



ISSN 1995-2732 (Print), 2412-9003 (Online)

УДК 669.017.14

DOI: 10.18503/1995-2732-2026-24-2-82-92

ВЛИЯНИЕ КРИОГЕННОЙ АСИММЕТРИЧНОЙ ПРОКАТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА CoCrFeNi

Вы Ю.¹, Ю Х.^{1,2}, Песин А.М.², Пустовойтов Д.О.²¹Центральный Южный университет, Чанша, Китай²Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия

Аннотация. Постановка задачи (актуальность работы). Высокоэнтропийный сплав (ВЭС) CoCrFeNi является материалом с низкой энергией дефекта упаковки, что облегчает образование двойников в процессе пластической деформации при криогенных температурах. Эквивалентный состав и простая однофазная ГЦК-структура делают этот сплав одним из наиболее перспективных для промышленного освоения. Однако в литом состоянии ВЭС CoCrFeNi обладает невысокими пределом текучести (≈ 200 МПа) и пределом прочности (≈ 500 МПа). Обычные методы пластической обработки не могут в полной мере реализовать потенциал упрочнения ВЭС CoCrFeNi, поэтому его механические и эксплуатационные характеристики нуждаются в дальнейшем улучшении. Для решения проблемы повышения механических свойств ВЭС CoCrFeNi может быть применен метод асимметричной криогенной прокатки. Криогенная деформация может способствовать формированию нанодвойников, а скоростная асимметрия – формированию микрополос сдвига с высокой плотностью дислокаций и переходу механизма деформации от скольжения дислокаций к двойникованию. Соответственно, исследование механизмов деформации и упрочнения, реализующихся в ВЭС CoCrFeNi при асимметричной криогенной прокатке, является актуальным. **Цель работы.** Исследование влияния процесса асимметричной криогенной прокатки на микроструктуру и механические свойства высокоэнтропийного сплава CoCrFeNi. **Используемые методы.** Изготовление ВЭС CoCrFeNi выполнялось в лаборатории Центрального южного университета (Чанша, Китай) методом вакуумной левитационной плавки. Микроструктуру и механические свойства ВЭС CoCrFeNi исследовали как в литом состоянии, так и после прокатки по трем различным вариантам: 1) прокатка (симметричная) при комнатной температуре (25 °С); 2) криогенная (симметричная) прокатка (-196 °С); 3) асимметричная криогенная прокатка (-196 °С). Асимметричную криогенную прокатку также осуществляли в лаборатории Центрального южного университета (Чанша, Китай) на четырехвалковом реверсивном стане в рабочих валках одинакового диаметра 80 мм при соотношении скоростей валков $v_1/v_2 = 1,3$. Для создания криогенных условий прокатки использовали жидкий азот. Исходные прямоугольные листовые заготовки размером 3×50×150 мм прокатывали за несколько проходов по четырем вариантам до толщины 2,4, 1,8, 1,2 и 0,6 мм соответственно. Испытания образцов на растяжение проводили с использованием универсальной машины Shimadzu AGS-X 10 кН. Однородность распределения химических элементов определяли методом энергодисперсионной спектроскопии (EDS) (Oxford X-Max20). Анализ методом EBSD проводился с использованием детектора Nordly Max3, подключенного к сканирующему электронному микроскопу с полевой эмиссией JSM-7800F. EBSD-анализ осуществлялся с помощью программного обеспечения Aztec Crystal. Микроструктуру образцов, прокатанных с общей деформацией 80%, дополнительно исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа Philips CM200 (FEG-TEM). **Результат.** ВЭС CoCrFeNi после асимметричной криогенной прокатки с суммарным обжатием 80% достигал наибольшей прочности (1,45 ГПа) среди трех вариантов прокатки. Установлено, что высокая прочность ВЭС была обусловлена нанодвойниками, формирование которых было вызвано накопленными внутри дефектами упаковки при асимметричной криогенной прокатке. **Практическая значимость.** Результаты исследования могут быть использованы для оптимизации режимов пластической деформации высокоэнтропийного сплава CoCrFeNi и улучшения его механических характеристик, требуемых для применения в экстремальных условиях эксплуатации.

Ключевые слова: высокоэнтропийный сплав CoCrFeNi, криогенная асимметричная прокатка, скоростная асимметрия, деформация, микроструктура, механические свойства

Исследования выполнены за счет гранта Российского научного фонда № 25-79-31018, <https://rscf.ru/project/25-79-31018/>.

© Вы Ю., Ю Х., Песин А.М., Пустовойтов Д.О., 2026

Для цитирования

Влияние криогенной асимметричной прокатки на микроструктуру и механические свойства высокоэнтропийного сплава CoCrFeNi / Вы Ю., Ю Х., Песин А.М., Пустовойтов Д.О. // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2026. Т. 24. №2. С. 82-92. <https://doi.org/10.18503/1995-2732-2026-24-2-82-92>



Контент доступен под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.
The content is available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

INFLUENCE OF ASYMMETRIC CRYOGENIC ROLLING ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF A CoCrFeNi HIGH-ENTROPY ALLOY

Wu Y.¹, Yu H.^{1,2}, Pesin A.M.², Pustovoytov D.O.²

¹Central South University, Changsha, China

²Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia

Abstract. Problem Statement (Relevance). The CoCrFeNi high-entropy alloy (HEA) is a low-stacking-fault-energy material, which facilitates twin formation during plastic deformation at cryogenic temperatures. Its equiatomic composition and simple single-phase face-centered cubic (FCC) structure make this alloy one of the most promising candidates for industrial applications. However, in the as-cast condition, the CoCrFeNi HEA exhibits relatively low yield strength (≈ 200 MPa) and ultimate tensile strength (≈ 500 MPa). Conventional plastic deformation techniques cannot fully exploit the strengthening potential of the CoCrFeNi HEA; therefore, its mechanical and service properties require further improvement. One promising approach to enhancing the mechanical properties of the CoCrFeNi HEA is asymmetric cryogenic rolling. Cryogenic deformation can promote the formation of nanotwins, while velocity asymmetry between the rolls can facilitate the formation of shear bands with a high dislocation density and induce a transition in the deformation mechanism from dislocation slip to deformation twinning. Therefore, investigating the deformation and strengthening mechanisms operating in the CoCrFeNi HEA during asymmetric cryogenic rolling is of significant scientific and practical interest. **Objectives.** The research is aimed at investigation of the effect of asymmetric cryogenic rolling on the microstructure and mechanical properties of the CoCrFeNi high-entropy alloy. **Methods Applied.** The CoCrFeNi HEA was produced at the Central South University (Changsha, China) using vacuum levitation melting. The microstructure and mechanical properties of the alloy were studied both in the as-cast state and after three different rolling conditions: (1) symmetric rolling at room temperature (25°C); (2) symmetric cryogenic rolling (-196°C); and (3) asymmetric cryogenic rolling (-196°C). The asymmetric cryogenic rolling experiments were also carried out at Central South University (Changsha, China) using a four-high reversing mill with work rolls of equal diameter (80 mm) and a specified roll speed ratio $v_1/v_2 = 1,3$. Liquid nitrogen was used to create cryogenic rolling conditions. Initial sheet specimens with dimensions of $3 \times 50 \times 150$ mm were rolled in several passes to final thicknesses of 2.4, 1.8, 1.2, and 0.6 mm. Tensile tests were performed using a Shimadzu AGS-X 10 kN universal testing machine. The homogeneity of elemental distribution was evaluated by energy-dispersive spectroscopy (EDS) using an Oxford X-Max20 unit. Electron backscatter diffraction (EBSD) analysis was carried out using a Nordlys Max3 detector attached to a JSM-7800F field-emission scanning electron microscope. EBSD data were processed using Aztec Crystal software. The microstructure of samples subjected to a total reduction of 80% was additionally examined using a Philips CM200 field-emission gun transmission electron microscope (FEG-TEM). **Results.** The CoCrFeNi HEA subjected to asymmetric cryogenic rolling with a total thickness reduction of 80% achieved the highest strength among the three rolling conditions, reaching 1.45 GPa. It was established that this superior strength resulted from the formation of nanotwins generated by the accumulation of stacking faults during asymmetric cryogenic rolling. **Practical Relevance.** The results of this study can be used to optimize plastic deformation regimes for the CoCrFeNi high-entropy alloy and improve its mechanical performance for applications under extreme service conditions.

Keywords: CoCrFeNi high-entropy alloy, asymmetric cryogenic rolling, roll speed asymmetry, deformation, microstructure, mechanical properties.

The research was carried out at the expense of the grant of the Russian Science Foundation No. 25-79-31018, <https://rscf.ru/project/25-79-31018/>.

For citation

Wu Y., Yu H., Pesin A.M., Pustovoytov D.O. Influence of Asymmetric Cryogenic Rolling on the Microstructure and Mechanical Properties of a CoCrFeNi High-Entropy Alloy. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2026, vol. 24, no. 2, pp. 82-92. <https://doi.org/10.18503/1995-2732-2026-24-2-82-92>

Введение

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) относятся к перспективным высокопрочным и высоковязким материалам, которые демонстрируют превосходные механические свойства в экстремальных условиях эксплуатации [1-7]. При криогенных температурах

ВЭС обладают повышенной прочностью при одновременно высоких пластических свойствах, а также характеризуются высокой вязкостью разрушения. ВЭС не только сохраняют свою пластичность при очень низких температурах, но часто демонстрируют её улучшение. Это явление связано с активацией и взаимодействием множественных механизмов де-

формации, таких как скольжение дислокаций, дефекты упаковки, двойникование и фазовое превращение. При высоких температурах ВЭС сохраняют хорошую термостабильность. Все это определяет огромный потенциал применения ВЭС в различных отраслях промышленности.

В связи с неизбежными литейными дефектами и грубой исходной структурой ВЭС в литом состоянии для получения более совершенных высококачественных изделий требуются специальные методы пластической обработки ВЭС. Асимметричная прокатка и криогенная прокатка относятся к специальным методам, реализующим большие пластические деформации [8-12]. Эти методы в сравнении с традиционной прокаткой обладают наилучшим эффектом упрочнения различных металлов и сплавов. По сравнению с другими известными методами больших пластических деформаций (кручение под высоким давлением, равноканальное угловое прессование и т.д.) асимметричная прокатка и криогенная прокатка позволяют обрабатывать листы относительно большого размера и наиболее подходят для промышленного применения в крупномасштабном производстве наноструктурированных материалов [9]. Криогенная прокатка может эффективно подавлять динамический возврат [13] и повышать эффективность накопления дислокаций. Более высокая плотность дислокаций обеспечивает больше центров зародышеобразования во время отжига, что приводит к формированию более мелких зерен. Асимметричная прокатка преобразует часть или всю силу трения, которая при традиционной (симметричной) прокатке препятствует пластической деформации в силу сдвига, которая, наоборот, облегчает пластическую деформацию металла. В сравнении с деформацией сжатия сдвиговая деформация приводит к формированию более мелких зерен [8]. Процесс асимметричной криогенной прокатки сочетает в себе преимущества как криогенной прокатки, так и асимметричной прокатки [9].

Высокоэнтропийный сплав CoCrFeNi является материалом с низкой энергией дефекта упаковки, что облегчает образование двойников в процессе пластической деформации при криогенных температурах. Эквивалентный состав и простая однофазная ГЦК-структура делают этот сплав одним из наиболее перспективных для промышленного освоения [12]. ВЭС CoCrFeNi обладает превосходной прочностью и вязкостью и показывает чрезвычайно высокий потенциал улучшения механических свойств в низкотемпературных средах, что делает его пригодным для криогенной формовки, которая может дополнительно улучшить его характеристики [14].

В литом состоянии ВЭС CoCrFeNi обладает невысокими пределом текучести (≈ 200 МПа) и пределом прочности (≈ 500 МПа). Обычные методы пластической обработки, такие как холодная (симметричная) прокатка, аккумулирующая прокатка, равноканальное угловое прессование, кручение под высоким давлением, а также другие процессы не могут в полной мере реализовать потенциал упрочнения ВЭС

CoCrFeNi, поэтому его механические и эксплуатационные характеристики все еще нуждаются в дальнейшем улучшении [15-18].

Для решения проблемы повышения механических свойств ВЭС CoCrFeNi может быть применен метод асимметричной криогенной прокатки. Криогенная деформация может способствовать формированию нанодвойников, а скоростная асимметрия – формированию микрополос сдвига с высокой плотностью дислокаций и переходу механизма деформации от скольжения дислокаций к двойникованию [15-18].

Однако в настоящее время исследования процессов асимметричной криогенной прокатки относительно ограничены, а существующие работы в основном сосредоточены на традиционных сплавах алюминия, меди, титана и др. [13, 19, 20]. Кроме того, механизмы деформации и упрочнения, реализующиеся в ВЭС CoCrFeNi при асимметричной криогенной прокатке, требуют дальнейшего изучения.

Целью данной работы являлось исследование влияния процесса асимметричной криогенной прокатки на микроструктуру и механические свойства высокоэнтропийного сплава CoCrFeNi. Для сравнения исследовали микроструктуру и механические свойства высокоэнтропийного сплава CoCrFeNi в литом состоянии, а также после симметричной прокатки при комнатной и криогенной температуре. Результаты исследования могут быть использованы для оптимизации режимов пластической деформации высокоэнтропийного сплава CoCrFeNi и улучшения его механических и эксплуатационных характеристик.

Материалы и методы исследования

В качестве материала для исследований использовали эквивалентный высокоэнтропийный сплав (ВЭС) CoCrFeNi, имеющий одну ГЦК-фазу. Исходная заготовка в виде литого слитка была получена методом вакуумной левитационной плавки. Для изготовления ВЭС использовали металлы с чистотой более 99,9%. В процессе вакуумной левитационной плавки, основанной на использовании индуцированного магнитного поля для бесконтактного с тиглем сплавления металлов, обеспечивалась высокая точность поддержания заданной температуры, а также высокая чистота ВЭС. Электромагнитное перемешивание и многократное рафинирование в течение всего процесса плавки дополнительно обеспечивало внутреннюю химическую однородность ВЭС. Из полученного слитка методом электроэрозионной резки были изготовлены прямоугольные листовые заготовки размером $3 \times 50 \times 150$ мм, все поверхности которых были отполированы на шлифовальном станке.

Прокатку осуществляли на четырехвалковом реверсивном стане в лаборатории Центрального южного университета (Чанша, Китай). Характеристики прокатного стана: диаметр опорного вала – 260 мм, диаметр рабочего вала – 80 мм, ширина рабочего вала – 300 мм, максимальное усилие прокатки – 100 тс, скорость прокатки – 1 м/мин. Рассматривали три варианта прокатки: 1) прокатка (симметричная) при

комнатной температуре (25°C); 2) криогенная (симметричная) прокатка (-196°C); 3) асимметричная криогенная прокатка (-196°C). Условия проведения экспериментов представлены в **табл. 1**. Создание режимов симметричной и асимметричной прокатки обеспечивалось путём регулирования соотношения скоростей верхнего и нижнего рабочих валков. При асимметричной криогенной прокатке максимальная скорость составляла 1,3 м/мин. Во всех вариантах прокатку осуществляли без применения смазки в условиях сухого контактного трения. Для криогенной прокатки и асимметричной криогенной прокатки в качестве охлаждающей среды использовался жидкий азот. Перед первым проходом листовую заготовку полностью погружали в жидкий азот и выдерживали не менее 30 мин для стабилизации температуры. Перед каждым проходом образец повторно выдерживали в криогенной камере не менее 10 мин для обеспечения сохранения криогенной температуры при прокатке. Во всех вариантах осуществляли многопроходную прокатку с обжатием за один проход 5%. После различных вариантов прокатки были получены листы толщиной 2,4, 1,8, 1,2 и 0,6 мм, что соответствовало суммарным обжатиям 20, 40, 60 и 80 %.

Листы, симметрично прокатанные при комнатной температуре с различными суммарными обжатиями, обозначены как RTR20, RTR40, RTR60 и RTR80 со-

ответственно. Листы, симметрично прокатанные при криогенной температуре с различными суммарными обжатиями, обозначены как CR20, CR40, CR60 и CR80 соответственно. Листы, асимметрично прокатанные при криогенной температуре с различными суммарными обжатиями, обозначены как ACR20, ACR40, ACR60 и ACR80 соответственно.

После различных вариантов симметричной и асимметричной криогенной прокатки из полученных листов методом электроэрозионной резки были изготовлены образцы для проведения испытаний на растяжение. Образцы вырезались вдоль направления прокатки. Длина рабочей части составляла 13 мм, а ширина – 2,5 мм, как показано на **рис. 1** (RD – направление прокатки, TD – поперечное направление).

Испытания проводили с использованием универсальной машины Shimadzu AGS-X 10 кН. Скорость деформации растяжения при комнатной температуре составляла $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Для обеспечения высокой точности измерений использовался видеоэкстензометр Shimadzu TRView X с абсолютной погрешностью $\pm 1,5$ мкм. Кромки образцов полировались наждачной бумагой SiC 800 и 1500. Ширину и толщину каждого образца перед испытанием на растяжение измеряли с помощью цифрового микрометра с погрешностью $\pm 1,0$ мкм. Каждое испытание повторяли три раза.

Таблица 1. Условия проведения экспериментов
Table 1. Experimental conditions

Наименование процесса	Температура прокатки, °C	Скорость верхнего валка v_1 , м/мин	Скорость нижнего валка v_2 , м/мин	Соотношение скоростей валков $\frac{v_1}{v_2}$	Суммарное обжатие по толщине ε , %
Прокатка при комнатной температуре (RTR)	25	1,0	1,0	1,0	20
					40
					60
					80
Криогенная прокатка (CR)	-196	1,0	1,0	1,0	20
					40
					60
					80
Асимметричная криогенная прокатка (ACR)	-196	1,0	1,3	1,3	20
					40
					60
					80

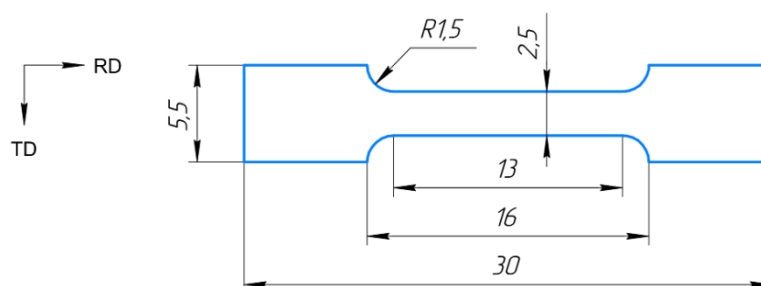


Рис. 1. Размеры образца для испытаний на растяжение
Fig. 1. Dimensions of the tensile test specimen

Однородность распределения химических элементов в высокоэнтропийном сплаве CoCrFeNi определяли методом энергодисперсионной спектроскопии (EDS) (Oxford X-Max20). Образцы для EDS-анализа электрополировали в растворе хлорной кислоты и безводного этанола в соотношении 1:9 при напряжении источника питания 30 В, плотности тока 0,06 А и времени полировки 6 с. Анализ методом EBSD проводился с использованием детектора Nordly Max3, подключенного к сканирующему электронному микроскопу с полевой эмиссией JSM-7800F, с шагом 0,2 мкм. Для подготовки образцов использовался ионный фрезерный станок IM4000. EBSD-анализ осуществлялся с помощью программного обеспечения Aztec Crystal. Микроструктуру образцов, прокатанных с общей деформацией 80%, дополнительно исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа Philips CM200 (FEG-TEM). Для подготовки образцов использовали установку Thermo Fisher Helios G4 PFIB, а также полировальную машину Fischione 1040 NanoMill.

Полученные результаты и их обсуждение

Результаты EDS-анализа показали, что химические элементы Co, Cr, Fe, Ni были равномерно распределены в исходном слитке, без выделений или сегрегации (рис. 2). Исходная микроструктура представлена на рис. 3, а. Доля малоугловых границ зерен (с углами разориентировки менее 10°) очень мала (2,3%). В исходном состоянии микроструктура состояла преимущественно из зерен с большеугловыми границами (рис. 3, б).

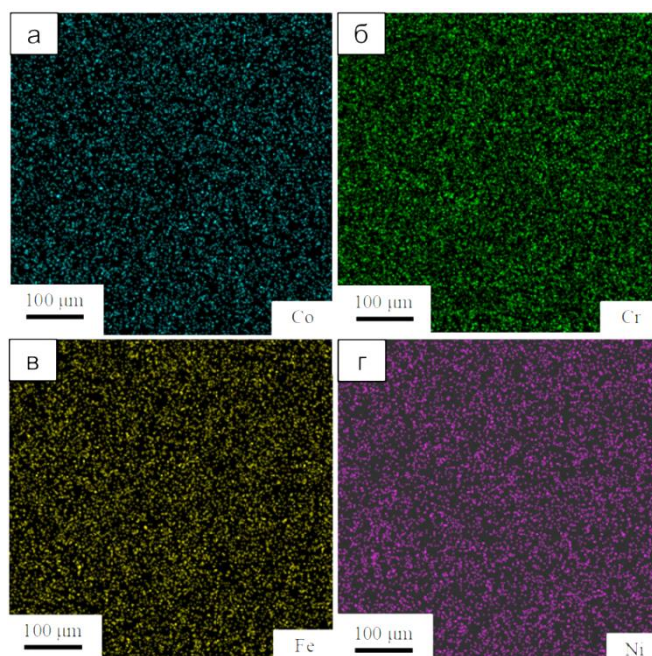


Рис. 2. Распределение химических элементов в литом высокоэнтропийном сплаве CoCrFeNi по результатам EDS-анализа: а – Co; б – Cr; в – Fe; г – Ni

Fig. 2. Distribution of chemical elements in the as-cast CoCrFeNi high-entropy alloy according to EDS analysis results: a is Co; б is Cr; в is Fe; г is Ni

На рис. 4, а-в показаны результаты EBSD-анализа образцов ВЭС после прокатки при комнатной температуре, а также после криогенной прокатки и асимметричной криогенной прокатки с суммарным обжатием 20%. После прокатки при комнатной температуре зерна приобретали слегка вытянутую (эллиптическую) форму вдоль направления прокатки. В зернах наблюдалось мало дислокаций и очень небольшое количество двойников. Это связано с тем, что критическое напряжение сдвига, требуемое для зарождения деформационных двойников, было выше, и для участия большего числа двойников в деформации требовались более высокие напряжения сдвига. В свою очередь, зерна в образцах ВЭС, прокатанных при криогенной температуре (симметрично и асимметрично), претерпели значительные изменения. Зерна приобрели вытянутую полосовидную форму и большое количество дефектов. Наблюдалось большее количество параллельных линий скольжения и двойников.

Среди двух вариантов криогенной прокатки симметрично прокатанный ВЭС демонстрировал более вытянутые полосовидные зерна, в то время как в асимметрично прокатанном ВЭС наблюдались эллиптические зерна, как после прокатки при комнатной температуре, но зерна при этом были меньше по размеру и более однородные. Это связано с особенностями процесса асимметричной прокатки. Соотношение скоростей рабочих валков $\frac{v_1}{v_2} = 1,3$ вызывало дополни-

тельную сдвиговую деформацию в очаге, что способствовало измельчению зерен и делало распределение напряжений сдвига по толщине более равномерным.

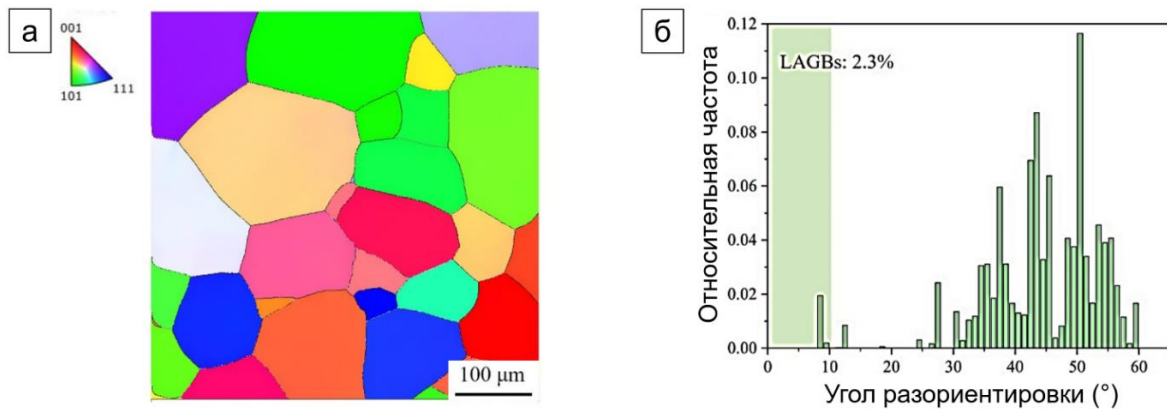


Рис. 3. Исходная микроструктура (а) и частотное распределение углов разориентировки (б)
 Fig. 3. Initial microstructure (a) and misorientation angle distribution (б)

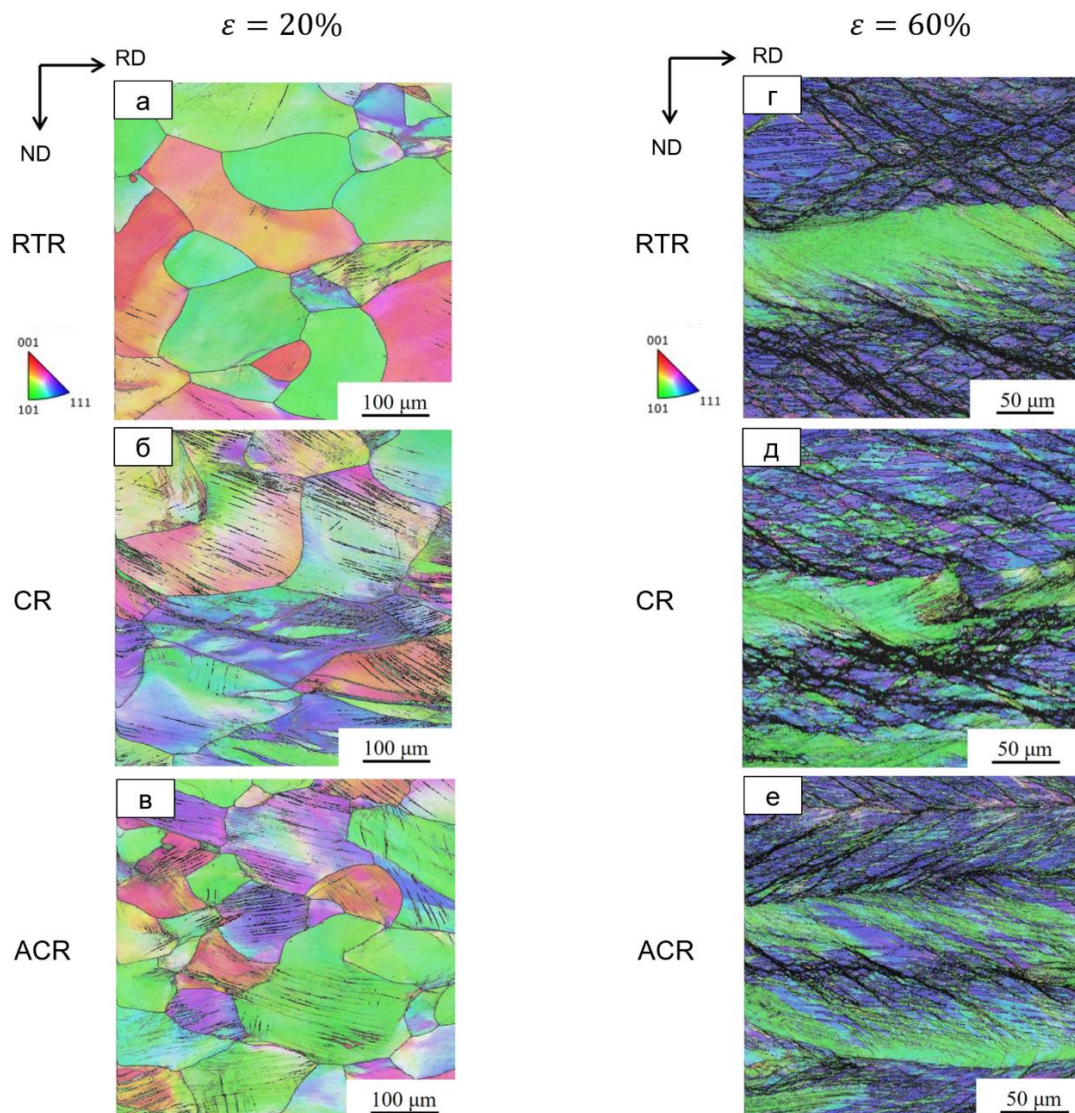


Рис. 4. EBSD-изображение микроструктуры после прокатки при комнатной температуре (RTR), криогенной прокатки (CR), асимметричной криогенной прокатки (ACR):
 а-в – суммарное обжатие 20 %; г-е – суммарное обжатие 60 %
 Fig. 4. EBSD microstructure images after room-temperature rolling (RTR), cryogenic rolling (CR), and asymmetric cryogenic rolling (ACR): а-в are total reduction of 20%; г-е are total reduction of 60%

Металлографический анализ показал, что дислокации концентрировались вблизи границ зерен, линий скольжения и двойников. По сравнению с ВЭС, прокатанным при комнатной температуре, степень концентрации дислокаций в криогенно прокатанных образцах была значительно выше. Причем как при симметричной, так и при асимметричной прокатке. Это связано с тем, что криогенная температура подавляла динамический возврат, вызывая более быстрое накопление дислокаций на ранней стадии деформации.

На **рис. 4, г-е** показаны результаты EBSD-анализа образцов ВЭС после прокатки при комнатной температуре, а также после криогенной прокатки и асимметричной криогенной прокатки с суммарным обжатием 60%. После прокатки при комнатной температуре зерна приобрели сильно деформированное состояние. При величине суммарного обжатия 60 % в ВЭС было активировано больше двойников для участия в деформации, и их ориентация была ближе к направлению прокатки. Появилось много полос сдвига и линий скольжения, похожих на новые границы зерен. Полосы сдвига обычно располагались под углом 30° к направлению прокатки. Образование полос сдвига объяснялось сильной деформацией и разрушением двойников и линий скольжения под действием высоких напряжений при прокатке. Было обнаружено, что с увеличением суммарного обжатия плотность дислокаций увеличивалась. При этом более высокая плотность дислокаций наблюдалась вблизи полос сдвига, линий скольжения и двойников, что указывало на большую локальную деформацию в этих областях.

После криогенной прокатки с суммарным обжатием 60% в структуре образцов наблюдались более выраженные и более крупные полосы сдвига в сравнении со структурой образцов после прокатки при комнатной температуре (см. **рис. 4**). Двойники и линии скольжения наблюдались преимущественно вблизи полос сдвига. Это объяснялось тем, что большее количество двойников при криогенной прокатке подавляло равномерное скольжение дислокаций, что приводило к более выраженным полосам сдвига, адаптирующимся к пластической деформации во время прокатки.

В структуре образцов, полученных методом асимметричной криогенной прокатки с суммарным обжатием 60%, наблюдались более плотные полосы сдвига (см. **рис. 4**). По сравнению с образцами, полученными методом криогенной прокатки, области микрополос сдвига высокой плотности были распределены более равномерно, расстояние между полосами сдвига было уменьшено, а углы некоторых полос сдвига были меньше, чем при симметричной прокатке, что связано с увеличением отношения деформации сдвига к деформации по толщине. При асимметричной криогенной прокатке сдвиговая деформация проникала в центральные слои листовой заготовки, что приводило к более равномерному распределению полос сдвига высокой плотности. Более того, в высокоэнтропийном сплаве CoCrFeNi , прокатанном при комнатной температуре с суммарным обжатием 60%, большинство полос сдвига было окру-

жено дислокациями высокой плотности, чего не наблюдалось в листах, полученных методами криогенной или асимметричной криогенной прокатки. Это объяснялось особенностями активации механизмов двойникования и дислокационного скольжения при большой деформации.

На **рис. 5** представлены ПЭМ-изображения микроструктуры после симметричной прокатки при комнатной и криогенной температуре, а также после асимметричной криогенной прокатки с суммарным обжатием 80%. Отметим, что из-за большой деформации распределение дислокаций в ВЭС становится сильно неоднородным (**рис. 5, а**). Неравномерно распределенные дислокации подразделяют микроструктуру ВЭС на следующие области: дислокационные ячейки (dislocation cells), дислокационные клубки (dislocation tangled zones), двойники (twin), дислокационные стенки высокой плотности (high-density dislocation walls). Кроме того, как показано на **рис. 5**, в образцах также наблюдались дефекты упаковки (SFs). Дислокационные стенки высокой плотности с размытыми границами, параллельными направлению прокатки, были образованы путем реорганизации планарных дислокаций. Отметим, что в сплавах с ГЦК-решеткой дислокационные стенки высокой плотности являются линиями скольжения, хотя дислокационные стенки высокой плотности и двойники имеют схожую полосчатую морфологию, однако при исследовании методом просвечивающей электронной микроскопии границы двойников более четкие, чем границы дислокационных стенок.

После криогенной прокатки нанокристаллы характеризовались сильно вытянутой морфологией с областями дислокационных стенок высокой плотности, а также дислокационными ячейками (**рис. 5, б, в**). Большинство границ зерен были нечеткие и размытые, что соответствовало типичным структурам металла, подвергнутого интенсивной сдвиговой деформации. Кроме того, результаты ПЭМ-анализа показали, что после криогенной прокатки, а также асимметричной криогенной прокатки в образцах наблюдалось большее количество двойников и дефектов упаковки, что обеспечивало лучший эффект упрочнения. Следует отметить, что в образцах после асимметричной криогенной прокатки с суммарным обжатием 80% дефекты упаковки, агрегированные внутри двойников, дополнительно их измельчали, образуя ромбовидные структуры. В результате размер двойников уменьшался как по ширине, так и по длине, что дополнительно усиливало их упрочняющий эффект.

На **рис. 6** представлены результаты испытания образцов на растяжение после прокатки при комнатной температуре (RTR), криогенной прокатки (CR) и асимметричной криогенной прокатки (ACR) с суммарными обжатиями 20, 40, 60 и 80%. Установлено, что предел текучести и предел прочности у листов после криогенной прокатки и асимметричной криогенной прокатки значительно выше, чем у листов, прокатанных при комнатной температуре.

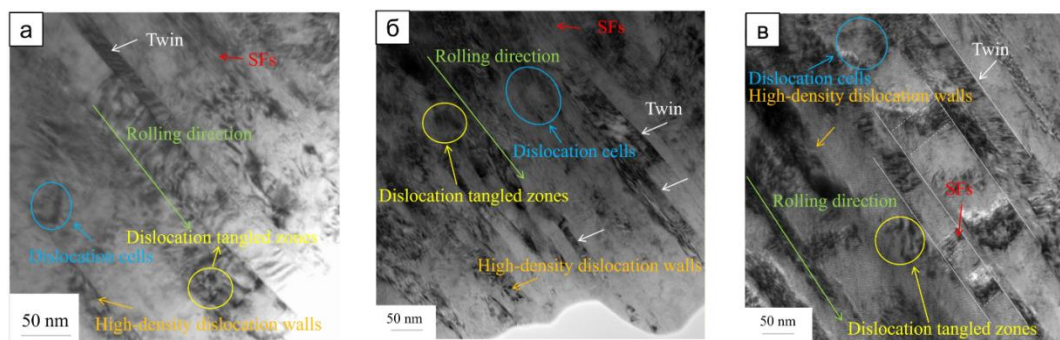


Рис. 5. ПЭМ-изображение микроструктуры после прокатки при комнатной температуре (а), криогенной прокатки (б), асимметричной криогенной прокатки (в) с суммарным обжатием 80%
 Fig. 5. TEM image of the microstructure after room-temperature rolling (a), cryogenic rolling (б), and asymmetric rolling (в) with a total reduction of 80%

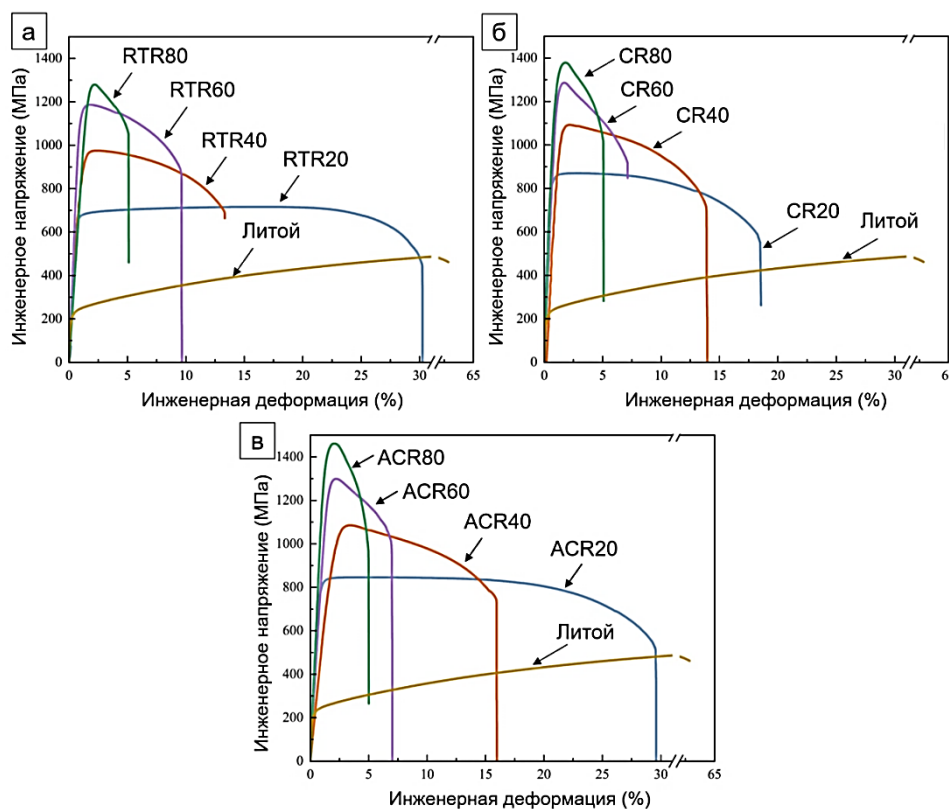


Рис. 6. Результаты испытания образцов на растяжение после прокатки при комнатной температуре (RTR) (а), криогенной прокатки (CR) (б) и асимметричной криогенной прокатки (ACR) (в)
 Fig. 6. Tensile test results for samples after room-temperature rolling (RTR) (а), cryogenic rolling (CR) (б), and asymmetric cryogenic rolling (ACR) (в)

Листы, полученные методом асимметричной криогенной прокатки с суммарным обжатием 20%, демонстрировали более высокую прочность и минимальное снижение пластичности по сравнению с листами, полученными прокаткой при комнатной температуре. Это свидетельствовало о превосходном синергетическом эффекте, обеспечивающем повышенные прочности ВЭС при сохранении его пластичности. После асимметричной криогенной прокатки с суммарным обжатием 40% ВЭС также демонстриро-

вал значительно более высокую прочность, чем ВЭС, прокатанный при комнатной температуре, сохраняя при этом хорошую пластичность. При величине суммарного обжатия 60% механические свойства асимметрично прокатанного ВЭС постепенно выравнивались с механическими свойствами симметрично прокатанного ВЭС при криогенной температуре, но внутренняя микроструктура существенно отличалась, что указывало на различие механизмов их вклада в прочность. При дальнейшем увеличении суммарного

обжатия до 80% асимметрично прокатанный ВЭС демонстрировал максимальное среди трех вариантов прокатки повышение предела прочности до 1,45 ГПа. Предел текучести ВЭС в исходном литом состоянии составлял всего 210 МПа. Однако после асимметричной криогенной прокатки с суммарным обжатием 80% предел текучести увеличился до 1,41 ГПа. При этом он сохранил такое же относительное удлинение, как и ВЭС, симметрично прокатанный при комнатной или криогенной температуре с суммарным обжатием 80%. Это свидетельствовало о том, что асимметричная криогенная прокатка обладает синергетическим эффектом, обеспечивающим повышение прочности ВЭС при сохранении его пластичности.

Заключение

Выполнено исследование микроструктуры и механических свойств высокоэнтропийного сплава CoCrFeNi, обработанного методами симметричной прокатки при комнатной и криогенной температуре, а также методом асимметричной криогенной прокатки с суммарными обжатиями от 20 до 80%.

1. При небольших суммарных обжатиях (20%) криогенная прокатка, а также асимметричная криогенная прокатка оказывали более сильное влияние на повышение прочности ВЭС в сравнении с симметричной прокаткой при комнатной температуре. При небольшой деформации основная роль криогенной температуры заключалась в ускорении накопления дислокаций, что позволяло достичь критического напряжения сдвига, необходимого для зарождения двойников при меньшей деформации. При этом влияние криогенной температуры заключалось не только в дополнительном измельчении зерен и повышении эффективности накопления дислокаций, но и в изменении механизма деформации со скольжения дислокаций, как основного механизма деформации при прокатке при комнатной температуре, на двойникование, которое обычно происходит при большой деформации. Прочность асимметрично прокатанных при криогенной температуре образцов ВЭС была на ≈18% выше, чем прочность образцов, прокатанных при комнатной температуре при сохранении высокой пластичности в обоих случаях. То есть асимметричная криогенная прокатка оказывала лучший синергетический эффект в упрочнении ВЭС при сохранении его пластичности в сравнении с симметричной криогенной прокаткой.

2. По сравнению с прокатанными при комнатной температуре, криогенно прокатанные ВЭС имели более тонкую микроструктуру, в которой присутствовало больше линий скольжения и двойников, активируемых для участия в деформации даже при небольших обжатиях. При этом асимметрично прокатанные при криогенной температуре образцы ВЭС демонстрировали наилучшую однородность микроструктуры. Кроме того, скоростная асимметрия инициировала создание более мелких и равномерно распределенных

микрополос сдвига, способствуя дополнительному измельчению зерен. При асимметричной криогенной прокатке сдвиговая деформация проникала в центральные слои обрабатываемой листовой заготовки, способствуя более равномерному распределению напряжений по толщине.

3. При большой деформации при криогенной температуре рост дислокаций постепенно насыщался, скорость роста снижалась, и двойники полностью активировались, тем самым принимая на себя большую часть деформации, и уменьшая вклад дислокационного скольжения. При асимметричной криогенной прокатке ВЭС дополнительная сдвиговая деформация, вносимая скоростной асимметрией, приводила к формированию более тонких полос сдвига, а также формированию двойников меньшего размера.

4. Высокоэнтропийный сплав CoCrFeNi после асимметричной криогенной прокатки с суммарным обжатием 80 % достигал наибольшей прочности (1,45 ГПа) среди трех вариантов прокатки. При этом ВЭС имел такое же относительное удлинение, как и после симметричной прокатки при комнатной или криогенной температуре с суммарным обжатием 80 %. Дефекты упаковки, агрегированные внутри двойников, дополнительно их измельчали, образуя ромбовидные структуры. В результате размер двойников уменьшался как по ширине, так и по длине, что дополнительно усиливало их упрочняющий эффект. Таким образом, высокая прочность ВЭС была обусловлена нанодвойниками, формирование которых было вызвано накопленными внутри дефектами упаковки при асимметричной криогенной прокатке.

Список источников

1. High entropy alloys: A review of preparation techniques, properties and industry applications / Yang Y.-F., Hu F., Xia T. [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. 2025, vol. 1010, 177691. doi.org/10.1016/j.jallcom.2024.177691.
2. Ремпель А.А., Гельчинский Б.Р. Высокоэнтропийные сплавы: получение, свойства, практическое применение // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия*. 2020. 63(3-4). С. 248-253. doi.org/10.17073/0368-0797-2020-3-4-248-253.
3. George E.P., Raabe D., Ritchie R.O. High-entropy alloys // *Nature Reviews Materials*. 2019, no. 4, pp. 515-534. doi.org/10.1038/s41578-019-0121-4. 551.
4. Miracle D.B., Senkov O.N. A critical review of high entropy alloys and related concepts // *Acta Materialia*. 2017, 122, 448-511. doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081.
5. Шуберт А.В., Коновалов С.В., Панченко И.А. Исследование термических свойств системы высокоэнтропийных сплавов на основе CoCrFeMnNi методом дифференциального термического анализа // *Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова*. 2025. Т. 23. №1. С. 54-61. doi.org/10.18503/1995-2732-2025-23-1-54-61.
6. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications / Gludovatz B., Hohenwarter A., Catoor D. [et al.] // *Science*. 2014, vol. 345, 6201, pp. 1153-1158. DOI: 10.1126/science.1254581.

7. Temperature-dependent hardening contributions in CrFe-CoNi high-entropy alloy / Naeem M., He H., Harjo S. [et al.] // *Acta Materialia*. 2021, vol. 221, 117371. doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117371.
8. Pustovoytov D., Pesin A., Tandon P. Asymmetric (Hot, Warm, Cold, Cryo) Rolling of Light Alloys: A Review // *Metals*. 2021, 11, 956. doi.org/10.3390/met11060956.
9. Special rolling techniques for improvement of mechanical properties of ultrafine-grained metal sheets: A review / Yu H., Lu C., Tieu A.K. [et al.] // *Advanced Engineering Materials*. 2016, 18(5), pp. 754-769.
10. Моделирование немонотонности течения металла при асимметричной тонколистовой прокатке с рассогласованием скоростей валков / Песин А.М., Пустовойтов Д.О., Швеева Т.В. [и др.] // *Вестник Магнитогорского государственного технического университета им Г.И. Носова*. 2017. Т. 15. № 1. С. 56-63. doi 10.18503/1995-2732-2017-15-1-56-63.
11. Jeong H.T., Kim W.J. Effect of roll speed ratio on the texture and microstructural evolution of an FCC high-entropy alloy during differential speed rolling // *Journal of Materials Science & Technology*. 2022, vol. 111, pp. 152-166. doi.org/10.1016/j.jmst.2021.08.038.
12. Deformation mechanism and mechanical properties of a CoCrFeNi high-entropy alloy via room-temperature rolling, cryorolling, and asymmetric cryorolling / Wu Y., Liu S., Luo K. [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. 2023, 960, 170883.
13. Dasharath S.M., Mula S. Microstructural evolution and mechanical properties of low SFE Cu-Al alloys processed by cryorolling followed by short-annealing // *Materials & Design*. 2016, 99, pp. 552-564. doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.095.
14. Excellent ductility and serration feature of metastable CoCrFeNi high-entropy alloy at extremely low temperatures / Liu J., Guo X., Lin Q. [et al.] // *Science China Materials*. 2019, 62(6), pp. 853-863. doi.org/10.1007/s40843-018-9373-y.
15. Effect of cryo-deformation on structure and properties of CoCrFeNiMn high-entropy alloy / Stepanov N., Tikhonovsky M., Yurchenko N. [et al.] // *Intermetallics*. 2015, 59, pp. 8-17. doi.org/10.1016/j.intermet.2014.12.004.
16. Achieving ultra-high strength in a face-centered-cubic FeCrCoNi high entropy alloy through dense nanotwins bundles structure prepared by cryo-rolling / Zeng L., Zeng L., Gao R. [et al.] // *Intermetallics*. 2022, vol. 148, 107638. doi.org/10.1016/j.intermet.2022.107638.
17. Deformation mechanism and mechanical properties of a CoCrFeNi high-entropy alloy via room-temperature rolling, cryorolling, and asymmetric cryorolling / Wu Y., Liu S., Luo K. [et al.] // *Journal of Alloys and Compounds*. 2023, 960, 170883. doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.170883.
18. Phase reversion-induced heterogeneous structure in a ferrous medium-entropy alloy via cryorolling and annealing / Liu S., Luo K., Gu H. [et al.] // *Scripta Materialia*. 2023, 222, 115004. doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.115004.
19. Amit Joshi, Yogesha K.K., Jayaganthan R. Influence of cryorolling and followed by annealing on high cycle fatigue behavior of ultrafine grained Al 2014 alloy // *Materials Characterization*. 2017, vol. 127, pp. 253-271. doi.org/10.1016/j.matchar.2017.02.003.
20. Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Ultrafine-Grained Ti Fabricated by Cryorolling and Subsequent Annealing / Yu H., Wang L., Yan M. [et al.] // doi.org/10.1002/adem.201901463.

References

1. Yang Y.-F., Hu F., Xia T., et al. High entropy alloys: A review of preparation techniques, properties and industry applications. *Journal of Alloys and Compounds*. 2025;1010:177691. doi:10.1016/j.jallcom.2024.177691.
2. Rempel A.A., Gelchinskii B.R. High-entropy alloys: production, properties, and practical applications]. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedeniy. Chernaya Metallurgiya [Izvestiya. Ferrous Metallurgy]*. 2020;63(3-4):248-253. (In Russ.) doi:10.17073/0368-0797-2020-3-4-248-253.
3. George E.P., Raabe D., Ritchie R.O. High-entropy alloys. *Nature Reviews Materials*. 2019;(4):515-534. doi:10.1038/s41578-019-0121-4.
4. Miracle D.B., Senkov O.N. A critical review of high entropy alloys and related concepts. *Acta Materialia*. 2017;122:448-511. doi:10.1016/j.actamat.2016.08.081.
5. Shubert A.V., Konovalov S.V., Panchenko I.A. Investigation of thermal properties of CoCrFeMnNi-based high-entropy alloys by differential thermal analysis. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]*. 2025;23(1):54-61. (In Russ.) doi:10.18503/1995-2732-2025-23-1-54-61.
6. Gludovatz B., Hohenwarter A., Catoor D., et al. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications. *Science*. 2014;345(6201):1153-1158. doi:10.1126/science.1254581.
7. Naeem M., He H., Harjo S., et al. Temperature-dependent hardening contributions in CrFeCoNi high-entropy alloy. *Acta Materialia*. 2021;221:117371. doi:10.1016/j.actamat.2021.117371.
8. Pustovoytov D., Pesin A., Tandon P. Asymmetric (Hot, Warm, Cold, Cryo) Rolling of Light Alloys: A Review. *Metals*. 2021;11:956. doi:10.3390/met11060956.
9. Yu H., Lu C., Tieu A.K., et al. Special rolling techniques for improvement of mechanical properties of ultrafine-grained metal sheets: A review. *Advanced Engineering Materials*. 2016;18(5):754-769.
10. Pesin A.M., Pustovoytov D.O., Shveeva T.V., et al. Modeling of non-monotonic metal flow during asymmetric sheet rolling with roll speed mismatch. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]*. 2017;15(1):56-63. (In Russ.) doi:10.18503/1995-2732-2017-15-1-56-63.
11. Jeong H.T., Kim W.J. Effect of roll speed ratio on the texture and microstructural evolution of an FCC high-entropy alloy during differential speed rolling. *Journal of Materials Science & Technology*. 2022;111:152-166. doi:10.1016/j.jmst.2021.08.038.
12. Wu Y., Liu S., Luo K., et al. Deformation mechanism and mechanical properties of a CoCrFeNi high-entropy alloy via room-temperature rolling, cryorolling, and asymmetric cryorolling. *Journal of Alloys and Compounds*. 2023;960:170883.
13. Dasharath S.M., Mula S. Microstructural evolution and mechanical properties of low SFE Cu-Al alloys processed by cryorolling followed by short-annealing. *Ma-*

- terials & Design. 2016;99:552-564. doi:10.1016/j.matdes.2016.03.095.
14. Liu J., Guo X., Lin Q., et al. Excellent ductility and serration feature of metastable CoCrFeNi high-entropy alloy at extremely low temperatures. *Science China Materials*. 2019;62(6):853-863. doi:10.1007/s40843-018-9373-y.
 15. Stepanov N., Tikhonovsky M., Yurchenko N., et al. Effect of cryo-deformation on structure and properties of CoCrFeNiMn high-entropy alloy. *Intermetallics*. 2015;59:8-17. doi:10.1016/j.intermet.2014.12.004.
 16. Zeng L., Zeng L., Gao R., et al. Achieving ultra-high strength in a face-centered-cubic FeCrCoNi high entropy alloy through dense nanotwins bundles structure prepared by cryo-rolling. *Intermetallics*. 2022;148:107638. doi:10.1016/j.intermet.2022.107638.
 17. Wu Y., Liu S., Luo K., et al. Deformation mechanism and mechanical properties of a CoCrFeNi high-entropy alloy via room-temperature rolling, cryorolling, and asymmetric cryorolling. *Journal of Alloys and Compounds*. 2023;960:170883. doi:10.1016/j.jallcom.2023.170883.
 18. Liu S., Luo K., Gu H., et al. Phase reversion-induced heterogeneous structure in a ferrous medium-entropy alloy via cryorolling and annealing. *Scripta Materialia*. 2023;222:115004. doi:10.1016/j.scriptamat.2022.115004.
 19. Joshi A., Yogesha K.K., Jayaganthan R. Influence of cryorolling and followed by annealing on high cycle fatigue behavior of ultrafine grained Al 2014 alloy. *Materials Characterization*. 2017;127:253-271. doi:10.1016/j.matchar.2017.02.003.
 20. Yu H., Wang L., Yan M., et al. Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Ultrafine-Grained Ti Fabricated by Cryorolling and Subsequent Annealing. doi:10.1002/adem.201901463.

Поступила 10.12.2025; принята к публикации 14.01.2026; опубликована 30.06.2026
Submitted 10/12/2025; revised 14/01/2026; published 30/06/2026

Ву Юдзе – доктор наук, Государственная ключевая лаборатория прецизионного производства для экстремальных условий эксплуатации, Научно-исследовательский институт лёгких сплавов, Центральный южный университет, Чанша, Китай. ORCID 0000-0003-0479-9246

Хайлян Ю – доктор наук, профессор, Государственная ключевая лаборатория прецизионного производства для экстремальных условий эксплуатации, Научно-исследовательский институт лёгких сплавов, Центральный южный университет, Чанша, Китай; приглашённый ведущий ученый лаборатории «Механика градиентных наноматериалов им. А.П. Жилиева», Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия. Email: yuhailiang@csu.edu.cn. ORCID 0000-0001-7959-0717

Песин Александр Моисеевич – доктор технических наук, профессор, заместитель заведующего лабораторией «Механика градиентных наноматериалов им. А.П. Жилиева», Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия. Email: pesin@bk.ru. ORCID 0000-0002-5443-423X

Пустовойтов Денис Олегович – кандидат технических наук, доцент, начальник отдела компьютерного моделирования лаборатории «Механика градиентных наноматериалов им. А.П. Жилиева», Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия. Email: pustovoytov_den@mail.ru. ORCID 0000-0003-0496-0976

Yudze Wu – DrSc (Eng.), State Key Laboratory of Precision Manufacturing for Extreme Service Performance, Light Alloy Research Institute, Central South University, Changsha, China. ORCID 0000-0003-0479-9246

Hailiang Yu – DrSc (Eng.), Professor, State Key Laboratory of Precision Manufacturing for Extreme Service Performance, Light Alloy Research Institute, Central South University, Changsha, China. Invited Leading Scientist of the Zhilyaev Laboratory of Mechanics of Gradient Nanomaterials, Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia. Email: yuhailiang@csu.edu.cn. ORCID 0000-0001-7959-0717

Alexander M. Pesin – DrSc (Eng.), Professor, Deputy Head of the Zhilyaev Laboratory of Mechanics of Gradient Nanomaterials, Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia. Email: pesin@bk.ru. ORCID 0000-0002-5443-423X

Denis O. Pustovoytov – PhD (Eng.), Associate Professor, Head of the Computer Modeling Department of the Zhilyaev Laboratory of Mechanics of Gradient Nanomaterials, Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia. Email: pustovoytov_den@mail.ru. ORCID 0000-0003-0496-0976