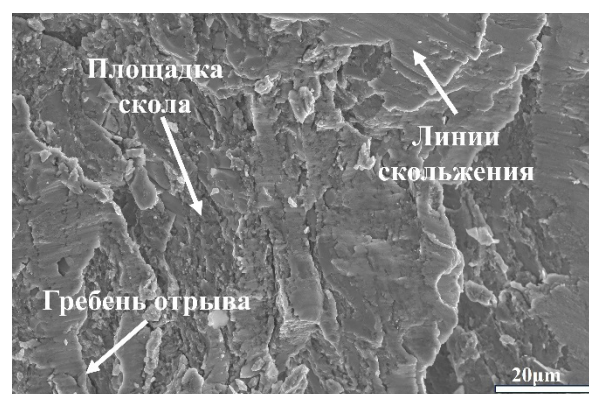
с кристаллической решеткой зерна) и небольшие гребни отрыва (рваные края, указывающие на локальное сопротивление материала перед окончательным разрывом). У сплава Nb0,25 наблюдается смешанный излом с характерной поверхностью разрушения квазисколом. На рис. 8, б мы видим относительно ровные участки с плоскостями скола (плоские участки, возникающие при мгновенном разрушении по телу зерна), характерные для хрупкого разрушения, участки с полосами скольжения, характерные для вязкого разрушения, и гребни отрыва [23]. На представленном фото площадь участков

Рис. 7. Кривые сжатия сплавов $AlFeCoCrNiNb_x$, полученных SPS

Fig. 7. Compressive stress-strain curves of $AlFeCoCrNiNb_x$ alloys produced by SPS



а



б



в



г

Рис. 8. СЭМ-изображение излома после сжатия сплавов $AlFeCoCrNiNb_x$, полученных SPS:

а – Nb0; б – Nb0,25; в – Nb0,5; г – Nb0,75

Fig. 8. SEM image of fracture surfaces after compressive tests of $AlFeCoCrNiNb_x$ alloys produced by SPS:

а – Nb0; б – Nb0,25; в – Nb0,5; г – Nb0,75

с хрупким изломом преобладает над площадью участков с вязким изломом, что соответствует характеру кривой сжатия сплава Nb0,25 (рис. 7). В сплавах Nb0,5 и Nb0,75, содержащих значительную долю фазы Лавеса, наблюдается хрупкий излом, демонстрирующий гладкие сту-

пенчатые поверхности скола и гребни отрыва (рис. 8, в, г).

На рис. 9 показана корреляция между содержанием в исследуемых сплавах Nb, объемной долей фазы Лавеса, пористостью и механическими свойствами.

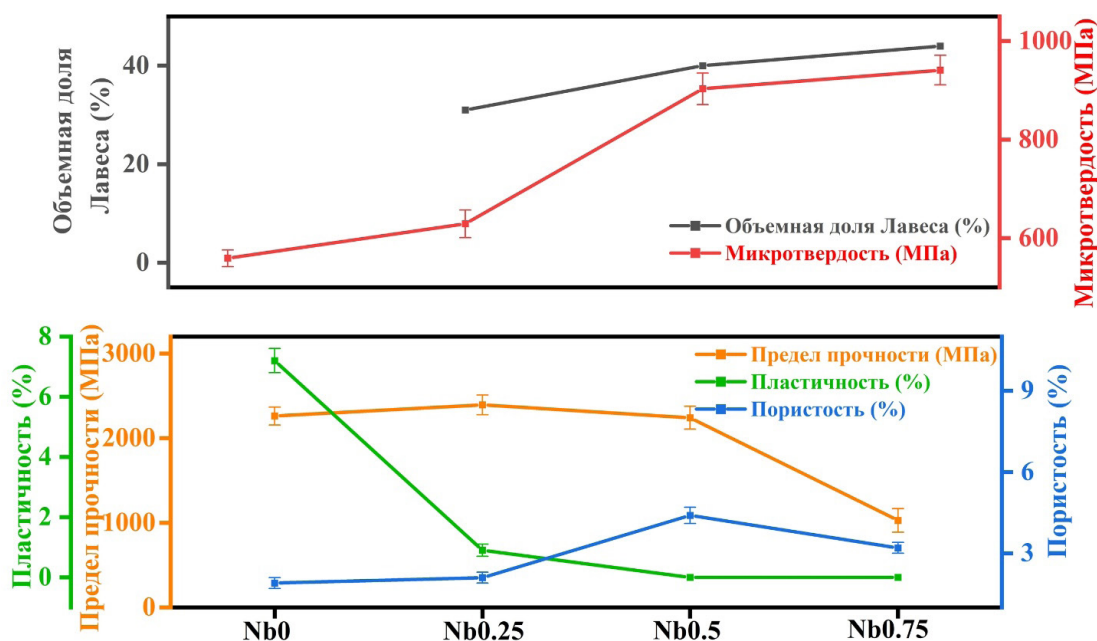


Рис. 9. Корреляции между содержанием в сплавах $AlFeCoCrNiNb_x$ ниобия, объемной долей фазы Лавеса, пористостью и механическими свойствами

Fig. 9. Correlations between the niobium content in $AlFeCoCrNiNb_x$ alloys, the volume fraction of the Laves phase, porosity, and mechanical properties

Как видно из графиков, увеличение доли фазы Лавеса в сплаве сопровождается ростом микротвердости при одновременном снижении пластичности. На прочностные характеристики, как отмечалось выше, определяющее влияние оказывают фазовый состав и характер разрушения. Кроме того, к снижению прочности может приводить и пористость, которая несколько возрастает в образцах сплавов Nb0,5 и Nb0,75.

Совокупность механических свойств и характер разрушения сплава $AlFeCoCrNiNb_{0,25}$, синтезированного методами МА и SPS, позволяют рекомендовать его в качестве перспективного износостойкого материала. Данный сплав, имея в своем составе фазу Лавеса, а также обладая однородной мелкозернистой структурой без ликвации (по сравнению со сплавами, полученными литьем) и высокой твердостью, может быть использован в парах трения, где подшипниковые стали или твердые сплавы выходят из строя из-за перегрева, коррозии или интенсивного абразивного воздействия [35–37].

Заклучение

Методом МА в сочетании с SPS компактированы ВЭС-системы $AlFeCoCrNiNb_x$ с молярной долей $x = 0; 0,25; 0,5; 0,75$. В процессе МА

в течение 40 ч в порошке всех сплавов был получен общий твердый раствор с ОЦК-решеткой и наноразмерной субструктурой. Легирование сплава с долей ниобия, превышающей его равновесную растворимость в основной фазе, способствовало формированию в структуре небольшого количества упрочняющей фазы Лавеса.

Последующее компактирование порошка сплавов SPS, проходящее в условиях локального нагрева до температуры 1000 °С, способствовало фазовому превращению с формированием примерно в равных объемных долях ОЦК-твердого раствора, обогащенного Al и Ni, и ГЦК-твердого раствора, обогащенного Fe и Cr.

Структура всех сплавов состояла из участков с двумя типами морфологии: смеси зерен всех фаз микронных размеров и структуры с зернами основных фаз в несколько десятков микрометров. Нагрев способствовал выделению фазы Лавеса в виде вторичных зерен внутри зерен ОЦК-твердого раствора. С возрастанием в сплаве доли Nb увеличивалась доля фазы Лавеса.

Оценка механических свойств показала, что самая высокая пластичность характерна для сплава $AlFeCoCrNi$, прочность – для сплава $AlFeCoCrNiNb_{0,25}$, а твердость – для сплава $AlFeCoCrNiNb_{0,75}$, что обусловлено особенностями строения и долей фазы Лавеса в составе сплава.

Список литературы

1. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: novel alloy design concepts and outcomes / J.W. Yeh, S.K. Chen, S.J. Lin, J.Y. Gan, T.S. Chin, T.T. Shun, S.Y. Chang // *Advanced Engineering Materials*. – 2004. – Vol. 6 (5). – P. 299–303. – DOI: 10.1002/adem.200300567.

2. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys / B. Cantor, I.T. Chang, P. Knight, A.J.B. Vincent // *Materials Science and Engineering: A*. – 2004. – Vol. 375. – P. 213–218. – DOI: 10.1016/j.msea.2003.10.257.

3. Microstructures and properties of high-entropy alloys / Y. Zhang, T.T. Zuo, Z. Tang, M.C. Gao, K.A. Dahmen, P.K. Liaw, Z.P. Lu // *Progress in Materials Science*. – 2014. – Vol. 61. – P. 1–93. – DOI: 10.1016/j.pmatsci.2013.10.001.

4. Пути улучшения свойств ВЭС Cantor CoCrFeNiMn и CoCrFeNiAl / В.Е. Громов, С.В. Коновалов, М.О. Ефимов, И.А. Панченко, В.В. Шляров // *Известия высших учебных заведений. Черная Металлургия*. – 2024. – Т. 67, № 3. – С. 283–292. – DOI: 10.17073/0368-0797-2024-3-283-292.

5. Шуберт А.В., Коновалов С.В., Панченко И.А. Обзор исследований высокоэнтروпийных сплавов, их свойств, методов создания и применения // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2024. – Т. 26, № 4. – С. 153–179. – DOI: 10.17212/1994-6309-2024-26.4-153-179.

6. Effects of Al addition on the microstructure and mechanical property of $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ 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.

7. Microstructure and wear behavior of $\text{Al}_{x\text{Co}_{1.5}\text{CrFeNi}_{1.5}\text{Ti}_y}$ high-entropy alloys / M.H. Chuang, M.H. Tsai, W.R. Wang, S.J. Lin, J.W. Yeh // *Acta Materialia*. – 2011. – Vol. 59 (16). – P. 6308–6317. – DOI: 10.1016/j.actamat.2011.06.041.

8. Theoretical study on structural stability and elastic properties of $\text{Fe}_{25}\text{Cr}_{25}\text{Ni}_{25}\text{Ti}_x\text{Al}_{(25-x)}$ multi-principal element alloys / L. Liu, R. Paudel, Y. Liu, J.C. Zhu // *Materials*. – 2021. – Vol. 14 (4). – P. 1040. – DOI: 10.3390/ma14041040.

9. Effect of Cr-doping on the structural and magnetic properties of mechanically alloyed $\text{FeCoNiAlMn}_{1-x}\text{Cr}_x$ high-entropy alloy powder / D.N. Siddiqui, N. Mehboob, A. Zaman, A.M. Alsuhaibani, A. Algahtani, V. Tirth, M.A. Amin // *ACS Omega*. – 2023. – Vol. 8 (22). – P. 19892–19899. – DOI: 10.1021/acsomega.3c01823.

10. Microstructure and compressive properties of AlCrFeCoNi high entropy alloy / Y.P. Wang, B.S. Li, M.X. Ren, C. Yang, H.Z. Fu // *Materials Science and Engineering: A*. – 2008. – Vol. 491 (1–2). – P. 154–158. – DOI: 10.1016/j.msea.2008.01.064.

11. Phase separation in equiatomic AlCoCrFeNi high-entropy alloy / A. Manzonei, H. Daoud, R. Völkl, U. Glatzel, N. Wanderka // *Ultramicroscopy*. – 2013. – Vol. 132. – P. 212–215. – DOI: 10.1016/j.ultramic.2012.12.015.

12. Tokarewicz M., Grądzka-Dahlke M. Review of recent research on AlCoCrFeNi high-entropy alloy // *Metals*. – 2021. – Vol. 11 (8). – P. 1302. – DOI: 10.3390/met11081302.

13. Solid solution alloys of AlCoCrFeNiTi_x with excellent room-temperature mechanical properties / Y.J. Zhou, Y. Zhang, Y.L. Wang, G.L. Chen // *Applied Physics Letters*. – 2007. – Vol. 90 (18). – DOI: 10.1063/1.2734517.

14. Effect of Zr content on microstructure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy / J. Chen, P. Niu, Y. Liu, Y. Lu, X. Wang, Y. Peng, J. Liu // *Materials & Design*. – 2016. – Vol. 94. – P. 39–44. – DOI: 10.1016/j.matdes.2016.01.033.

15. Effect of vanadium addition on the microstructure and properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy / Y. Dong, K. Zhou, Y. Lu, X. Gao, T. Wang, T. Li // *Materials & Design*. – 2014. – Vol. 57. – P. 67–72. – DOI: 10.1016/j.matdes.2013.12.048.

16. Effect of niobium alloying on the microstructure, phase stability and mechanical properties of $\text{CoCrFeNi}_{2.1}\text{Nb}_x$ high entropy alloys: Experimentation and thermodynamic modeling / U. Sunkari, S.R. Reddy, K.S. Athira, S. Chatterjee, P.P. Bhattacharjee // *Materials Science and Engineering: A*. – 2020. – Vol. 793. – P. 139897. – DOI: 10.1016/j.msea.2020.139897.

17. Ma S.G., Zhang Y. Effect of Nb addition on the microstructure and properties of AlCoCrFeNi high-entropy alloy // *Materials Science and Engineering: A*. – 2012. – Vol. 532. – P. 480–486. – DOI: 10.1016/j.msea.2011.10.110.

18. Ковалевская Ж.Г., Лю Ю. Влияние термической обработки на строение и свойства высокоэнтропийного сплава $\text{AlCoCrFeNiNb}_{0.25}$ // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2025. – Т. 27, № 3. – С. 137–150. – DOI: 10.17212/1994-6309-2025-27.3-137-150.

19. Slobodyan M., Pesterev E., Markov A. Recent advances and outstanding challenges for implementation of high entropy alloys as structural materials // *Materials Today Communications*. – 2023. – Vol. 36. – P. 106422. – DOI: 10.1016/j.mtcomm.2023.106422.

20. Suryanarayana C. Mechanical alloying and milling // *Progress in Materials Science*. – 2001. – Vol. 46 (1–2). – P. 1–184. – DOI: 10.1016/S0079-6425(99)00010-9.

21. Vaidya M., Muralikrishna G.M., Murty B.S. High-entropy alloys by mechanical alloying: A review // *Journal of Materials Research*. – 2019. – Vol. 34 (5). – P. 664–686. – DOI: 10.1557/jmr.2019.37.

22. Phase and microstructure formation during reactive spark plasma sintering of $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ ($x=0.3$ and 1) high entropy alloys / A. Saviot, P. Sallamand, J.P. Monchoux, C. Marcelot, R. Cours, N. Geoffroy, J.M. Jouvard, S. Le Gallet // *Journal of Materials Research and Technology*. – 2024. – Vol. 32. – P. 3047–3059. – DOI: 10.1016/j.jmrt.2024.08.096.
23. Mechanical alloying synthesis and spark plasma sintering consolidation of CoCrFeNiAl high-entropy alloy / W. Ji, Z. Fu, W. Wang, H. Wang, J. Zhang, Y. Wang, F. Zhang // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2014. – Vol. 589. – P. 61–66. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.11.146.
24. Phase, microstructure and mechanical properties evaluation of AlCoCrFeNi high-entropy alloy during mechanical ball milling / X. Liu, Y. Gao, X. Peng, N. Hu, M. Chen // *Intermetallics*. – 2021. – Vol. 138. – P. 107310. – DOI: 10.1016/j.intermet.2021.107310.
25. Evolution of phases, hardness and magnetic properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy processed by mechanical alloying / V. Shivam, Y. Shadangi, J. Basu, N.K. Mukhopadhyay // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2020. – Vol. 832. – P. 154826. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.154826.
26. Liu G., Lu Z., Zhang X. Nano-structure evolution and mechanical properties of $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}_{2.1}$ ($x = 0, 0.3, 0.7, 1.0, 1.3$) high-entropy alloy prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering // *Nanomaterials*. – 2024. – Vol. 14 (7). – P. 641. – DOI: 10.3390/nano14070641.
27. Effect of Nb content on the properties of $\text{Al}_{0.1}\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloy / M. Zhao, L. Huang, K. Zhang, K. Xiong, D. Guo, W. Feng // *Journal of Materials Research and Technology*. – 2025. – Vol. 37. – P. 5578–5592. – DOI: 10.1016/j.jmrt.2025.07.146.
28. Микроплазменное напыление функциональных покрытий из механически синтезированных композиционных порошков эквиатомной системы AlNiCoFeCr / Е.Д. Нестерова, Т.И. Бобкова, М.Е. Гошкочеря, А.А. Каширина, Н.В. Яковлева // *Вопросы материаловедения*. – 2025. – № 1 (121). – С. 24–39. – DOI: 10.22349/1994-6716-2025-121-1-24-39.
29. Microstructure and mechanical properties of Al-Co-Cr-Fe-Ni base high entropy alloys obtained using powder metallurgy / Ł. Rogal, Z. Szklarz, P. Bobrowski, D. Kalita, G. Garzeń, A. Tarasek, M. Szlezinger // *Metals and Materials International*. – 2019. – Vol. 25 (4). – P. 930–945. – DOI: 10.1007/s12540-018-00236-5.
30. Powder metallurgical processing of equiatomic AlCoCrFeNi high entropy alloy: microstructure and mechanical properties / S. Mohanty, T.N. Maity, S. Mukhopadhyay, S. Sarkar, N.P. Gurao, S. Bhowmick, K. Biswas // *Materials Science and Engineering: A*. – 2017. – Vol. 679. – P. 299–313. – DOI: 10.1016/j.msea.2016.09.062.
31. Microstructure, wear performance, and mechanical properties of spark plasma-sintered AlCoCrFeNi high-entropy alloy after heat treatment / A. Faraji, M. Farvizi, T. Ebadzadeh, H.S. Kim // *Intermetallics*. – 2022. – Vol. 149. – P. 107656. – DOI: 10.1016/j.intermet.2022.107656.
32. The role of the preparation route on microstructure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy / P. Kratochvíl, F. Průša, H. Thürlöva, A. Strakošová, M. Karlík, J. Čech, M. Cabibbo // *Journal of Materials Research and Technology*. – 2024. – Vol. 30. – P. 4248–4260. – DOI: 10.1016/j.jmrt.2024.04.090.
33. Effect of powder state on spark plasma sintering of TiAl alloys / J. Guyon, A. Hazotte, J.P. Monchoux, E. Bouzy // *Intermetallics*. – 2013. – Vol. 34. – P. 94–100. – DOI: 10.1016/j.intermet.2012.11.005.
34. Synthesis and characterization of AlCoCrFeNiNb_x high-entropy alloy coatings by laser cladding / H. Jiang, K. Han, D. Li, Z. Cao // *Crystals*. – 2019. – Vol. 9 (1). – P. 56. – DOI: 10.3390/cryst9010056.
35. Effect of Nb on laves phase formation and wear resistance in laser-cladding CrFeNi medium-entropy alloy coatings / Z. Chen, F. Luo, H. Jin, Z. Peng, W. Shi, J. Huang // *Coatings*. – 2025. – Vol. 15 (6). – P. 667. – DOI: 10.3390/coatings15060667.
36. Wear resistance and high-temperature compression strength of $\text{Fcc CuCoNiCrAl}_{0.5}\text{Fe}$ alloy with boron addition / C.Y. Hsu, J.W. Yeh, S.K. Chen, T.T. Shun // *Metallurgical and Materials Transactions: A*. – 2004. – Vol. 35 (5). – P. 1465–1469. – DOI: 10.1007/s11661-004-0254-x.
37. Tribological properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy at elevated temperature / A. Zhang, J. Han, B. Su, J. Meng // *Mocaxue Xuebao / Tribology*. – 2017. – Vol. 37 (6). – P. 776–783. – DOI: 10.16078/j.tribology.2017.06.008.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

© 2026 Авторы. Издательство Новосибирского государственного технического университета. Эта статья доступна по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0>).



Obrabotka metallov -

Metal Working and Material Science

Journal homepage: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov



Study of the microstructure and properties of high-entropy alloy AlFeCoCrNiNb_x fabricated by mechanical alloying and spark plasma sintering

Yuanxun Liu^{1, b}, Zhanna Kovalevskaya^{1, a, *}, Jingrui Huang^{1, c}, Margarita Khimich^{2, d}

¹ National Research Tomsk Polytechnic University, 30 Lenin Avenue, Tomsk, 634050, Russian Federation

² Institute of Strength Physics and Materials Sciences SB RAS, 2/4 per. Akademicheskii, Tomsk, 634055, Russian Federation

^a  <https://orcid.org/0009-0002-8501-2643>,  yuansyun1@tpu.ru; ^b  <https://orcid.org/0000-0003-3040-8851>,  kovalevskaya@tpu.ru;

^c  <https://orcid.org/0000-0003-1070-7678>,  jereehuang@gmail.com; ^d  <https://orcid.org/0000-0001-5859-7418>,  khimich@ispms.ru

ARTICLE INFO

Article history:

Received: 27 January 2026

Revised: 02 February 2026

Accepted: 14 March 2026

Available online: 15 June 2026

Keywords:

High-Entropy Alloy

AlFeCoCrNiNb_x

Mechanical alloying

Spark plasma sintering

Microstructure

Microhardness

Compression Tests

Funding

The study was supported by the Russian Science Foundation, Project No. 25-49-00169, <https://rscf.ru/project/25-49-00169/>.

ABSTRACT

Introduction. Mechanical alloying (MA) combined with spark plasma sintering (SPS) is widely used for the fabrication of high-entropy alloys (HEAs). The combination of MA and SPS effectively suppresses grain growth, largely preserving the structure obtained after mechanical activation. This enables the production of HEAs with unique properties. In this study, HEAs of the AlFeCoCrNiNb_x system (where x is the molar fraction, $x = 0, 0.25, 0.5$, and 0.75) were fabricated by MA for 40 hours followed by SPS at $1,000^\circ\text{C}$. **The purpose of this work** is to investigate the effect of Nb content on the microstructure and properties of the AlFeCoCrNiNb_x high entropy alloy obtained via the combined MA and SPS method. **Methods.** Both initial powders and sintered samples were studied by X-ray diffraction (XRD), energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), and scanning electron microscopy (SEM). Microhardness and compressive properties were evaluated, and the resulting fracture surfaces were analyzed. **Results and Discussion.** During MA, a solid solution with a BCC lattice and a nanoscale substructure was formed in the powder of all AlFeCoCrNiNb_x alloys. Alloying with a significant fraction of niobium led to the formation of a small amount of the strengthening Laves phase. Subsequent SPS promoted a phase transformation, resulting in approximately equal volume fractions of a BCC solid solution enriched in Al and Ni and an FCC solid solution enriched in Fe and Cr. Heating facilitated the precipitation of the Laves phase as secondary grains within the BCC solid solution grains. Increasing the Nb content in the alloy led to an increase in the fraction of the Laves phase. Evaluation of the mechanical properties showed that the highest plasticity is characteristic of the AlFeCoCrNi alloy; the highest strength, of the $\text{AlFeCoCrNiNb}_{0.25}$ alloy; the highest hardness, of the $\text{AlFeCoCrNiNb}_{0.75}$ alloy, which is attributed to the specific microstructural features and the fraction of the Laves phase in the alloy.

For citation: Liu Y., Kovalevskaya Z.G., Huang J., Khimich M.A. Study of the microstructure and properties of high-entropy alloy AlFeCoCrNiNb_x fabricated by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)* = *Metal Working and Material Science*, 2026, vol. 28, no. 2, pp. 243–263. DOI: 10.17212/1994-6309-2026-28.2-243-263. (In Russian).

References

1. Yeh J.W., Chen S.K., Lin S.J., Gan J.Y., Chin T.S., Shun T.T., Chang S.Y. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: novel alloy design concepts and outcomes. *Advanced Engineering Materials*, 2004, vol. 6 (5), pp. 299–303. DOI: 10.1002/adem.200300567.
2. Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, vol. 375, pp. 213–218. DOI: 10.1016/j.msea.2003.10.257.
3. Zhang Y., Zuo T.T., Tang Z., Gao M.C., Dahmen K.A., Liaw P.K., Lu Z.P. Microstructures and properties of high-entropy alloys. *Progress in Materials Science*, 2014, vol. 61, pp. 1–93. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2013.10.001.

* Corresponding author

Kovalevskaya Zhanna G., D.Sc. (Engineering), Professor
 National Research Tomsk Polytechnic University,
 30 Lenin Avenue,
 634050, Tomsk, Russian Federation
Tel.: +7 906 199-05-77, **e-mail:** kovalevskaya@tpu.ru

4. Gromov V.E., Konovalov S.V., Efimov M.O., Panchenko I.A., Shlyarov V.V. Puti uluchsheniya svoystv VES Cantor CoCrFeNiMn i CoCrFeNiAl [Ways to improve the properties of high-entropy alloys Cantor CoCrFeNiMn and CoCrFeNiAl]. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Chernaya Metallurgiya = Izvestiya. Ferrous Metallurgy*, 2024, vol. 67 (3), pp. 283–292. DOI: 10.17073/0368-0797-2024-3-283-292. (In Russian).
5. Shubert A.V., Konovalov S.V., Panchenko I.A. Obzor issledovaniy vysokoentropiinykh splavov, ikh svoystv, metodov sozdaniya i primeneniya [A review of research on high-entropy alloys, its properties, methods of creation and application]. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2024, vol. 26, no. 4, pp. 153–179. DOI: 10.17212/1994-6309-2024-26.4-153-179.
6. 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 $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloys. *Intermetallics*, 2012, vol. 26, pp. 44–51. DOI: 10.1016/j.intermet.2012.03.005.
7. Chuang M.H., Tsai M.H., Wang W.R., Lin S.J., Yeh J.W. Microstructure and wear behavior of $\text{Al}_{x/1.5}\text{CoCrFeNi}_{1.5/y}$ high-entropy alloys. *Acta Materialia*, 2011, vol. 59 (16), pp. 6308–6317. DOI: 10.1016/j.actamat.2011.06.041.
8. Liu L., Paudel R., Liu Y., Zhu J.C. Theoretical study on structural stability and elastic properties of $\text{Fe}_{25}\text{Cr}_{25}\text{Ni}_{25}\text{Ti}_x\text{Al}_{(25-x)}$ multi-principal element alloys. *Materials*, 2021, vol. 14 (4), p. 1040. DOI: 10.3390/ma14041040.
9. Siddiqui D.N., Mehboob N., Zaman A., Alsuhaibani A.M., Algahtani A., Tirth V., Amin M.A. Effect of Cr-doping on the structural and magnetic properties of mechanically alloyed $\text{FeCoNiAlMn}_{1-x}\text{Cr}_x$ high-entropy alloy powder. *ACS Omega*, 2023, vol. 8 (22), pp. 19892–19899. DOI: 10.1021/acsomega.3c01823.
10. 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 (1–2), pp. 154–158. DOI: 10.1016/j.msea.2008.01.064.
11. Manzoni A., Daoud H., Völkl R., Glatzel U., Wanderka N. Phase separation in equiatomic AlCoCrFeNi high-entropy alloy. *Ultramicroscopy*, 2013, vol. 132, pp. 212–215. DOI: 10.1016/j.ultramic.2012.12.015.
12. Tokarewicz M., Grądzka-Dahlke M. Review of recent research on AlCoCrFeNi high-entropy alloy. *Metals*, 2021, vol. 11 (8), p. 1302. DOI: 10.3390/met11081302.
13. Zhou Y.J., Zhang Y., Wang Y.L., Chen G.L. Solid solution alloys of AlCoCrFeNiTi $_x$ with excellent room-temperature mechanical properties. *Applied Physics Letters*, 2007, vol. 90 (18). DOI: 10.1063/1.2734517.
14. Chen J., Niu P., Liu Y., Lu Y., Wang X., Peng Y., Liu J. Effect of Zr content on microstructure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy. *Materials & Design*, 2016, vol. 94, pp. 39–44. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.01.033.
15. Dong Y., Zhou K., Lu Y., Gao X., Wang T., Li T. Effect of vanadium addition on the microstructure and properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy. *Materials & Design*, 2014, vol. 57, pp. 67–72. DOI: 10.1016/j.matdes.2013.12.048.
16. Sunkari U., Reddy S.R., Athira K.S., Chatterjee S., Bhattacharjee P.P. Effect of niobium alloying on the microstructure, phase stability and mechanical properties of $\text{CoCrFeNi}_{2.1}\text{Nb}_x$ high entropy alloys: Experimentation and thermodynamic modeling. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 793, p. 139897. DOI: 10.1016/j.msea.2020.139897.
17. Ma S.G., Zhang Y. Effect of Nb addition on the microstructure and properties of AlCoCrFeNi high-entropy alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, vol. 532, pp. 480–486. DOI: 10.1016/j.msea.2011.10.110.
18. Kovalevskaya Z.G., Liu Y. Vliyanie termicheskoi obrabotki na stroenie i svoystva vysokoentropiinogo splava AlCoCrFeNiNb $_{0.25}$ [Effect of heat treatment on the structure and properties of high-entropy alloy AlCoCrFeNiNb $_{0.25}$]. *Obrabotka metallov = Metal Working and Material Science*, 2025, vol. 27, no. 3, pp. 137–150. DOI: 10.17212/1994-6309-2025-27.3-137-150.
19. Slobodyan M., Pesterev E., Markov A. Recent advances and outstanding challenges for implementation of high entropy alloys as structural materials. *Materials Today Communications*, 2023, vol. 36, p. 106422. DOI: 10.1016/j.mtcomm.2023.106422.
20. Suryanarayana C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 2001, vol. 46 (1–2), pp. 1–184. DOI: 10.1016/S0079-6425(99)00010-9.
21. Vaidya M., Muralikrishna G.M., Murty B.S. High-entropy alloys by mechanical alloying: A review. *Journal of Materials Research*, 2019, vol. 34 (5), pp. 664–686. DOI: 10.1557/jmr.2019.37.
22. Saviot A., Sallamand P., Monchoux J.P., Marcelot C., Cours R., Geoffroy N., Jouvard J.M., Le Gallet S. Phase and microstructure formation during reactive spark plasma sintering of $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ ($x=0.3$ and 1) high



entropy alloys. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, vol. 32, pp. 3047–3059. DOI: 10.1016/j.jmrt.2024.08.096.

23. Ji W., Fu Z., Wang W., Wang H., Zhang J., Wang Y., Zhang F. Mechanical alloying synthesis and spark plasma sintering consolidation of CoCrFeNiAl high-entropy alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 589, pp. 61–66. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.11.146.

24. Liu X., Gao Y., Peng X., Hu N., Chen M. Phase, microstructure and mechanical properties evaluation of AlCoCrFeNi high-entropy alloy during mechanical ball milling. *Intermetallics*, 2021, vol. 138, p. 107310. DOI: 10.1016/j.intermet.2021.107310.

25. Shivam V., Shadangi Y., Basu J., Mukhopadhyay N.K. Evolution of phases, hardness and magnetic properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy processed by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, vol. 832, p. 154826. DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.154826.

26. Liu G., Lu Z., Zhang X. Nano-structure evolution and mechanical properties of $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}_{2.1}$ ($x = 0, 0.3, 0.7, 1.0, 1.3$) high-entropy alloy prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Nanomaterials*, 2024, vol. 14 (7), p. 641. DOI: 10.3390/nano14070641.

27. Zhao M., Huang L., Zhang K., Xiong K., Guo D., Feng W. Effect of Nb content on the properties of $\text{Al}_{0.1}\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 2025, vol. 37, pp. 5578–5592. DOI: 10.1016/j.jmrt.2025.07.146.

28. Nesterova E.D., Bobkova T.I., Goshkoderya M.E., Kashirina A.A., Yakovleva N.V. Mikroplazmennoe napylenie funktsional'nykh pokrytii iz mekhanicheskii sintezirovannykh kompozitsionnykh poroshkov ekvatomnoi sistemy AlNiCoFeCr [Microplasma deposition of functional coatings made of mechanically synthesized composite powders of the AlNiCoFeCr equiatomic system]. *Voprosy materialovedeniya*, 2025, vol. 1 (121), pp. 24–39. DOI: 10.22349/1994-6716-2025-121-1-24-39. (In Russian).

29. Rogal Ł., Szklarz Z., Bobrowski P., Kalita D., Garzeł G., Tarasek A., Szlezzynger M. Microstructure and mechanical properties of Al–Co–Cr–Fe–Ni base high entropy alloys obtained using powder metallurgy. *Metals and Materials International*, 2019, vol. 25 (4), pp. 930–945. DOI: 10.1007/s12540-018-00236-5.

30. Mohanty S., Maity T.N., Mukhopadhyay S., Sarkar S., Gurao N.P., Bhowmick S., Biswas K. Powder metallurgical processing of equiatomic AlCoCrFeNi high entropy alloy: microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, vol. 679, pp. 299–313. DOI: 10.1016/j.msea.2016.09.062.

31. Faraji A., Farvizi M., Ebadzadeh T., Kim H.S. Microstructure, wear performance, and mechanical properties of spark plasma-sintered AlCoCrFeNi high-entropy alloy after heat treatment. *Intermetallics*, 2022, vol. 149, p. 107656. DOI: 10.1016/j.intermet.2022.107656.

32. Kratochvíl P., Průša F., Thürlöva H., Strakošová A., Karlík M., Čech J., Cabibbo M. The role of the preparation route on microstructure and mechanical properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, vol. 30, pp. 4248–4260. DOI: 10.1016/j.jmrt.2024.04.090.

33. Guyon J., Hazotte A., Monchoux J.P., Bouzy E. Effect of powder state on spark plasma sintering of TiAl alloys. *Intermetallics*, 2013, vol. 34, pp. 94–100. DOI: 10.1016/j.intermet.2012.11.005.

34. Jiang H., Han K., Li D., Cao Z. Synthesis and characterization of AlCoCrFeNiNb_x high-entropy alloy coatings by laser cladding. *Crystals*, 2019, vol. 9 (1), p. 56. DOI: 10.3390/cryst9010056.

35. Chen Z., Luo F., Jin H., Peng Z., Shi W., Huang J. Effect of Nb on laves phase formation and wear resistance in laser-cladding CrFeNi medium-entropy alloy coatings. *Coatings*, 2025, vol. 15 (6), p. 667. DOI: 10.3390/coatings15060667.

36. Hsu C.Y., Yeh J.W., Chen S.K., Shun T.T. Wear resistance and high-temperature compression strength of Fcc CuCoNiCrAl_{0.5}Fe alloy with boron addition. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004, vol. 35 (5), pp. 1465–1469. DOI: 10.1007/s11661-004-0254-x.

37. Zhang A., Han J., Su B., Meng J. Tribological properties of AlCoCrFeNi high entropy alloy at elevated temperature. *Mocaxue Xuebao = Tribology*, 2017, vol. 37 (6), pp. 776–783. DOI: 10.16078/j.tribology.2017.06.008.

Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.