

**STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF HIGH-ENTROPY  
Fe-Ni-Mn-Cr ALLOY SUBJECTED TO HPT**

*Adham Muhammad Musa Abuayash*<sup>1a</sup>, *Rinat Kadykhanovich Islamgaliev*<sup>1</sup>,  
*Konstantin Mikhailovich Nesterov*<sup>1</sup>, *Vil Dayanovich Sitdikov*<sup>1</sup>,  
*Arina Renadovna Sirazeeva*<sup>2</sup>, *Haiming Wen*<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Ufa University of Science and Technology, 32 Z. Validi St., Ufa, 450076, Russia

<sup>2</sup> Missouri University of Science and Technology, Rolla, USA

<sup>a</sup> adhamabuayash4@gmail.com

**ABSTRACT**

The structure and mechanical properties of a high-entropy Fe-Ni-Mn-Cr alloy subjected to high-pressure torsion are investigated in this work. The structure was studied using transmission electron microscopy and X-ray diffraction analysis to determine the average grain size, the presence of twin boundaries, the presence of precipitate particles and crystallographic texture. The tensile mechanical properties of ultrafine-grained samples are determined. The contributions of grain boundaries, twins, dispersed particles, dislocations and solid-solution hardening to the formation of a high-strength state in the ultrafine-grained high-entropy alloy are discussed.

**KEYWORDS**

High-entropy alloys; high pressure torsion (HPT); structure; strength.

**СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО  
СПЛАВА Fe-Ni-Mn-Cr, ПОДВЕРГНУТОГО ИПДК**

*Адхам Мухаммад Муса Абуайаш*<sup>1a</sup>, *Ринат Кадыханович Исламгалиев*<sup>1</sup>,  
*Константин Михайлович Нестеров*<sup>1</sup>, *Виль Даянович Ситдигов*<sup>1</sup>,  
*Арина Ренадовна Сиразеева*<sup>2</sup>, *Хайминг Вэн*<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Уфимский университет науки и технологий, 450076, Россия, Уфа, ул. З. Валиди, 32

<sup>2</sup> Миссурийский университет науки и технологий, США, Ролла

<sup>a</sup> adhamabuayash4@gmail.com

**АННОТАЦИЯ**

Структура и механические свойства высокоэнтروпийного сплава Fe-Ni-Mn-Cr, подвергнутого интенсивной пластической деформации кручением, исследованы в настоящей работе. Исследования структуры проведены методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа с определением среднего размера зерна, присутствия двойниковых

границ, наличия частиц выделений и кристаллографической текстуры. Определены механические свойства на растяжение ультрамелкозернистых образцов. Обсуждаются вклады границ зерен, двойников, дисперсных частиц, дислокаций и твердорастворного упрочнения в формирование высокопрочного состояния в ультрамелкозернистом высокоэнтропийном сплаве.

## КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Высокоэнтропийные сплавы; интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК); структура; прочность.

### Введение

Традиционный подход к созданию новых материалов основан на выборе матрицы, легируемой для достижения требуемых свойств. Недавно предложены многокомпонентные сплавы с близкой к эквиатомной концентрацией элементов, называемые высокоэнтропийными сплавами (ВЭС), благодаря их высокой энтропии смешения. Вследствие этого в ряде ВЭС формируются однофазные твердые растворы, которые имеют ОЦК или ГЦК решетку.

Известны обзоры, в которых приведены результаты экспериментальных исследований структуры и свойств высокоэнтропийных сплавов [1–4], в которые указывается, что в крупнозернистые ВЭС способны демонстрировать повышенные функциональные свойства, такие как твердость, износостойкость, коррозионная стойкость и сверхпластичность.

Вместе с тем, новые возможности в регулировании функциональных свойств ВЭС открывают методы интенсивной пластической деформации (ИПД), которые ведут к формированию ультрамелкозернистой структуры в различных металлах и сплавах [5].

Известна работа [6], в которой использована интенсивная пластическая деформация (ИПДК) применительно к сплаву AlCrFeCoNiCu, но в этой работе основное внимание уделено структурно-фазовым превращениям в процессе такой обработки, тогда как в настоящей работе изучены закономерности повышения функциональных свойств высокоэнтропийного сплава после обработки методом ИПДК.

В качестве материала для исследований выбран недавно разработанный однофазный сплав FeMnNiCr с ГЦК решеткой, который рассматривается как перспективный коррозионностойкий материал для энергетического машиностроения [7, 8].

### 1. Методика проведения исследований

Из литого сплава Fe30wt.-%-Ni30wt.-%-Mn30wt.-%-Cr10wt.-% (цилиндр диаметром 20 мм, длиной 100 мм) вырезали диски диаметром 20 мм и толщиной 1 мм для обработки ИПДК (рис. 1). Образцы помещали между наковальнями, прижимали под гидростатическим давлением 6 ГПа и вращали верхний боек со скоростью 1 обор/мин, выполняя 10 оборотов. ИПДК проводили при температурах 20 °С и 300 °С. Для улучшения прочностных свойств образцы дополнительно отжигали при 450 °С, что обеспечивало максимальную прочность.

Для расчета параметров микроструктуры методом PCA использовали дифрактограммы, снятые на дифрактометре BRUKER D8 ADVANCE в схеме Брегг-Брентано. Сканирование проводили в диапазоне  $2\theta$  от 15° до 148° при Cu-излучении (40 кВ, 40 мА) и скорости 0,5 °/мин с использованием многоканального детектора LYNXEYE. Фазовый анализ выполняли с базой PDF-2 в программе EVA DIFFRAC PLUS, а количественное содержание фаз рассчитывали методом Ритфелда в TOPAS v. 4.2 ([www.bruker.com](http://www.bruker.com)). Параметры решетки, распределение ОКР по размерам и плотности рассчитывали в программе PM2K [9]. Долю краевых/винтовых дислокаций определяли по методике [10].

Уточнение параметров выполняли по результатам анализа дифрактограммы LaB6 с начальными значениями  $\rho = 1,0 \cdot 10^{12} \text{ м}^{-2}$ ,  $\text{mixr} = 0,5$ ,  $\text{Re} = 3,0 \text{ нм}$ .

Исследования микроструктуры проводили на сканирующем электронном микроскопе Thermo Scientific Q250 (30 кВ, диаметр пучка 3 мкм). Для ПЭМ использовали микроскоп JEM-2100 (200 кВ), а образцы готовили методом электрополировки в азотной кислоте при  $-30 \text{ }^\circ\text{C}$  и напряжении 12 В. Микрофотографии и SAED-дифракции снимали на тех же участках образцов.

## 2. Результаты исследований

### 2.1. Результаты механических испытаний

Механические испытания проводили на малых образцах в исходном состоянии, а также в состояниях после ИПДК300 и ИПДК300+ТО. В частности, если в исходном состоянии микротвердость была на уровне 1684 МПа, то после ИПДК300 состави-

ла 4763 МПа. Для увеличения прочностных характеристик образцы ИПДК300 подвергали отжигу при различных температурах. При этом установили, что отжиг образцов ИПДК300 при температуре  $450 \text{ }^\circ\text{C}$  привел к максимальному увеличению микротвердости до 6015 МПа за счет различных структурно-фазовых превращений. Результаты механических испытаний исходных и ИПДК300+ТО образцов приведены в табл. 1. В исходном состоянии сплав характеризуется пределом прочности 462 МПа и достаточно высокой пластичностью на уровне  $\sim 63\%$ . В то же время реализация обработки ИПДК300+ТО привела к увеличению предела прочности более чем в 2,8 раза по сравнению с исходным состоянием. Однако пластичность сплава существенно упала и составила 0,7%. В табл. 1 не представлены данные для состояния ИПДК300, поскольку образцы при механических испытаниях на растяжение, в конце упругой области разрушились.

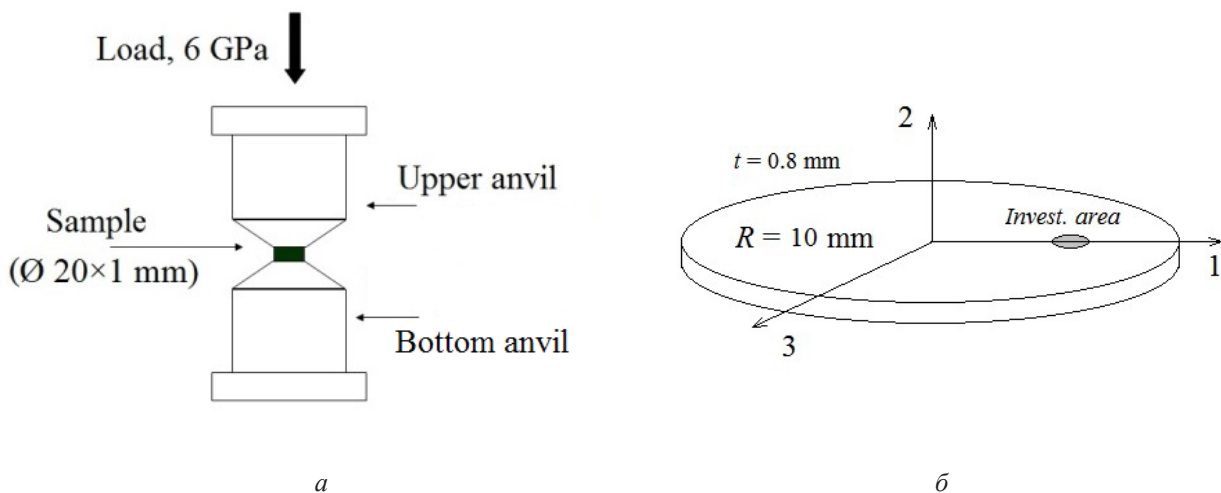


Рис. 1. Схема ИПДК (а) и выбранная область для исследований в образце ИПДК (б)

Fig. 1. The HPT scheme (a) and the selected area for investigations in the HPT sample (b)

Таблица 1. Результаты механических испытаний на растяжение

Table 1. Results of mechanical tensile tests

Состояние / State	$\sigma_B$ , МПа / $\sigma_{UTS}$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа / $\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %
Исходное +ТО $450 \text{ }^\circ\text{C}$ / Initial+ТО $450 \text{ }^\circ\text{C}$	462	159	63,2
ИПДК + ТО $450 \text{ }^\circ\text{C}$ / НРТ+ТО $450 \text{ }^\circ\text{C}$	1331	1300	0,71

2.2. Результаты исследований структуры методом РЭМ.

На рис. 2, а представлена структура сплава в исходном состоянии, которая характеризуется крупными зернами со средним размером 290 мкм. Детальный анализ с привлечением энергодисперсионного анализа показал, что вблизи границ зерен наблюдаются сегрегации атомов Ni и Mn (рис. 2). В то же время, в теле зерен присутствуют также частицы выделений NiMn преимущественно глобулярной формы со средним размером ~23 мкм (рис. 2, б). ЭДС анализ показал,

что содержание атомов Cr в тройных стыках и в частицах значительно меньше, а содержание Mn и Ni значительно больше, в сравнении с равновесным содержанием этих элементов в исследуемом сплаве Fe30wt.%-Ni30wt.%-Mn30wt.%-Cr10wt.% (точки 1, 2, рис. 2, б, в).

ИПДК при 300 °С и последующая термическая обработка при температуре 450 °С привела к дроблению дендритов фазы NiMn (рис. 2, з) с преобразованием их к виду пластинчатых частиц со средним размером 40 мкм в поперечном сечении (рис. 2, з).

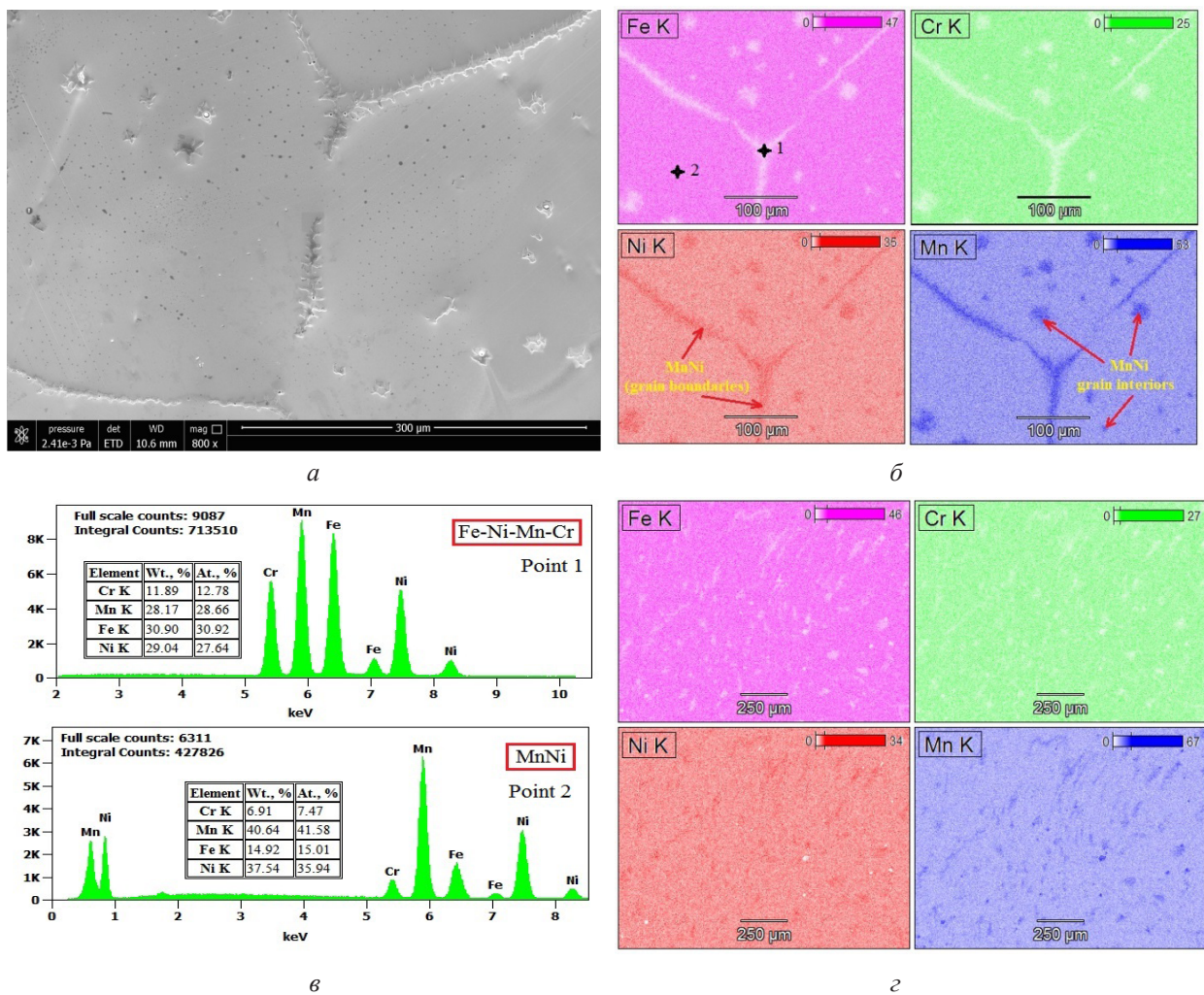


Рис. 2. РЭМ изображение микроstructures исходного сплава (а); распределение элементов в исходном состоянии (б); элементный анализ в тройном стыке (точка 1) и в частице MnNi (точка 2) (в); микроstructure после обработки ИПДК300 °С+ТО (з)

Fig. 2. SEM image of the initial alloy microstructure (a); elemental distribution in the initial state (б); elemental analysis at the triple junction (point 1) and in the MnNi particle (point 2) (в); microstructure after HPT 300 °C + heat treatment (з)

### 2.3. Результаты исследований микро-структуры методом ПЭМ.

Типичные ПЭМ изображения структуры сплава после ИПДК20+ТО свидетельствовали об измельчении зеренной структуры до среднего размера зерен  $\sim 100$  нм (рис. 3, а). При этом в структуре были видны многочисленные двойники деформации (рис. 3, а, б). Обработка ИПДК300+ТО привела к формированию среднего размера зерна 200 нм (рис. 3, в). Наиболее крупные зерна достигали размера 500 нм, что свидетельствовало о начале процессов рекристаллизации при данной температуре обработки. Двойники в

структуре сохранились, но их плотность немного уменьшилась (рис. 3, г).

### 2.4. Результаты исследований микро-структуры методом рентгеновского рассеяния.

На рис. 4 представлены дифрактограммы ВЭС сплава в исходном состоянии, после ИПДК300 и ИПДК300+ТО. Во всех состояниях наблюдаются основные дифракционные максимумы, соответствующие плоскостям  $\{hkl\}$  с индексами Миллера (111), (200), (220), (311), (222), (400) и (331), характерными для ГЦК-решетки (рис. 4).

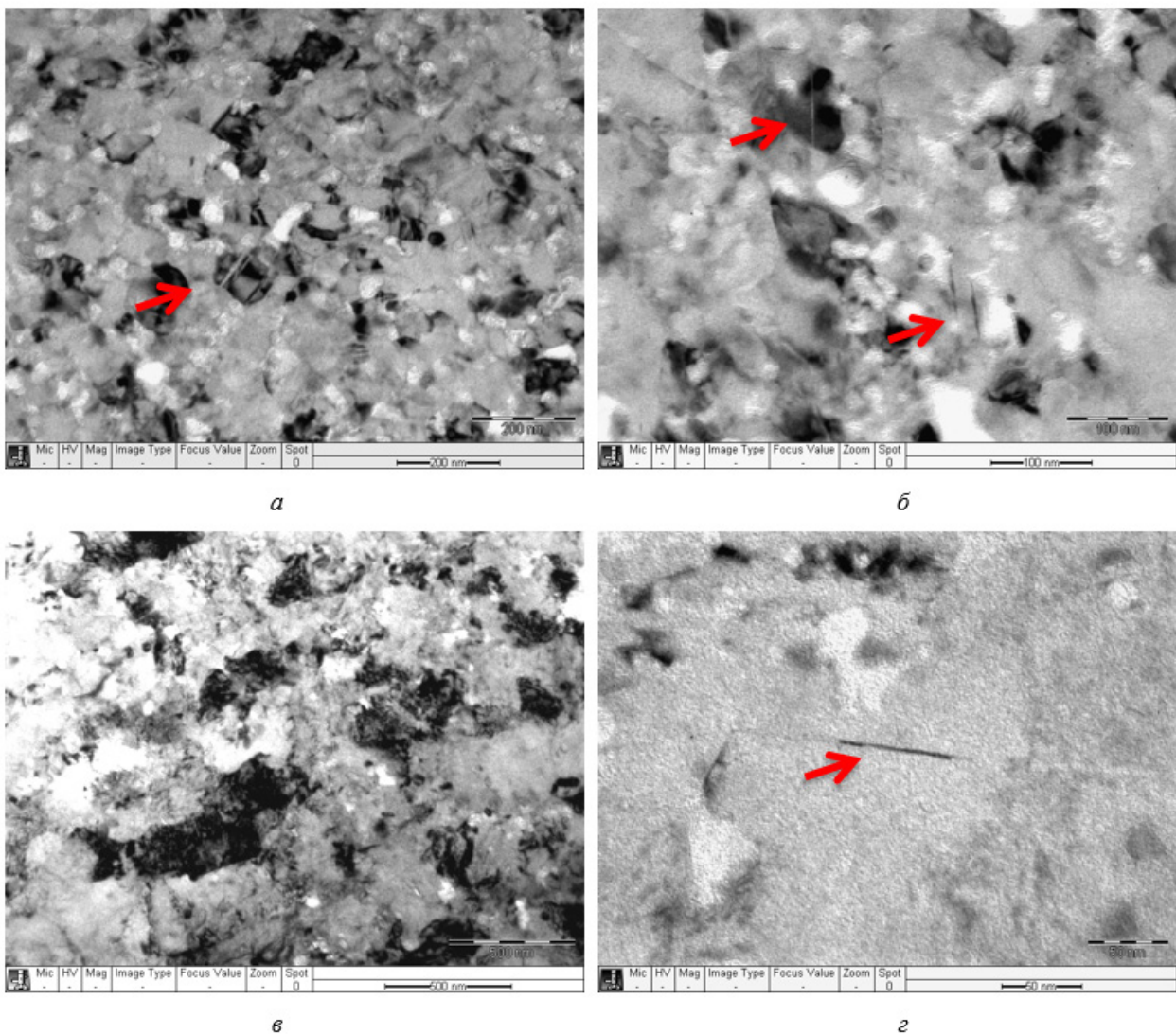


Рис. 3. ПЭМ изображения микроструктуры ВЭС сплава после ИПДК20+ТО (а, б), ИПДК300+ТО (в, г)

Fig. 3. TEM image of HEA structure after HPT20+heat treatment (a, b), HPT300+heat treatment (v, z)

Прецизионный анализ выявил наличие вторичной фазы MnNi с тетрагональной решеткой (P4/mmm) [11]. Количественное соотношение фаз определяли методом Ритвельда (рис. 4, а), результаты сведены в табл. 2. В исходном состоянии весовая доля фазы MnNi составляет 11,7%, после ИПДК300 увеличивается в 1,5 раза, а после отжига возрастает еще больше.

Для оценки микроструктурных параметров анализировали уширение дифракционных линий, связанное с размерами ОКР, микроискажениями решетки и плотностью дислокаций. Рассматривали только фазу Fe-Ni-Mn-Cr, как основную (табл. 2). Расчеты проводили в РМ2К, учитывая инструментальный вклад на основе LaB6. Параметры тонкой структуры после различных режимов обработки приведены в табл. 3.

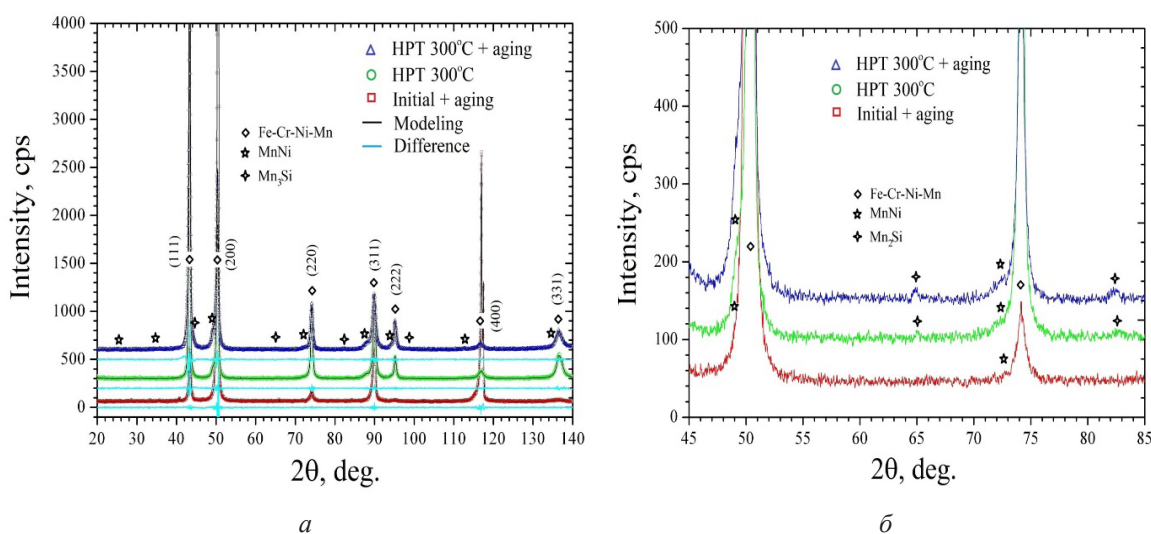


Рис. 4. Общий вид (а) и выбранный участок (б) дифрактограмм, свидетельствующих о наличии вторичных фаз  
 Fig. 4. The general view (a) and the selected area (b) of the diffraction patterns indicating the presence of secondary phases

Таблица 2. Фазы после различных режимов обработки

Table 2. Phases after various treatments

Состояние / State	Весовая доля, % / Weight fraction, %		
	Fe-Ni-Mn-Cr	MnNi	Mn <sub>3</sub> Si
Initial / Initial	88,3(6)	11,7(9)	—
НРТ 300 °С / НРТ 300 °С	80,7(6)	18,6(6)	0,7(1)
НРТ300 °С + ТО 450 °С / НРТ 300 °С + НТ 450 °С	77,3(4)	22,5(8)	1,5(1)

Таблица 3. Параметры микроструктуры, полученные методом рентгеновского рассеяния (а – параметр решетки, D<sub>ave</sub> – средний размер ОКР, ρ – плотность дислокаций, m<sub>ixp</sub> – доля дислокаций краевого типа)

Table 3. Parameters of microstructure from X-ray diffraction (a – the lattice parameter, D<sub>ave</sub> – the average size of the CSR, ρ – dislocation density, m<sub>ixp</sub> – the fraction of edge-type dislocations)

Состояние / State	a, нм / a, nm	D <sub>ave</sub> , нм / D <sub>ave</sub> , nm	Средняя деформация, 10 <sup>-6</sup> / Ave. strain, 10 <sup>-6</sup> a.u.	Микро-напряжение, МПа / Microstress, MPa	ρ, 10 <sup>15</sup> м <sup>-2</sup> / ρ, 10 <sup>15</sup> m <sup>-2</sup>	m <sub>ixp</sub> , %
Initial / Initial	0,361734(5)	78,9(2,1)	17,8(2)	334(4)	0,5(1)	39(2)
ИПДК 300 °С / НРТ 300 °С	0,361686(8)	42,4(1,5)	30,7(1)	439(3)	2,9(2)	62(2)
ИПДК 300 °С+ТО / НРТ300 °С+ТО	0,361575(5)	54,5(1,9)	27,4(1)	415(3)	2,4(2)	59(1)

2.5. Результаты исследований кристаллографической текстуры.

Экспериментальные ПФ (111), отражающие кристаллографическую текстуру Fe-Ni-Mn-Cr сплава, представлены на рис. 5. В исходном состоянии наблюдается аксиальный тип текстуры с фиброй  $\langle hkl \rangle \{uvw\}$ , характерной для процессов литья и волочения (рис. 5, а) [12]. После ИПДК300 и ИПДК300+ТО формируется текстура простого сдвига с ориентациями А, В, и С (рис. 5, б, в). Остаточные следы текстуры осадки (рис. 5, д) объясняются предварительным нагружением заготовки под давлением 6 ГПа перед кручением [12].

Анализ текстурообразования показал различия в весовых долях ориентировок текстуры простого сдвига после ИПДК300. Формирование компонент текстуры В объясняется активностью частичных дислокаций при деформации, которая приводит к реализации процессов двойникования [13–15]. В то же время, наблюдаемые на ПФ (111) ориентации А (рис. 4, б) возникают как за счет механизма скольжения, так и за счет двойникования. Отжиг образцов после ИПДК300 приводит к перераспределению интенсивности компонентов из-за ограничения двойникования, усиления скольжения и рекристаллизации (рис. 5, в).

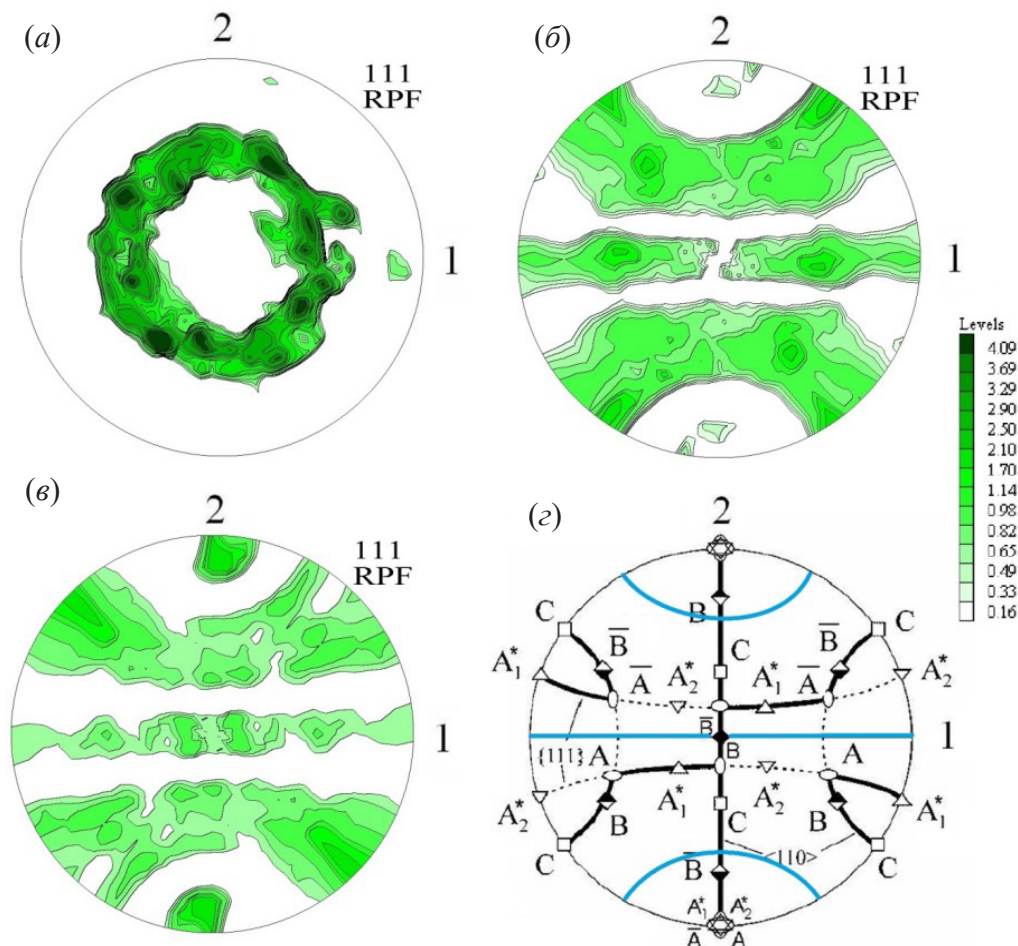


Рис. 5. Экспериментальные прямые ПФ (111) сплава Fe-Ni-Mn-Cr в исходном состоянии (а), после ИПДК 300 °С (б), ИПДК 300 °С + ТО (в) и положения идеальных ориентировок на стереографической проекции (111), соответствующих текстуре простого сдвига металлов с ГЦК решеткой (г).

Фибры текстуры осадки обозначены синими линиями (г)

Fig. 5. Experimental pole figures (111) of Fe-Ni-Mn-Cr alloy: (а) initial state; (б) HPT 300; (в) HPT300+heat treatment; (г) positions of ideal orientations on the stereographic projection (111) corresponding to the simple shear texture of metals with an fcc lattice. The compression texture fibers are indicated by blue lines (г)

### 3. Обсуждение результатов

#### 3.1. Влияние ИПД обработки на структуру сплава Fe-Ni-Mn-Cr

Исследования методами РЭМ, ПЭМ и РСА показали, что ИПДК существенно измельчает зеренную структуру сплава, повышает плотность дефектов и формирует кристаллографическую текстуру. После ИПДК300 средний размер зерна уменьшился с ~290 мкм до ~100 нм, а дополнительный отжиг при 450 °С увеличил его до ~200 нм (рис. 3). Изменения размера зерен коррелируют с уменьшением ОКР (табл. 3).

EDS исследования выявили фазу MnNi в двух морфологических формах: дендриты по границам зерен и глобулярные частицы в теле зерен. В исходном состоянии выполняется ориентационное соотношение  $\{100\}_{\text{Fe-Ni-Mn-Cr}} // \{100\}_{\text{MnNi}}$ , указывая, что фаза MnNi растет вдоль  $\langle 100 \rangle$  основной матрицы Fe-Ni-Mn-Cr (рис. 4). Обработка ИПДК300 увеличивает весовую долю MnNi более чем в 1,5 раза (табл. 1), обедняя матрицу Fe-Ni-Mn-Cr элементами Mn и Ni. Отжиг усиливает диффузию Mn и Ni к границам зерен, повышая концентрацию MnNi. После ИПДК ориентационное соотношение изменяется на  $\{111\}_{\text{Fe-Ni-Mn-Cr}} // \{100\}_{\text{MnNi}}$ , указывая на рост MnNi вдоль  $\langle 111 \rangle$  (рис. 4). Отжиг увеличивает содержание MnNi в 1,2 раза, способствуя дисперсионному упрочнению сплава.

Параметр решетки сплава в исходном состоянии составляет 0,361734 нм, что близко к аустенитной фазе железа 0,36000 нм (PDF-2, #00-031-0619), никеля с ГЦК решеткой 0,35330 нм (PDF-2, #00-003-1043) и хрома с ГЦК решеткой 0,36000 нм (PDF-2, #01-088-2323). В этой связи, опираясь на равномерное распределение атомов по данным EDS анализа, можно утверждать, что атомы Fe, Ni, Mn и Cr в фазе Fe-Ni-Mn-Cr образуют ГЦК решетку (Fm3m). После ИПДК300 и ИПДК300+ТО параметр уменьшается, указывая на обеднение матрицы Mn и Ni и уменьшение размера ОКР (табл. 3).

ИПДК300 увеличивает упругие микроискажения и микронапряжения кристаллической решетки из-за роста плотности дислокаций и уменьшения размера ОКР (табл. 3). Плотность дислокаций возрастает в 5 раз, при этом преобладают краевые дислокации ( $m_{\text{кр}} > 50\%$ ). Отжиг снижает микронапряжения и способствует процессам возврата и рекристаллизации, что уменьшает суммарную плотность дислокаций (табл. 3).

#### 3.2. Эффект дефекта упаковки и механизмы деформации сплава Fe-Ni-Mn-Cr

Сплав Fe-Ni-Mn-Cr после обработки ИПДК300+ТО характеризуется высокой прочностью и ограниченной пластичностью. Известно, что пластичность сплавов, в дополнение к дислокационному скольжению, также определяется пластичностью, вызванной фазовыми превращениями (TRIP), процессами двойникования (TWIP) и формированием полос сдвига (MBIP). Реализация деформационных механизмов связана с величиной ЭДУ, рассчитанной в настоящей работе методом РСА по смещениям рефлексов (111) и (200), упругим микроискажениям и анизотропии решетки [16, 17].

Прецизионный анализ показал смещение рефлексов (111) и (200) в сторону малых углов после ИПДК300 и ИПДК300+ТО (табл. 4). Наблюдаемое смещение пиков на порядок больше, чем смещение, которое может быть вызвано изменением объемной доли частиц [18]. Это указывает на увеличение вероятности образования двойников  $\beta$  более чем вдвое после ИПДК300, с небольшим снижением  $\beta$  после дополнительной термообработки (табл. 4). Величина ЭДУ в исходном состоянии составляла ~37 мДж/м<sup>2</sup>, что характерно для TWIP сталей (20–40 мДж/м<sup>2</sup>) [19].

После ИПДК300 ЭДУ снизилась до ~26 мДж/м<sup>2</sup>, что связано с уменьшением концентрации Mn и Ni в фазе Fe-Ni-Mn-Cr и измельчением зерен до нанометровых раз-



меров (рис. 3, а). Подобное явление наблюдалось для систем CrFeMnNi и CrFeMn [19–21]. Отжиг ИПДК образцов повысил ЭДУ до ~31 мДж/м<sup>2</sup> из-за повышения температуры, несмотря на снижение концентрации Mn и Ni [22, 23].

Снижение ЭДУ ограничивает подвижность дислокаций, уменьшая их накопление в плоскостях скольжения и, следовательно, пластичность.

### 3.3. Механизмы упрочнения сплава Fe-Ni-Mn-Cr.

Исследования, проведенные выше, показали, что в ВЭС сплаве, подвергнутом ИПДК и ИПДК+ТО, происходят интенсивные фазовые превращения. В частности, в результате ИПДК, по сравнению с исходным состоянием, существенно растет доля фазы MnNi. Последующая ТО обработка ИПДК образцов привела к последующему существенному увеличению весовой доли вторичных фаз и уменьшению концентрации атомов Mn и Ni в кристаллической решетке фазы Fe-Ni-Mn-Cr. Данный факт позволяет рассматривать фазу Fe-Ni-Mn-Cr близкой к  $\gamma$  фазе железа и тем самым оценить механизмы его упрочнения. В качестве возможных механизмов упрочнения ниже рассмотрено зернограничное упрочнение, упрочнение за счет двойникования, твердорастворное упрочнение, дисперсионное упрочнение и дислокационное упрочнение.

Измельчение зеренной структуры вызывает зернограничное упрочнение  $\sigma_{gb}$  сплава,

который можно определить согласно соотношению Холла–Петча [24]:

$$\sigma_{gb} = \sigma_o + K_{HP} / \sqrt{d}, \quad (1)$$

где  $\sigma_o$  – напряжение трения или напряжение Пайерлса–Набарро равна 220 МПа [24];  $K_{HP}$  – коэффициент, равный 0,160 МПа·м<sup>1/2</sup> [24].

Согласно работе [25] вклад упрочнения за счет энергии дефекта упаковки (присутствия двойников)  $\sigma_{TW}$  в общее упрочнение можно оценить по соотношению:

$$\sigma_{TW} = \gamma_{SFE} / b_p, \quad (2)$$

где  $\gamma_{SFE}$  – величина энергии дефект упаковки;  $b_p = 0,577b$  – вектор Бюргерса частичных дислокаций;  $b = 0,2556$  нм – вектор Бюргерса.

Твердорастворное упрочнение  $\sigma_{ss}$  пересыщенного твердого раствора Fe-Ni-Mn-Cr будет определяться избыточным содержанием элементов Cr, Ni и Mn и для высокоэнтروпийных сплавов не превышает 25 МПа [24].

Для расчета дисперсионного упрочнения  $\sigma_{pp}$ , вызванного наличием частиц, использовали соотношение Эшби–Орована [26]:

$$\sigma_{pp} = 0,538Gbf^{0,5}d^{-1} \ln \frac{d}{2b}, \quad (4)$$

где  $f$  и  $d$  – объемная доля и размер выделений;  $G = 62,7$  ГПа – модуль сдвига [27].

Величина дислокационного упрочнения  $\sigma_d$  была определена по формуле Бейли–Хирша [28]:

$$\sigma_d = \alpha M G b \sqrt{\rho}, \quad (5)$$

где  $\alpha$  – постоянная;  $\rho$  – плотность дислокаций. Произведение  $\alpha M = 0,612$  [28].

**Таблица 4.** Положения рефлексов ВЭС сплава, данные о вероятности образования  $\beta$  и энергия дефекта упаковки  $\gamma_{SFE}$ . Модуль сдвига  $G_{111} = 65$  ГПа, константа анизотропии  $A = 3,3$ , постоянная  $K_{111}\omega_o = 6,6$  взяты из [3, 4]

**Table 4.** Positions of the reflections of the HEA, data on the probability of formation of  $\beta$  and the stacking fault energy  $\gamma_{SFE}$ . The shear modulus  $G_{111} = 65$  GPa, the anisotropy constant  $A = 3.3$ , the constant  $K_{111}\omega_o = 6.6$  are taken from [3, 4]

Состояние / State	$2\theta_{111}$ , град / $2\theta_{111}$ , deg.	$2\theta_{200}$ , град / $2\theta_{200}$ , deg.	$\beta$ , 10 <sup>-3</sup>	$\gamma_{SFE}$ , мДж/м <sup>2</sup> / $\gamma_{SFE}$ , мДж/м <sup>2</sup>
Исходное / Initial	43,386	50,455	8,8	36,7
ИПДК 300 °С / НРТ 300 °С	43,379	50,382	21,4	26,3
ИПДК 300 °С + ТО 450 °С / НРТ 300 °С + НТ 450 °С	43,311	50,346	15,3	32,7

Таблица 5. Вклад различных механизмов упрочнения

Table 5. Contribution of various strengthening mechanisms

Состояние / State	Рассчитанные и экспериментальные данные $\sigma$ , МПа / Calculated and experimental data for $\sigma$ , МПа							$\sigma_{\text{exp}}$
	$\sigma_0$	$\sigma_{\text{gb}}$	$\sigma_{\text{TW}}$	$\sigma_{\text{pp}}$	$\sigma_{\text{d}}$	$\sigma_{\text{SS}}$	$\Sigma\sigma$	
Исходное / Initial	220	9	–	>1	219	25	473	462
ИПДК / НРТ	220	505	178	87	528	25	1543	–
ИПДК+ТО / НРТ + НТ	220	443	222	206	480	25	1596	1331

Полученные результаты теоретических расчетов прочности приведены в табл. 5, где приведена также сумма вкладов различных механизмов упрочнения  $\Sigma\sigma$ . Такая оценка дает наглядное представление об ожидаемом вкладе каждого из механизмов упрочнения в результирующую прочность сплава Fe-Ni-Mn-Cr. В частности, видно, что в исходном состоянии прочность ВЭС сплава в основном обеспечивается за счет механизма дислокационного упрочнения (табл. 5). При этом роль зернограничного и твердорастворного упрочнения низка. Это объясняется достаточно большим размером зерен (около 300 мкм) и отсутствием дисперсных частиц в структуре сплава. Отметим, что упрочнение за счет наличия фазы MnNi в большом количестве является очень низким (менее 1 МПа) из-за больших линейных размеров этой фазы. В случае реализации обработки ИПДК300 существенно возрастает роль зернограничного и дислокационного механизмов упрочнения, а также активизируются механизмы упрочнения за счет двойникования и дисперсионного упрочнения (табл. 5). После обработки ИПДК300+ТО дополнительный отжиг хотя и ограничивает дислокационное упрочнение, но существенно активизирует механизмы упрочнения двойникованием и дисперсионное упрочнение.

### Выводы

Применение интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) к высоко-

энтропийному сплаву Fe-Ni-Mn-Cr привело к формированию УМЗ структуры со средним размером зерен 150–200 нм, содержащей двойники деформации и дисперсные частицы MnNi. Анализ текстурообразования ИПДК образцов показал наличие текстуры простого сдвига с текстурными компонентами, появление которых связано с двойникованием, дислокационным скольжением и рекристаллизацией.

Формирование УМЗ структуры позволило достичь значений предела прочности 1331 МПа и микротвердости 6015 МПа, что выше соответствующих значений в исходном состоянии более чем в 3 раза. Повышение прочностных свойств произошло за счет существенного увеличения вкладов механизмов зернограничного упрочнения, дислокационного упрочнения и двойникования.

### Благодарности / Acknowledgments

*Р.К. Исламгалиев и К.М. Нестеров благодарят Российский научный фонд за финансовую поддержку в рамках проекта №22-23-00714.*

*R.K. Islamgaliev and K.M. Nesterov thank the Russian Science Foundation for financial support under project No. 22-23-00714.*

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. M.H. Tsai, J.W. Yeh. High-entropy alloys: a critical review // Materials Research Letters. 2, 3 (2014) 107–123.

2. Z. Li, S. Zhao, R.O. Ritchie, M.A. Meyers. Mechanical properties of high-entropy alloys with emphasis on face-centered cubic alloys. *Progress in Materials Science*. 102 (2019) 296-345.
3. D.B. Miracle, O.N. Senkov. A critical review of high entropy alloys and related concepts. *Acta Materialia*. 122 (2017) 448-511.
4. P. Sathiyamoorthi, H.S. Kim. High-entropy alloys with heterogeneous microstructure: processing and mechanical properties. *Progress in Materials Science*. 123 (2022) 100709.
5. Nafikov R.K., Ganeev A.V., Valiev R.Z., Salishchev G.A., Stepanov N.D. (2024). Investigation of nano-scale precipitates in the CoCrFeMnNi high-entropy alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Technologies. Design*. 6, 1 (16) 47–58.
6. Ивченко М.В. Структура, фазовые превращения и свойства высокоэнтропийных эквиатомных металлических сплавов на основе AlCrFeCoNiCu. Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Екатеринбург. 2015 – 167с.
7. N.A.P.K. Kumar, C. Li, K.J. Leonard, H. Bei, S.J. Zinkle. Microstructural stability and mechanical behavior of FeNiMnCr high entropy alloy under ion irradiation. *Acta Materialia*. 113 (2016) 230-244.
8. A. Hoffman, L. He, M. Luebbe, H. Pommerenke, J. Duan, P. Cao, K. Sridharan, Z. Lu, H. Wen. Effects of Al and Ti additions on irradiation behavior of FeMnNiCr multi-principal-element alloy. *JOM*. 72, 1 (2020) 150-159.
9. Scardi P. & Ortolani, Matteo & Leoni Matteo. (2010). WPPM: Microstructural Analysis beyond the Rietveld Method. // *Materials Science Forum*. 651. 155-171. 10.4028/www.scientific.net/MSF.651.155.
10. Mittemeijer et al. (eds.), *Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials*. Armstrong N., & Lynch, P. (2004). Determining the Dislocation Contrast Factor for X-ray Line Profile Analysis. // *Springer Series in Materials Science*, 249–286. doi:10.1007/978-3-662-06723-9\_10
11. Kulkova, S.E., Egorushkin, V.E. (1999) Electronic structure of NiMn(Ti) alloys and the influence of Ti on the temperature of the martensitic transitions. *Materials Science and Engineering: A*, 273. 170-174. doi:10.1016/s0921-5093(99)00284-1
12. Kocks U.F., Tome C.N., Wenk H.R. *Texture and anisotropy: preferred orientations in polycrystals and their effect*. //UK. Cambridge: Cambridge University Press. (1998). 676 p.
13. Suwas, S., Tóth, L. S., Fundenberger, J.-J., Grosdidier, T., & Skrotzki, W. Texture Evolution in FCC Metals during Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) as a Function of Stacking Fault Energy. *Solid State Phenomena*, 105, 345–350 (2005).
14. Skrotzki W., Pukenas A., Odor E., Joni B., Ungar T., Völker B., George E. P. Microstructure, Texture, and Strength Development during High-Pressure Torsion of CrMnFeCoNi High-Entropy Alloy. *Crystals*, 10(4), 336 (2020).
15. Lim S. M., Desrayaud C., & Montheillet, F. Analysis of Large Strain Hot Torsion Textures Associated With “Continuous” Dynamic Recrystallization. // *Journal of Engineering Materials and Technology*, 131(1) (2009), 011103.
16. Castañeda, J.A., Zambrano, O.A., Alcázar, G.A., Rodríguez, S.A., Coronado, J.J. Stacking Fault Energy Determination in Fe-Mn-Al-C Austenitic Steels by X-ray Diffraction. *Metals* (2021), 11, 1701. <https://doi.org/10.3390/met11111701>
17. Walter M., Mujica Roncery L., Weber S., Leich L., & Theisen, W. XRD measurement of stacking fault energy of Cr–Ni austenitic steels: influence of temperature and alloying elements. // *Journal of Materials Science*, 55(2020), 13424-13437.
18. Ситдииков В.Д. Анализ микроструктуры, кристаллографической текстуры и фазовых превращений в объемных наноструктурных материалах методами рентгеновского рассеяния. Диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук. Уфа. 2019. – 292 с.
19. Lee, S.-J., Fujii, H., & Ushioda, K. Thermodynamic calculation of the stacking fault energy in Fe-Cr-Mn-C-N steels. *Journal of Alloys and Compounds*, 749 (2018) 776–782. doi:10.1016/j.jallcom.2018.03.296
20. Jingjing Ruan, Nobufumi Ueshima, Haoge Li, Katsunari Oikawa, Phase equilibria, martensitic transformations and deformation behaviors of the subsystem of Cantor alloy–low-cost Fe-Mn-Cr alloys. *Materialia*, Volume 20, 2021, 101231, <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2021.101231>
21. Ayobami Daramola, Giovanni Bonny, Gilles Adjanor, Christophe Domain, Ghiath Monnet, Anna Fraczkiewicz. Development of a plasticity-oriented interatomic potential for CrFeMnNi high entropy alloys. // *Computational Materials Science* 203 (2022) 111165.
22. Benjamin Neding, Ye Tian, Peter Ko J.Y., Peter Hedström. Correlating temperature-dependent stacking fault energy and in-situ bulk deformation behavior for a metastable austenitic stainless steel// *Materials Science and Engineering: A* 832 (2022) 142403
23. Chandan A.K., Tripathy S., Sen B., Ghosh M., Ghosh Chowdhury S. Temperature dependent deformation behavior and stacking fault energy of Fe40Mn40Co10Cr10 alloy// *Scripta Materialia*, Volume 199, (2021), 113891.
24. Gigax, J. G., El-Atwani, O., McCulloch, Q., Aytuna, B., Efe, M., Fensin, S., Li, N. Micro- and mesoscale

mechanical properties of an ultra-fine grained CrFeMnNi high entropy alloy produced by large strain machining. // Scripta Materialia, 178, 508–512 (2020). . doi:10.1016/j.scriptamat.2019.11.

25. Kubilay R.E., Curtin W.A. Theory of twin strengthening in fcc high entropy alloys. // Acta Materialia 216 (2021) 117119.

26. Islamgaliev R.K., Nikitina M.A., Ganeev A.V., Sitdikov V.D. Strengthening mechanisms in ultrafine-grained ferritic/martensitic steel produced by equal channel angular pressing. // Materials Science & Engineering A 744 (2019) 163–170.

27. Hashimoto N., Wada E., Oka H. Effect of stacking fault energy on irradiation damage in reduced activation high entropy alloys. // Journal of Nuclear Materials, Volume 566, 2022, 153767.

28. Průša, F., Cabibbo, M., Šenková, A., Kučera, V., Veselka, Z., Školáková, A., Čapek, J. (2020). High-strength ultrafine-grained CoCrFeNiNb high-entropy alloy prepared by mechanical alloying: Properties and strengthening mechanism. // Journal of Alloys and Compounds, 835, 155308. DOI:10.1016/j.jallcom.2020.155308