



**HAL**  
open science

# Mesures locales des propriétés mécaniques de l'alliage à haute entropie CoCrCuFeNi

Philippe DJEMIA, Florent Tetard, Chen Hui Li

## ► To cite this version:

Philippe DJEMIA, Florent Tetard, Chen Hui Li. Mesures locales des propriétés mécaniques de l'alliage à haute entropie CoCrCuFeNi. CNRIUT 2025 Bayonne - Pays Basque, IUT de Bayonne Pays Basque, Mar 2025, Bayonne, France. ⟨hal-05093377⟩

**HAL Id: hal-05093377**

**<https://hal.science/hal-05093377v1>**

Submitted on 2 Jun 2025

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire HAL, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



HAL Authorization

---

# Mesures locales des propriétés mécaniques de l'alliage à haute entropie CoCrCuFeNi

---

Philippe Djemia<sup>1,\*</sup>

Florent Tétard<sup>1</sup>

[djemia@univ-paris13.fr](mailto:djemia@univ-paris13.fr)

[florent.tetard@univ-paris13.fr](mailto:florent.tetard@univ-paris13.fr)

<sup>1</sup> IUT de Saint Denis, Université Sorbonne Paris Nord  
Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux, UPR 3407

Chen Hui Li<sup>2</sup>

<sup>2</sup> Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux, UPR 3407  
State Key Laboratory of Superlattices and Microstructures, Institute of Semiconductors, Chine

**Thèmes** – *Matériaux - Mécanique*

**Résumé** – *Les propriétés mécaniques intragranulaires de l'alliage polycristallin à haute entropie CoCrCuFeNi obtenu par fusion à arc sont mesurées, en combinant la nanoindentation et la diffusion Brillouin de la lumière. Le paramètre de maille de sa structure cubique face centrée est déterminée par diffraction des rayons X et les orientations cristallines par diffraction des électrons rétrodiffusés. Une ségrégation du Cu aux joints de grains est mise en évidence par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie, avec un appauvrissement progressif en Cu du cœur vers le joint du grain. Ce contraste chimique est également identifié en cartographiant le module d'Young  $E$  et la dureté par indentation  $H$ . Les vitesses du son de l'onde de surface de Rayleigh mesurées par diffusion Brillouin dans quelques grains d'orientation cristallographique choisie, permettent d'évaluer le module élastique de cisaillement  $G$ , connaissant au préalable la masse volumique.*

**Mots-Clés** – *Polycristal, nanoindentation, diffusion Brillouin, élasticité.*

**Section(s) CNU pour cet article** – 28.

**Article présenté à l'oral par un(e) doctorant(e)** – *NON*

## 1 Introduction

Les alliages à haute entropie (HEA) constituent une nouvelle classe d'alliages multicomposants composés d'au moins 5 éléments avec une concentration presque équimolaire [1, 2], ce qui contraste avec les alliages classiques généralement avec un seul élément majoritaire. Bien que constitué de plusieurs éléments différents, le HEA peut former une phase unique stable, appelée solution solide, dans laquelle les éléments chimiques (Co, Cr, Cu Fe et Ni) occupent des positions atomiques particulière dans le réseau cristallin mais de manière aléatoire. Ils peuvent avoir une seule phase cristalline avec un réseau cubique face centré (CFC), cubique centré (CC) ou hexagonal compact (HCP) en raison de la similitude entre chaque constituant. Le grand nombre d'éléments différents conduit à une énergie d'entropie plus élevée, car proportionnelle à ce nombre, favorisant la stabilisation d'une seule phase. Une phase amorphe de HEA, comme le verre de vitre, peut également être produite. Les HEA ont des attributs spécifiques tels que des distorsions locales du réseau, induites par les tailles différentes des atomes [3].

L'alliage CoCrCuFeNi est parmi les premiers HEA étudiés [2]. L'évolution de sa microstructure et de la phase cristalline avec l'ajout d'éléments supplémentaires a été étudiée, en considérant comme exemple Al [4].

Dans ce travail, nous montrons la différence entre les propriétés mécaniques (dans un élément constitutif du polycristal que l'on appelle le grain) et celles moyennes du polycristal CoCrCuFeNi de structure cristalline CFC.

## 2 Méthodes expérimentales

### 2.1 Elaboration, analyses structurale et chimique

L'alliage CoCrCuFeNi à haute entropie d'un pouce de diamètre et 3 mm d'épaisseur a été synthétisée par le procédé de refusion à l'arc plasma à partir de lames de chaque élément avec 99,99 % de pureté. Les éléments sont ainsi mélangés à l'état liquide avant refroidissement et obtention de l'état solide final.

La caractérisation structurale a été réalisée par diffraction des rayons X (DRX) en utilisant une anode au cobalt  $Co_{K\alpha}$  (la longueur d'onde du rayonnement produit est  $\lambda = 0,1789$  nm) pour la mesure du paramètre de maille ( $a$ ) qui est la longueur d'un côté de la maille cristalline (un cube pour CFC). La diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) *in situ* un microscope électronique à balayage de marque Zeiss est utilisée pour déterminée les orientations cristallines des grains constitutifs (les inclinaisons des cubes par rapport à un repère fixe échantillon). La composition chimique (i.e. la fraction de chacun des éléments chimiques de l'alliage) a été

cartographiée localement dans plusieurs grains par microanalyse à rayons X (EDX) à dispersion d'énergie *in situ* le microscope électronique LEO 440.

### 2.2 Propriétés mécaniques

Les vitesses du son des ondes longitudinales ( $V_L$ ) et de cisaillement ( $V_S$ ) ont été mesurées par une technique ultrasonore d type sonar et la technique de diffusion Brillouin de la lumière [5, 6], respectivement. Considérant la masse volumique  $\rho$  mesurée au picnomètre, nous pouvons en déduire les deux constantes élastiques (la moyenne sur un grand nombre de grains) du polycristal,  $C_{11} = \rho(V_L)^2$  et  $C_{44} = \rho(V_S)^2$ .

Le module d'élasticité d'Young ( $E$ ) et la nanodureté ( $H$ ) ont été déterminés par une mesure continue de la rigidité (rapport force/déplacement du pénétrateur), à partir des courbes de force – déplacement, avec un appareil MTS XP. Une cartographie est réalisée au sein de plusieurs grains avec un pénétrateur en diamant de type Berkovich. Les paramètres fixés pour la mesure sont : une profondeur de 2000 nm, un taux de déplacement de  $0,01$  s<sup>-1</sup>, avec des petites oscillations d'amplitude de 2 nm à la fréquence de 45 Hz. Chaque valeur a été calculée dans la plage de profondeur de pénétration de 30-50 nm en utilisant la méthode d'Oliver & Pharr [7]. En complément, le comportement mécanique macroscopique a été obtenu par un essai de traction uniaxiale.

## 3 Résultats et discussions

Le diffractogramme de DRX du HEA synthétisé par fusion à l'arc est présenté dans la figure 1. La position des pics correspond à une structure CFC, ce qui est confirmé par les ratios des distances inter-réticulaires  $d_{hkl}/d_{111}$ , comme il est trouvé également par Thangaraju *et al.* pour un HEA obtenu par mécanosynthèse [8].

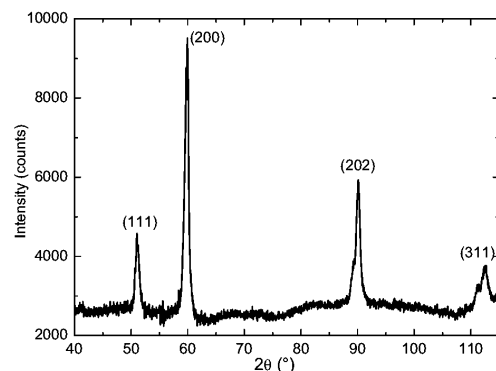


Figure 1 – Diffractogramme de l'alliage de fonderie CoCrCuFeNi avec une anode  $Co_{K\alpha}$ .

Le paramètre de maille de cette phase ( $a = 0,3602$  nm) est en bon accord avec le nôtre ( $0,3596$  nm) et celui de l'alliage de fonderie CoCrFeNiCu [9] ( $0,3579$  nm).

La masse volumique mesurée à l'aide d'un picnomètre est  $7,9645 \pm 0,00269 \text{ g/cm}^3$ . Ce résultat est  $\sim 6 \%$  inférieur à la prédiction par calculs *ab initio* ( $8,478 \text{ g/cm}^3$ ), ce qui peut être une indication de l'existence de porosités, comme nous l'observons sur les images MEB de la figure 2, principalement au joint de grain. La taille des grains est  $\sim 100$  microns et les zones blanches ou noires, en bas de la figure 2, indiquent des zones très riches en cuivre.

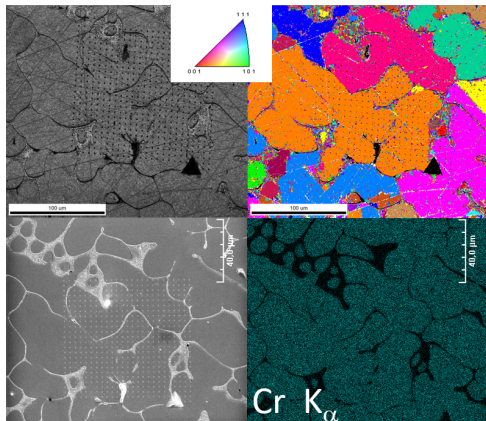


Figure 2 – Micrographie, orientation cristalline et analyse chimique de la zone indentée

Parc *et al.* [10] a déjà observé une dissociation de la phase riche en Cu dans l'alliage CoCrCuFeNi de fonderie, il a également été rapporté que les atomes de Cu ont un pouvoir répulsif important avec les quatre autres éléments à cause d'une liaison Cu-Cu très stable.

Lors de l'essai de traction, la rupture s'est produite à une déformation ( $\sim 10 \%$ ) et une résistance maximale de 330 MPa, trop faible, en relation avec l'existence de porosités.

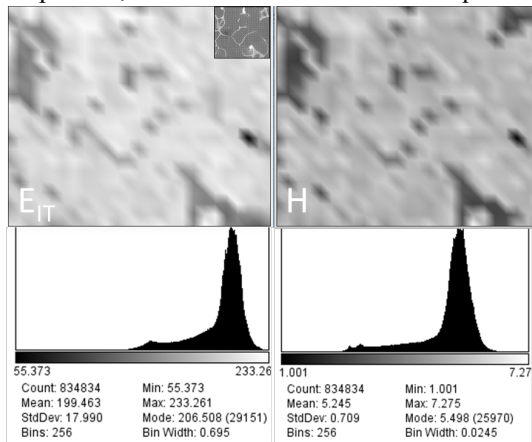


Figure 3 – Cartographie et distribution de  $E$  et  $H$ .

Le module élastique  $E$  obtenu par indentation varie de 55 à 233 GPa (figure 3). La plus grande valeur correspond à l'intérieur d'un grain, la plus faible à la zone riche en Cu. La valeur moyenne ( $199 \pm 18$  GPa) correspond bien à celle calculées par *ab initio* (192 GPa).

Nous avons obtenu la vitesse  $V_L = 4545 \pm 20 \text{ m/s}$  et  $V_S = 2885 \pm 20 \text{ m/s}$ , ce qui correspond aux constantes

élastiques du polycristal :  $C_{11} = 164 \pm 2 \text{ GPa}$  et  $C_{44} = 66 \pm 2 \text{ GPa}$  et  $E = 153 \text{ GPa}$ . Le régime élastique de l'essai de traction a conduit à une valeur  $\sim 150 \text{ GPa}$ , 20% plus faible que les résultats d'indentation ou théoriques.

## 4 Conclusions

L'alliage CoCrCuFeNi obtenu par fusion à l'arc montre une ségrégation du Cu aux joints de grains. Une cartographie du module d'Young et de la dureté met évidence les zones riches en Cu moins rigides. Le module d'indentation et celui calculé par DFT sont 20% plus grand que celui obtenu par des méthodes ultrasonores.

## 5 Remerciements

Les auteurs expriment leurs remerciements à Qing Miao Hu et ses collaborateurs (Institut de Recherche en Métallurgie, IMR, Académie des Sciences de Chine, Shenyang, Chine) pour avoir fourni le matériau.

## Références

- [1] Cantor, B., et al., Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2004. 375: p. 213-218.
- [2] Yeh, J.W., et al., Nanostructured high entropy alloys with multiple principal elements: novel alloy design concepts and outcomes. *Advanced Engineering Materials*, 2004. 6(5): p. 299-303.
- [3] Jien-Wei, Y., Recent progress in high entropy alloys. *Ann. Chim. Sci. Mat*, 2006. 31(6): p. 633-648.
- [4] Tong, C.-J., et al., Microstructure characterization of Alx CoCrCuFeNi high-entropy alloy system with multiprincipal elements. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2005. 36(4): p. 881-893.112
- [5] G. Dirras, L. Lilensten, P. Djemia, M. Laurent-Brocq, D. Tingaud, J.-P. Couzinié, L. Perrière, T. Chauveau, I. Guillot, Elastic and plastic properties of as-cast equimolar TiHfZrTaNb high-entropy alloy, *Materials Science & Engineering A* 654(2016) 3038.131
- [6] B.R. Braeckman, P. Djemia, F. Tétard, L. Belliard, D. Depla, The nanostructure and mechanical properties of nanocomposite Nbx-CoCrCuFeNi thin films, *Surf. Coat. Technol.* 315 (2017) 475483
- [7] W.C. Oliver, G.M. Pharr, *J. Mater. Res.* 19 (1) (2004) 3.
- [8] S. Thangaraju, E. Bouzy, A. Hazotte, Phase Stability of a Mechanically Alloyed CoCrCuFeNi High Entropy Alloy, *Adv. Eng. Mater.* 19 (2017) 1700095.
- [9] X. F. Wang, Y. Zhang, Y. Qiao, G. L. Chen, Novel microstructure and properties of multicomponent CoCrCuFeNiTi alloys, *Intermetallics*, 15 (2007) 357-362.
- [10] N. Park, I. Watanabe, D. Terada, Y. Yokoyama, P.K. Liaw, N. Tsuji. Recrystallization Behavior of CoCrCuFeNi High-Entropy Alloy, *Metall. Mater. Trans. A*, 46 (2014) 1481-1487.