

# 深冷处理对 $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$ 高熵合金组织和性能的影响

谢思晨<sup>1, 2</sup>, 张伟<sup>1, 2</sup>, 齐浩<sup>1, 2</sup>, 李广龙<sup>1, 2</sup>, 李荣德<sup>1, 2</sup>, 曲迎东<sup>1, 2</sup>

(1. 沈阳工业大学材料科学与工程学院, 辽宁沈阳 110870;

2. 辽宁省高校轻金属材料与工程重点实验室, 辽宁沈阳 110870)

**摘要:** 采用非自耗真空电弧熔炼炉制备了  $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$  高熵合金, 利用液氮对其进行了不同时间的深冷处理, 分析了深冷处理时间对该合金微观组织和性能的影响。结果表明: 随着深冷处理时间的延长,  $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$  高熵合金的晶粒尺寸先减小后增大, 合金晶界处析出B2纳米相, 其体积分数呈现先增加后减小的趋势。深冷处理对  $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$  高熵合金具有细晶强化和沉淀强化的作用。当深冷时间为24 h时, 合金的硬度、压缩屈服强度和摩擦磨损性能均达到最大值, 其硬度和屈服强度分别为HV 607.5和1 259.9 MPa, 相比于铸态合金分别提升了18.7%和5.2%, 其平均摩擦系数由铸态合金的0.89减小至0.66。

**关键词:** 高熵合金; 深冷处理; 压缩性能; 维氏硬度; 摩擦磨损性能

## 作者简介:

谢思晨(1997-), 女, 硕士, 主要研究方向为金属凝固理论及铸造合金新材料。电话: 13629561286, E-mail: 358180413@qq.com

## 通讯作者:

张伟, 男, 博士, 讲师。电话: 17702474801, E-mail: zwei@sut.edu.cn

中图分类号: TG139;  
TG113

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2024)  
04-0469-07

## 基金项目:

辽宁省自然科学基金(No. 2021-BS-150); 辽宁省教育部科学技术计划项目(No. LJKZ0116)。

## 收稿日期:

2023-05-15 收到初稿,  
2023-12-29 收到修订稿。

2004年由Cantor等人<sup>[1]</sup>和Yeh等人<sup>[2]</sup>首次提出的高熵合金概念改变了传统合金的设计理念, 由于高熵合金表现出的优异力学性能, 如较高的强度和硬度<sup>[3-4]</sup>、优异的耐摩擦磨损性能<sup>[5-6]</sup>等, 而引起了广大学者的关注。

深冷处理技术作为从普通冷处理的基础上衍生的一项新技术, 由于其能有效提高传统合金的力学性能, 而且操作简捷, 无污染和成本较低<sup>[7]</sup>, 因此被广泛应用于传统合金<sup>[8-11]</sup>。Li等人<sup>[8]</sup>探究了深冷处理对低碳高合金马氏体轴承钢组织和力学性能的影响, 发现深冷处理可促进细小碳化物颗粒形成, 从而使深冷处理试样的硬度高于传统热处理试样。Wannaprawat等人<sup>[9]</sup>分析了深冷处理时间对CuBeZr合金中析出物转变的影响, 结果表明, 随着深冷时间的增加, 分布在 $\alpha$ 相基质周围的沉淀物数量增加, 沉淀物形状由球状变为棒状, 合金具有更高的硬度和更好的耐磨性。上述研究表明, 深冷处理能有效提高传统合金的力学性能。目前, 为实现高熵合金的力学性能的进一步提升, 一些学者对高熵合金也进行了深冷处理研究, 其中大多数聚焦于将深冷处理和热处理相结合, 基于位错强化<sup>[12]</sup>、沉淀强化<sup>[13]</sup>等强化方式使合金具有突出的力学性能, 然而对高熵合金进行单独深冷处理的探索<sup>[14]</sup>鲜有报道。

本文选取AlCrFeNi系高熵合金为试验对象, 研究不同深冷处理时间对  $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$  高熵合金的相组成、显微组织形貌以及力学性能的影响, 重点分析深冷处理后显微组织的变化规律, 探究深冷处理后  $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$  高熵合金力学性能提升的强化机制。

## 1 试验材料及方法

采用纯度大于99.99%的Al、Cr、Fe、Ni块状金属作为原料, 在高纯氩气保护气氛及电磁搅拌的环境中熔炼制备  $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$  (at.%) 高熵合金铸锭。从铸锭芯部区域切取多个尺寸为10 mm × 10 mm × 10 mm的样品。将部分样品置于液氮罐中分别放置12 h、24 h、36 h和48 h进行深冷处理(-196 °C), 随后置于空气中使其恢复室温。本研究中, 铸态及进行不同时间深冷处理的试样(深冷时间由低到高)分别被

命名为DCT1-DCT5。利用岛津7000型X射线衍射分析仪对试样进行物相和晶体结构分析，扫描角度范围为 $20^{\circ}\sim 100^{\circ}$ ，扫描速度为 $4^{\circ}/\text{min}$ 。利用GeminiSEM 300扫描电子显微镜（SEM）对试样的组织形貌进行观察。从不同试样上切取透射样品并机械研磨至厚度 $40\ \mu\text{m}$ ，冲制后采用10%的高氯酸和90%的酒精混合溶液作为双喷电解液进行试样减薄。利用JEM-2100透射电子显微镜（TEM）对试样进行微观组织分析。采用UH250万能硬度计对经过打磨抛光的试样进行维氏硬度测试，加载力为 $49\ \text{N}$ ，加载停留时间为 $5\ \text{s}$ 。采用MFT-4000多功能往复材料磨损试验机对试样进行摩擦磨损试验，选用直径为 $11.5\ \text{mm}$ 的 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 钢球为摩擦副，施加的摩擦载荷为 $20\ \text{N}$ ，试验频率为 $0.5\ \text{Hz}$ ，摩擦长度为 $5\ \text{mm}$ 。采用LEXT OLS4000激光共聚焦显微镜观察往复摩擦磨损试验后试样的三维磨痕形貌。从各状态试样上切取出 $\Phi 4\ \text{mm}\times 6\ \text{mm}$ 的圆柱形压缩试样。采用电

子万能试验机（CSS-55100）对各试样进行室温压缩性能测试，应变速率为 $10^{-3}\ \text{mm/s}$ 。

## 2 试验结果

### 2.1 晶体结构

图1a为铸态（DCT1）和经过不同深冷处理时间后 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金的XRD图谱。可以看出，DCT1是由三种晶体结构（BCC、B2和FCC）组成。经深冷处理后，DCT2~DCT5合金的晶体结构没有明显变化。BCC相和B2相（110）晶面的衍射峰强度随着深冷处理时间的增加先增加后减小，当深冷时间为 $24\ \text{h}$ 时，DCT3试样的（110）晶面的衍射峰强度达到最高，表明该试样中BCC相和B2相的体积分数有所增加。此外，所有试样中FCC相的衍射峰强度都很小，表明该高熵合金中FCC相的含量很低，主要以BCC+B2相为主导。

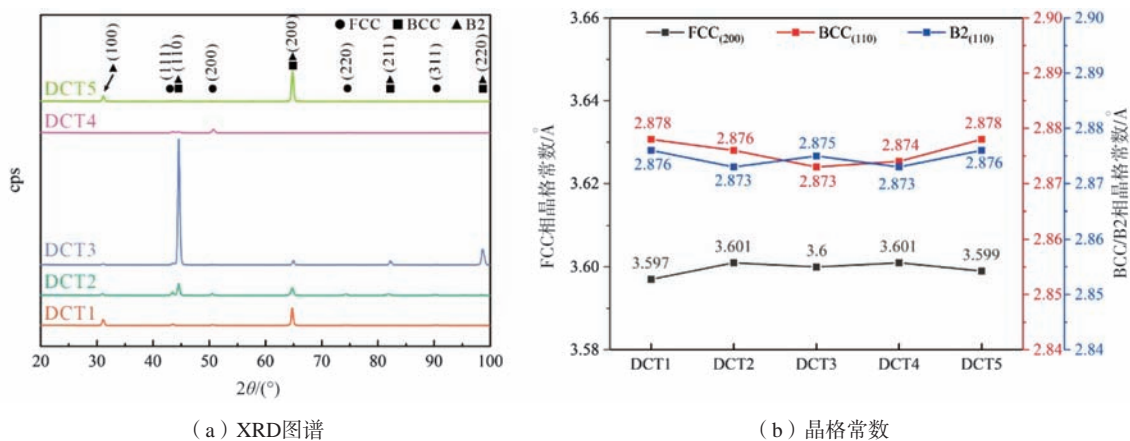


图1 铸态和不同深冷处理时间后 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金的XRD图谱和各相的晶格常数

Fig. 1 XRD patterns of  $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$  high-entropy alloy in as-cast and cryogenically treated states and the lattice parameters of each phase

根据布拉格方程和立方点阵的晶面间距 $d$ 的计算公式：

$$2d\sin\theta=n\lambda \quad (1)$$

$$d=a/(h^2+k^2+l^2)^{1/2} \quad (2)$$

式中： $a$ 是晶格常数， $d$ 是 $(hkl)$ 晶面的晶面间距， $\theta$ 是衍射角， $n$ 是衍射级数， $\lambda$ 是X射线的波长。

通过XRD图谱和布拉格方程计算得到图1b中 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金经不同深冷处理时间后FCC相、BCC相和B2相的晶格常数。据研究报道，深冷处理会改变晶格常数<sup>[15]</sup>。随着深冷处理时间的延长，FCC相的晶格常数 $a$ 有所增加。BCC相和B2相具有相似的晶体结构，因此其晶格常数较为接近，深冷处理在一定程度上会致使两者的晶格常数 $a$ 有所降低。晶格常数的变化将引起晶面间距的变化，而深冷处理的结果是产生应力而非消除应力<sup>[12]</sup>，进而表明对该合金进行的深冷

处理会致使试样产生一定的应变<sup>[16]</sup>。当晶格常数 $a$ 增加时，晶面间距 $d$ 也相应增大，表明残余拉应力增大。相反，当晶格常数 $a$ 减小时，晶面间距 $d$ 也减小，表明残余压应力增大。

结合XRD图谱，利用Scherrer公式<sup>[17]</sup>计算不同状态下 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金的平均晶粒直径 $d$ ：

$$B\cos\theta_B=\frac{K\lambda}{d} \quad (3)$$

式中： $\lambda$ 为铜 $K_\alpha$ 靶的辐射波长， $\lambda=0.154\ \text{nm}$ ， $K=0.943$ ，为布拉格衍射角， $B$ 为XRD所得半高宽（FWHM）。DCT1-DCT5高熵合金的平均晶粒尺寸计算结果如表1所示。

从表1可以看出，深冷处理后 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金的平均晶粒尺寸 $d$ 相对于DCT1试样均有所降低，随着深冷时间的延长呈现出先减小后增大的趋势。当深冷时间为 $24\ \text{h}$ 时，DCT3试样的平均晶粒尺寸达到最小

表1 不同状态下Al<sub>1.2</sub>CrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub>高熵合金的半高宽和平均晶粒尺寸

Table 1 FWHM and average grain size of Al<sub>1.2</sub>CrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub> high-entropy alloy under different state

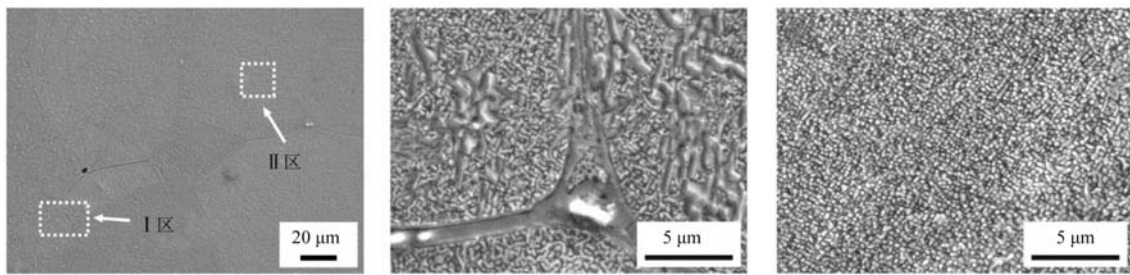
项目	DCT1	DCT2	DCT3	DCT4	DCT5
B/(°)	0.46	0.48	0.55	0.52	0.47
d/nm	21.19	20.44	18.10	19.72	20.76

值18.10 nm。深冷处理导致该合金晶粒尺寸减小主要归因于深冷处理时的持续低温引起试样产生冷缩内应力，

使得合金组织发生塑性变形，进而促进晶粒细化<sup>[18]</sup>。

### 2.2 显微组织和元素分布

图2a是铸态试样DCT1的低倍SEM图，可以看出DCT1试样主要由等轴晶组织构成。图2b是图2a中晶界交汇处（I区域）的高倍SEM图，可以明显观察到由晶界到晶内延伸出的编织状形貌。图2c是图2a等轴晶内部区域（II区域）的高倍SEM图，从图中则可明显观察到由纳米级别的球状以及部分棒状组织组成的微观结构，这是Spinodal分解的典型特征<sup>[19]</sup>。



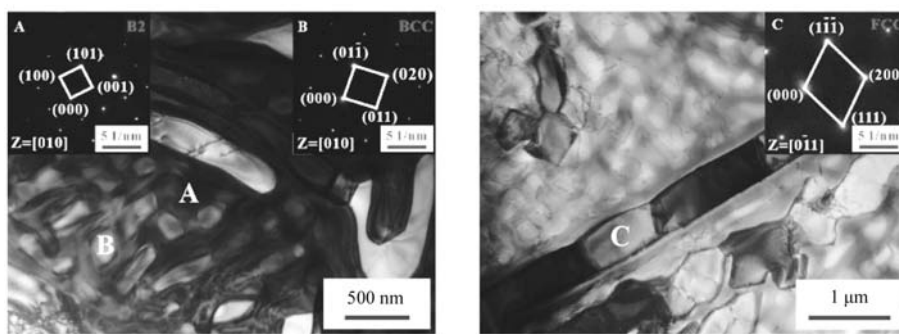
(a) 低倍SEM图 (b) I区域, 高倍 (c) II区域, 高倍

图2 DCT1的显微组织  
Fig. 2 Microstructure of DCT1

利用TEM对DCT1试样的微观形貌和相组成进行了更详细的分析。图3a是DCT1试样中Spinodal分解结构的明场TEM图（对应于等轴晶内部区域）和其对应的选区电子衍射斑点。从图3a可看出该结构是由交替的深色的A区域和灰色球状或棒状的B区域组成的。结合图3a（左上角）和图3a（右上角）中对A区域和B区域

的选区电子衍射图分析，深色的A区域被确认为沿[010]晶带轴的B2相，而浅色的B区域则是沿[010]晶带轴的BCC相。图3b为DCT1样品晶界区域的明场TEM图，其对应的选区电子衍射斑点为图3b（右上角），分析表明该组织是沿[01]晶带轴的FCC相。

表2为DCT1试样在A、B和C区域中各元素原子分



(a) A和B区域 (b) C区域

图3 DCT1的A、B和C区域的明场TEM图和选区电子衍射图

Fig. 3 Bright field TEM and selected area electron diffraction patterns of A, B and C regions of DCT1

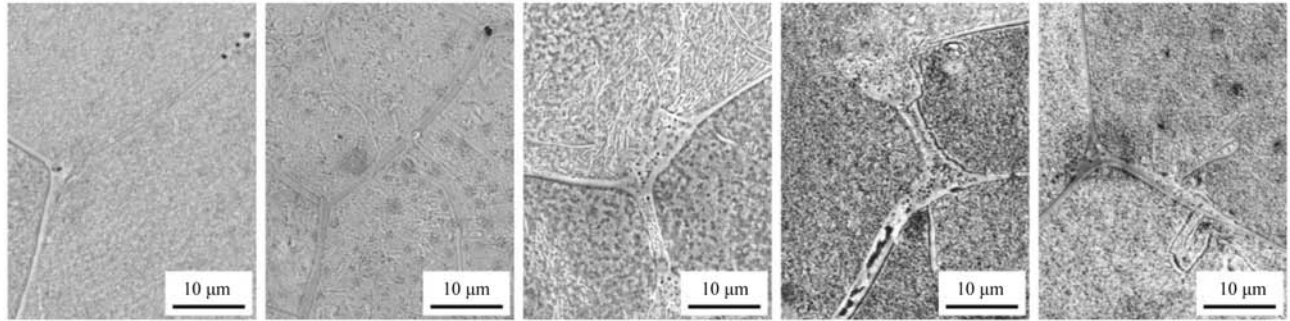
表2 图3中各区域的元素原子分数  
Table 2 Atomic percentages of each element in fig.3 at.%

区域	相	Al	Cr	Fe	Ni
A	B2	27.61	5.48	18.18	48.73
B	BCC	1.18	41.57	51.51	5.74
C	FCC	2.73	26.68	47.68	22.91

数的EDS能谱分析结果。可以看出，A区域的B2相富含Al、Ni元素，B区域的BCC相则富含Fe和Cr元素，C区域FCC相则富含Fe、Cr和Ni元素。

铸态和不同深冷处理后Al<sub>1.2</sub>CrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub>高熵合金的SEM组织形貌如图4所示。随着深冷处理的进行和深冷时间的延长，DCT1~DCT5试样沿晶界分布组织的平





(a) DCT1 (b) DCT2 (c) DCT3 (d) DCT4 (e) DCT5

图4 铸态和不同深冷处理时间后 $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$ 高熵合金的显微组织

Fig. 4 Microstructure of  $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$  high-entropy alloy in as-cast and cryogenically treated states

均宽度依次为 $0.90\ \mu\text{m}$ 、 $1.11\ \mu\text{m}$ 、 $1.88\ \mu\text{m}$ 、 $1.27\ \mu\text{m}$ 和 $0.97\ \mu\text{m}$ 。相比于未进行深冷处理的DCT1试样，DCT2~DCT5试样的晶界宽度都略有增加，且随着深冷处理时间的延长，晶界宽度先增加后降低，这与晶界上析出相的存在有关。

通过DCT3试样的高倍SEM图（图4c）可明显观察到其晶界中有大量细小的纳米沉淀析出。使用TEM对图4c中DCT3晶界处的纳米沉淀（I区域）进行相分析，其明场TEM图如图5所示。I区域选区电子衍射斑点（图5右上角）和EDS能谱分析结果（图5中上）分析表明，I区域是沿 $\{110\}$ 为晶带轴的富含Al和Ni元素的B2相。相对于DCT3试样，通过图4各区域的高倍SEM图也观察到DCT1和DCT2试样的晶界组织中有极少的B2纳米沉淀析出，且随着深冷时间的进一步延长，DCT4和DCT5试样的晶界组织中B2纳米沉淀的体积分数逐渐减小，这与该高熵合金在深冷处理过程中因体积收缩引起晶粒内发生塑性变形，从而加剧晶格畸变致使元素长程扩散缓慢，造成晶体的生长速度受到抑制有关<sup>[16]</sup>。

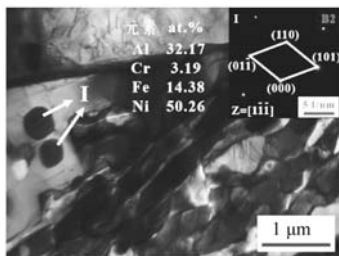


图5 DCT3的晶界明场TEM图和I区域选区电子衍射图及EDS结果分析

Fig. 5 Grain boundary bright field TEM and I region selected area electron diffraction and EDS analysis of DCT3

### 2.3 力学性能

对铸态和不同深冷处理时间后 $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$ 高熵合金的进行维氏硬度和压缩测试所得结果如图6所示。从图6中可以看出，深冷处理致使 $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$ 高熵合金的

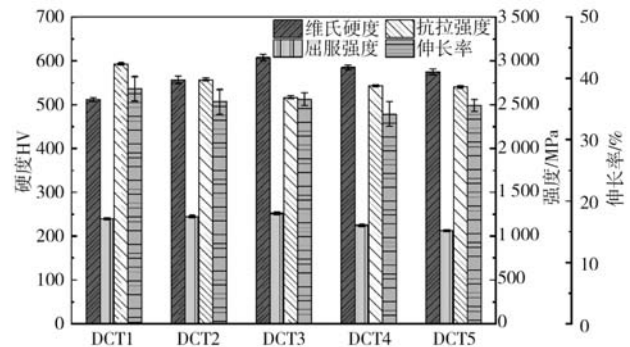


图6 铸态和不同深冷处理时间后 $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$ 高熵合金的力学性能  
Fig. 6 Mechanical properties of  $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$  high-entropy alloy in as-cast and cryogenically treated states

维氏硬度和屈服强度均有不同程度的增加。随着深冷处理时间的延长，硬度值和屈服强度值呈现先增大后减小的趋势。当深冷处理时间为24 h时，DCT3试样的硬度和屈服强度分别达到了最大值HV 607.5和1 259.9 MPa，相比于DCT1试样分别增长了18.7%和5.2%。此外，经过不同深冷时间的处理后，合金的塑性应变相比于DCT1都有所降低，其中DCT3样品的塑性应变下降幅度最小，仅为2.1%。分析表明， $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$ 高熵合金具有较大体积分数的BCC和B2相组成的Spinodal分解微观结构，而该结构不能容纳较大塑性变形。深冷处理后合金的晶粒产生适度的细化，晶粒阻碍滑移的作用有所增强，晶界同样阻碍着塑性变形。因此，在综合作用下，深冷处理后的合金强度和硬度有所提高而塑性有所降低。

### 2.4 摩擦磨损

上述测试结果表明 $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$ 高熵合金具有较高的硬度，因此可以预测其在耐磨材料领域中具有潜在的应用前景。图7是铸态和不同处理时间后 $Al_{1.2}CrFe_2Ni_2$ 高熵合金往复摩擦磨损试验后的三维形貌。可以看出，DCT1试样的磨痕深度较大，而DCT2~DCT5试样

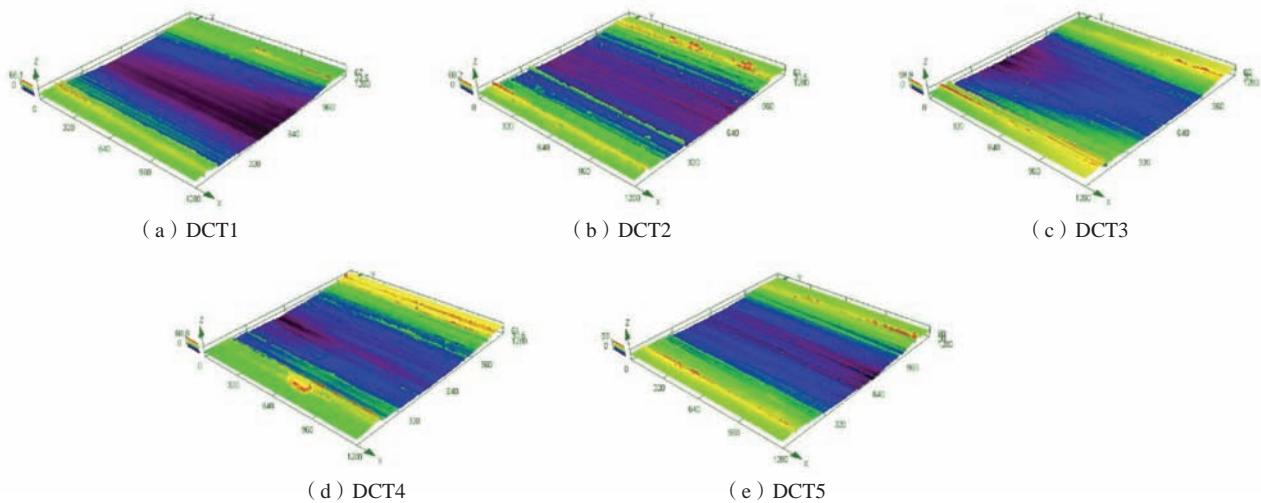


图7 铸态和不同处理时间后 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金往复摩擦磨损试验后的三维磨痕形貌

Fig. 7 3D morphologies after the reciprocating friction and wear test of  $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$  high-entropy alloy in as-cast and cryogenically treated states

的磨痕深度则明显有所减低，其中当深冷处理24 h时，DCT3试样的磨痕深度最小。图8是根据DCT1~DCT5试样的往复摩擦磨损试验得到的试样平均摩擦系数柱状图。可以看出， $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金的平均摩擦系数随着深冷处理时间的增加先显著降低再轻微升高。DCT3试样的平均摩擦系数最小，为0.66。通常情况下，在相同的磨损条件下，合金的摩擦系数越小其耐磨性能越优异，这表明DCT3试样的耐磨性能最优异。此外，经过不同深冷处理时间后该高熵合金的摩擦系数都有所降低，该结果与DCT1-DCT5试样的三维磨痕形貌相一致，表明深冷处理能够显著提高 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金的摩擦磨损性能。

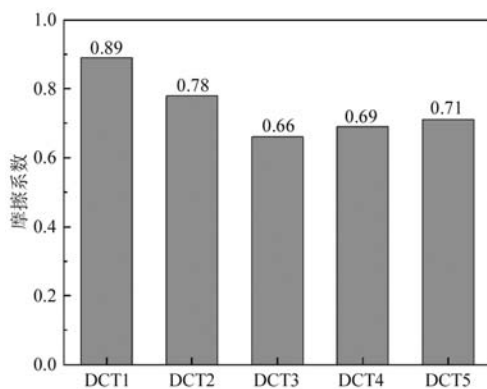


图8 铸态和不同深冷处理时间后 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金的平均摩擦系数柱状图

Fig. 8 Average friction coefficient of  $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$  high-entropy alloy in as-cast and cryogenically treated states

### 3 分析讨论

综上所述，根据各状态下 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金的微观结构和力学性能的分析结果表明，深冷处理可以

实现 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金的强度提升，但也会造成其延展性有所下降。深冷处理后合金硬度和屈服强度的强化和及其造成优异摩擦磨损性能的强化机制分析讨论如下。

一方面是细晶强化，较小的晶粒可以提供更多的晶界，并更好地阻碍位错的运动，提高合金的强度。根据常规晶界强化Hall-Petch公式<sup>[20]</sup>表明，晶粒尺寸对高熵合金的屈服强度产生显著影响，晶粒尺寸越小，其对屈服强度的贡献就越高。根据表1所计算的晶粒尺寸可发现，深冷处理可以使 $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金产生细晶强化。随着深冷处理时间的延长， $\text{Al}_{1.2}\text{CrFe}_2\text{Ni}_2$ 高熵合金的平均晶粒尺寸先减小后增大，其中DCT3试样的晶粒尺寸最小，即DCT3试样的最小晶粒尺寸对屈服强度的增加具有最大的贡献。这主要是因为细晶粒使塑性变形所受外力作用可以分散到更多的晶粒中，使塑性变形更均匀，应力集中更低<sup>[21]</sup>，同时较多的晶界会产生更多的位错障碍，使材料的硬度和屈服强度更高。因此DCT1-DCT5试样的硬度和屈服强度与晶粒尺寸是负相关的关系，硬度和屈服强度都随着深冷时间的延长先增大后减小，其中DCT3试样的硬度和屈服强度最高。

另一方面则是沉淀强化。结合图4中DCT1-DCT5试样晶界中B2相纳米球状沉淀析出，由于随着深冷处理时间的变化，引起晶体内部冷缩内应力的变化，导致合金内部发生微塑性变形<sup>[22]</sup>，合金中的自由能增加，固溶体稳定性降低，导致了原子缓慢扩散的临界值有所降低，进而导致部分元素在基质上发生了偏析<sup>[23]</sup>。由于Al和Ni元素的混合焓是Al-Cr-Fe-Ni高熵合金所有二元体系中最底的<sup>[24]</sup>，混合焓差大的元素容易发生偏析，更倾向于形成原子对<sup>[25]</sup>，因此B2相以AlNi

富集的球状纳米沉淀析出。析出沉淀的界面和基体相界面是位错运动的高能屏障，位错很容易被钉住或积聚在这些地方，形成高密度的位错带、位错细胞或位错壁<sup>[26]</sup>。在这种情况下，由于FCC相和B2相是非共格关系<sup>[27]</sup>。因此B2纳米相的界面和FCC基体相界面是位错运动的有效屏障，B2纳米相的析出致使移动的位错停滞或积聚，形成位错缠结和塞积。随着深冷处理时间的延长，B2纳米相的体积分数先增加后减小，则位错密度先增加后减小，其中DCT3试样的晶界中B2纳米相的体积分数显著增加，其对于位错的阻碍作用最为明显，因此DCT3试样的力学性能最好。

## 4 结论

(1) 深冷处理可以显著细化Al<sub>1.2</sub>CrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub>高熵合金的晶粒尺寸，随着深冷处理时间的延长，晶粒尺寸先减小后增大。当深冷处理时间为24 h时，DCT3试样的晶粒尺寸减小到18.10 nm，与DCT1相比较缩小了14.6%。

(2) Al<sub>1.2</sub>CrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub>高熵合金由BCC/B2相Spinodal分解结构和沿晶界分布的少量FCC相组成。随着深冷处理时间的延长，晶界中析出B2纳米相，其体积分数先增加后减小。当深冷处理时间为24 h时，DCT3的晶界组织中产生大量B2纳米相，这与该高熵合金在深冷处理过程中因体积收缩和塑性变形加剧晶格畸变致使元素长程扩散缓慢所造成的晶体生长速度受到抑制有关。

(3) 深冷处理可以促使Al<sub>1.2</sub>CrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub>高熵合金产生细晶强化和沉淀强化效应，合金的硬度、压缩屈服强度和摩擦磨损性能呈现为先增大后减小的趋势。当深冷时间为24 h时，DCT3试样的晶粒尺寸最小，B2纳米相的体积分数显著增加，FCC和BCC相中的位错密度均达到最高值，其硬度、屈服强度和摩擦磨损性能最优异，相比于铸态试样，其硬度增长至HV 607.5，提升了18.7%，屈服强度增加至1 259.9 MPa，提升了5.2%，摩擦系数均值由0.89降低至0.66。

### 参考文献:

- [1] LI W D, XIE D, LI D Y, et al. Mechanical behavior of high-entropy alloys [J]. *Progress in Materials Science*, 2021, 118: 100777.
- [2] SUN B H, LU W J, GAULT B, et al. Chemical heterogeneity enhances hydrogen resistance in high-strength steels [J]. *Nature Materials*, 2021, 20 (12): 1629-1634.
- [3] 刘帅宾, 翟秋亚, 刘洋, 等. Ti<sub>x</sub>(Fe<sub>15</sub>Co<sub>35</sub>Ni<sub>35</sub>Cr<sub>15</sub>)<sub>100-x</sub>高熵合金的微结构与力学性能 [J]. *铸造*, 2021, 70 (2): 200-205.
- [4] 温立哲, 黄元盛. Al<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub>TiCoCrCu<sub>0.5</sub>FeMo高熵合金组织和硬度研究 [J]. *特种铸造及有色合金*, 2021, 41 (8): 992-995.
- [5] 吴苏瑞, 张树玲, 张瑞峰, 等. 不同元素对CoCrFeNi系高熵合金涂层影响的研究现状 [J]. *特种铸造及有色合金*, 2023, 43 (1): 12-16.
- [6] 马明星, 朱达川, 王志新, 等. AlCoCrCuFe高熵合金的组织结构与摩擦磨损性能 [J]. *工程科学与技术*, 2018, 50 (4): 208-213.
- [7] 黄传明, 罗永华. 深冷处理技术在金属材料中的应用与进展 [J]. *冶金与材料*, 2018, 38 (5): 124+126.
- [8] LI D H, HE W C, ZHANG X, et al. Effects of traditional heat treatment and a novel deep cryogenic treatment on microstructure and mechanical properties of low-carbon high-alloy martensitic bearing steel [J]. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2021, 28: 370-382.
- [9] WANNAPRAWAT N, TUCHINDA K. Study of deep cryogenic treatment process effect on microstructure and properties of CuBeZr alloy [J]. *Key Engineering Materials*, 2020, 4874: 335-339.
- [10] YANG Z, LIU Z, LIANG J, et al. Elucidating the role of secondary cryogenic treatment on mechanical properties of a martensitic ultra-high strength stainless steel [J]. *Materials Characterization*, 2021, 178: 111277.
- [11] BANSAL A, SINGLA A K, DWIVEDI V, et al. Influence of cryogenic treatment on mechanical performance of friction stir Al-Zn-Cu alloy weldments [J]. *Journal of Manufacturing Processes*, 2020, 56: 43-53.
- [12] LI H G, HUANG Y J, ZHAO W J, et al. Overcoming the strength-ductility trade-off in an additively manufactured CoCrFeMnNi high entropy alloy via deep cryogenic treatment [J]. *Additive Manufacturing*, 2022, 50: 102546.
- [13] LI H, ZHAO W, CHEN T, et al. Beneficial effects of deep cryogenic treatment on mechanical properties of additively manufactured high entropy alloy: cyclic vs single cryogenic cooling [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2022, 115 (20): 40-51.
- [14] LI G R, ZHOU Z C, WANG H M, et al. Research on microstructure and mechanical properties of FeCoNi<sub>1.5</sub>CuB<sub>0.5</sub>Y<sub>0.2</sub> high entropy alloy treated by cryogenic treatment [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, 907: 164310.
- [15] WANG Y, LIU B, YAN K, et al. Probing deformation mechanisms of a FeCoCrNi high-entropy alloy at 293 and 77 K using in situ neutron diffraction [J]. *Acta Materialia*, 2018, 154: 79-89.
- [16] XIONG Y, MA Y, ZOU L, et al. N-doping induced tensile-strained Pt nanoparticles ensuring an excellent durability of the oxygen reduction reaction [J]. *Journal of Catalysis*, 2020, 382: 247-255.
- [17] 王有琼, 段琼芬, 孙龙, 等. 超细负载型Ni/SiO<sub>2</sub>催化剂用于虫白蜡加氢反应 [J]. *合成化学*, 2005, 13 (4): 403-405.



- [18] WANG Y M, MA E, CHEN M W. Enhanced tensile ductility and toughness in nanostructured Cu [J]. Applied Physics Letters, 2002, 80 (13): 2395–2397.
- [19] TRIPATHY B, MALLADI S R K, BHATTACHARJEE P P. Development of ultrafine grained cobalt-free AlCrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub> high entropy alloy with superior mechanical properties by thermo-mechanical processing [J]. Materials Science & Engineering A, 2022, 831: 142190.
- [20] JIANG L, FU H, ZHANG H, et al. Physical mechanism interpretation of polycrystalline metals' yield strength via a data-driven method: A novel Hall–Petch relationship [J]. Acta Materialia, 2022, 231: 117868.
- [21] 温识博, 杨伟, 石祥聚, 等. 晶粒取向及有序相对Fe-6.5%Si合金丝材塑性的影响 [J]. 材料研究学报, 2018, 32 (4): 6.
- [22] JIA L, FANG Q, LIAW P K, et al. Effects of temperature and strain rate on plastic deformation mechanisms of nanocrystalline high-entropy alloys [J]. Intermetallics, 2020, 120: 106741.
- [23] SOTO A O, SALGADO A S, NIO E B. Thermodynamic analysis of high entropy alloys and their mechanical behavior in high and low-temperature conditions with a microstructural approach [J]. Intermetallics, 2020, 124: 106850.
- [24] TAKEUCHI A, INOUE A. Classification of bulk metallic glasses by atomic size difference, heat of mixing and period of constituent elements and its application to characterization of the main alloying element [J]. Materials Transactions, 2005, 46 (12): 2817–2829.
- [25] MIRACLE D B, SENKOV O N. A critical review of high entropy alloys and related concepts [J]. Acta Materialia, 2017, 122: 448–511.
- [26] YANG W, GONG M, YAO J. Hardening induced by dislocation core spreading at disordered interface in Cu/Nb multilayers [J]. Scripta Mater, 2021, 200: 1–4.
- [27] QU W, HOU Y, LI W, et al. Microstructure control and strength improvement of La<sub>0.005</sub>Al<sub>0.17</sub>FeCoCrNiMn high entropy alloy by rapid solidification and aging treatment [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 874: 159960.

---

## Effect of Cryogenic Treatment on Microstructure and Properties of Al<sub>1.2</sub>CrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub> High Entropy Alloy

XIE Si-chen<sup>1,2</sup>, ZHANG Wei<sup>1,2</sup>, QI Hao<sup>1,2</sup>, LI Guang-long<sup>1,2</sup>, LI Rong-de<sup>1,2</sup>, QU Ying-dong<sup>1,2</sup>

(1. School of materials science and engineering, Shenyang University of technology, Shenyang 110870, Liaoning, China; 2. Key Laboratory of Light Metal Materials and Engineering at Universities of Liaoning Province, Shenyang 110870, Liaoning, China)

### Abstract:

Al<sub>1.2</sub>CrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub> high entropy alloy ingot was prepared by non-consumable vacuum arc melting furnace, and cryogenic treatment was carried out for different time by liquid nitrogen. The effect of cryogenic treatment time on the microstructure and properties of the alloy was analyzed. The results showed that with the extension of cryogenic treatment time, the grain size of Al<sub>1.2</sub>CrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub> high entropy alloy decreased first and then increased, and B2 nanophase precipitated at the grain boundary of the alloy, and its volume fraction increased first and then decreased. Cryogenic treatment had the effect of fine grain strengthening and precipitation strengthening on Al<sub>1.2</sub>CrFe<sub>2</sub>Ni<sub>2</sub> high entropy alloy. When the cryogenic time was 24 h, the hardness, compressive yield strength and friction and wear properties of the alloy reached the maximum. The hardness and yield strength were HV 607.5 and 1 259.9 MPa, respectively, which were 18.7% and 5.2% higher than those of the as-cast alloy. The average friction coefficient decreased from 0.89 to 0.66.

### Key words:

high entropy alloy; cryogenic treatment; compression performance; Vickers hardness; friction and wear properties