

回火温度对 FCC 高熵合金 $\text{Fe}_{49.5}\text{Mn}_{29.7}\text{Co}_{9.9}\text{Cr}_{9.9}\text{C}_1$ 显微组织和力学性能的影响

李小琳, 赵利媛, 李雅婷, 郝晓晓, 王海丰
(西北工业大学 凝固技术国家重点实验室 陕西 西安 710072)

摘要: 高熵合金具有很多优于传统钢材的特殊性能, 故被广泛研究, 但其室温强度较低仍是目前亟需解决的问题之一。本文在 FCC 高熵合金 $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{30}\text{Co}_{10}\text{Cr}_{10}$ 的基础上加入 1%C(原子分数), 拟通过析出强化提高高熵合金的屈服强度。研究表明, 高熵合金经锻造、轧制及退火后组织中主要包含 FCC 相和少量 HCP 相, 且在 650、800 及 900 °C 退火温度时在 FCC 相中均分布着高密度纳米析出相。根据 EDS 分析可得析出相为 Cr_{23}C_6 , 其对晶界起到钉扎效果, 可显著提高合金屈服强度。高熵合金在拉伸变形过程中, 随着应变的增加 HCP 相含量及变形孪晶含量增加, 即产生 TRIP 和 TWIP 效应来提高合金的加工硬化率, 从而在提高屈服强度的基础上保证合金具有良好的塑性。

关键词: 加工工艺; 高熵合金; TWIP 效应; TRIP 效应; 力学性能

中图分类号: TG113.25

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2022)10-0875-07

Effect of Tempering Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of $\text{Fe}_{49.5}\text{Mn}_{29.7}\text{Co}_{9.9}\text{Cr}_{9.9}\text{C}_1$ HEA

LI Xiaolin, ZHAO Liyuan, LI Yating, HAO Xiaoxiao, WANG Haifeng

(State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: High-entropy alloys (HEAs) have been widely investigated due to their special properties, which are superior to those of traditional steels. However, the relatively low yield strength is one of the tough problems that need to be solved. In this paper, 1%C(atomic percentage) was added to an $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{30}\text{Co}_{10}\text{Cr}_{10}$ FCC high-entropy alloy to increase the yield strength of the alloy by precipitation strengthening. The result shows that the structure of the high-entropy alloy after forging, rolling and annealing is mainly composed of an FCC matrix and a small amount of the HCP phase. High-density nanoprecipitates are distributed in the FCC phase after annealing at 650, 800 and 900 °C, which are identified as Cr_{23}C_6 by EDS, playing a pinning effect on the grain boundaries and thus increasing the yield strength of the alloy. In the process of tensile deformation of the high-entropy alloy, the content of the HCP phase and deformation twins increase with increasing tensile strain. In general, TRIP and TWIP effects can improve the work hardening rate of the alloy and ensure that the alloy has a high yield strength and good plasticity.

Key words: processing technology; high-entropy alloy; TWIP effect; TRIP effect; mechanical performance

高熵合金最早由 Yeh 等^[1-2]提出, 由于该合金的高熵效应、晶格畸变效应、鸡尾酒效应和缓慢扩散效应, 使其具有高强度^[3-4]、高硬度^[5]、高耐磨性^[6]、优异的断裂韧性^[7-9]、抗氧化性及良好的耐腐蚀性^[10]等, 故被广泛研究。目前, 高熵合金面临的主要问题是其屈服强度较低。为提高强度, 常采用析出强化、固溶强化、晶粒细化等强化办法^[11-14]。析出强化和固溶强化是在合金中添加微量元素进行合金化处理促进

生成析出相或形成间隙原子以有效提高合金强度的方法。Seol 等^[15]发现通过在等原子比 FeCoCrNiMn 高熵合金中掺杂极少量(质量分数为 0.03%)的硼元素后, 屈服强度和抗拉强度显著提升, 其原因与硼的硬质相生成焓较低, 易于生成硬质相有关^[16]。但是固溶强化和析出强化在提高合金强度的同时会降低合金的塑性。根据 Hall-Petch 公式, 降低晶粒尺寸能够有效提高材料的屈服强度, 同时可以改善塑形^[17-18], 故常采用细化晶粒的方法提高强度。细晶强化是一种通过细化晶粒来提高金属材料力学性能的方法。晶粒越细, 则材料的晶界面积越大, 晶界越曲折, 不利于裂纹的进一步扩展, 从而提高材料的强度^[19]。Wu 等^[20]对铸态的 $\text{Al}_{0.1}\text{CoCrFeNi}$ 合金进行冷轧和退火处理后, 合金的晶粒尺寸由铸态的 115 μm 降低至退火

收稿日期: 2022-09-14

基金项目: 凝固技术国家重点实验室自主课题(2022-TS-10); 国家自然科学基金(52004224)

作者简介: 李小琳(1990—), 博士, 副教授。研究方向: 先进钢铁材料成分设计及组织性能调控等。

Email: xiaolinli@nwpu.edu.cn

态的 $7.9 \mu\text{m}$, 屈服强度提高的同时保证了好的拉伸塑形。有研究发现, Al 含量对 AlCoCrFeNi 合金的细晶强化系数有重要的影响, 当 $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ 合金中 Al 含量从 0.1 提高至 0.25 时, 细晶强化效果显著提升^[21]。以往研究大多在提高屈服强度的同时, 塑形会随之降低, 为改善这一问题, 本研究拟通过在高熵合金中加入 C, 利用析出强化提高屈服强度, 同时采用轧制及热处理来细化晶粒, 并利用 $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{30}\text{Co}_{10}\text{Cr}_{10}$ 高熵合金的 TRIP 与 TWIP 效应^[22-25], 最终获得强度和塑性的匹配。C 原子可与其他元素结合形成碳化物, 通过沉淀强化^[26]进一步改善合金的力学性能。在 C 和 N 共掺杂的间隙固溶强化高熵合金 (Interstitial high-entropy alloy, iHEA) 中, 通过形成纳米碳氮化物, 合金强度得到极大提高^[27-28]。目前, 大量研究集中在亚稳 HEAs 中最多添加 0.5% C (原子分数)^[29-32], 然而更多 C 元素加入后合金的组织及力学性能演变还未得到扩展研究, 故本文研究加入 1% C (原子分数) 对高熵合金微观组织和力学性能的影响。

本文以 $\text{Fe}_{49.5}\text{Mn}_{29.7}\text{Co}_{9.9}\text{Cr}_{9.9}\text{C}_1$ 为研究对象, 探究不同退火温度对高熵合金显微组织和力学性能的影响规律, 通过调控不同的析出相含量及 HCP 相含量提高合金的屈服强度。

1 实验材料与方法

1.1 合金制备

本文研究的合金成分为 $\text{Fe}_{49.5}\text{Mn}_{29.7}\text{Co}_{9.9}\text{Cr}_{9.9}\text{C}_1$ (原子分数, %), 采用的原材料为高纯度的工业纯铁 (纯度 99.5%)、电解 Mn 片 (纯度 99.8%)、Co 块 (纯度 99.2%)、Cr 块 (纯度 99.2%) 和 C 颗粒 (纯度 99.9%)。配料前用砂纸将原料表面进行打磨去除氧化皮, 然

后置于无水乙醇中进行超声波清洗并吹干后, 按照合金的设计成分进行称量配比, 得到总质量为 50 kg 的合金原料。其中, Mn 元素较易挥发, 故在配料时多添加 2% (原子分数) 的 Mn 用以弥补熔炼过程中的质量损失。采用真空感应熔炼制备合金, 将原料置于水冷铜坩锅中抽真空后充入保护气体氩气, 经过 5 次以上反复熔炼保证成分均匀, 然后在 Ar 气保护下浇铸入模具中, 模具上设置冒口用于补缩和排除杂质, 待合金冷却后取出得到铸锭, 切除冒口。然后将合金铸锭在 1200°C 下锻造成截面尺寸为 $100\text{ mm} \times 100\text{ mm}$ 的方坯。

1.2 热处理工艺

将合金在 1200°C 进行锻造, 得到 $100\text{ mm} \times 100\text{ mm} \times 1000\text{ mm}$ 的方坯, 对方坯在 1200°C 加热 2 h 后进行热轧, 热轧压下量为 97%。热轧是再结晶温度以上的轧制, 可将裂纹愈合, 减少铸造缺陷, 并将铸态的粗大晶粒破碎, 从而达到细化晶粒的目的。将合金锻件在 1200°C 下保温 7 h 进行合金均匀化处理, 减少合金元素偏析。待合金冷却后去除表面氧化皮, 将表面打磨光亮后进行多道次冷轧以进一步细化晶粒, 冷轧总压下量为 67% (轧至 1 mm 厚度)。将冷轧后样品用线切割分为 3 部分, 采用 LT 5/13 型马弗炉分别在 650°C 、 800°C 、 900°C 退火 1 h 以消除合金中的轧制变形组织。退火使合金发生回复和再结晶并析出不同尺寸和含量的 M_{23}C_6 析出相, 随后快速冷却得到最终的合金样品。

1.3 实验方法

采用电火花线切割将合金样品切成总长为 100 mm, 宽为 10 mm, 厚度为 1 mm, 标距段长度为 25 mm 的拉伸试样。在拉伸实验前需将拉伸样品表面打磨平整光滑, 去除样品表层氧化皮和线切割痕

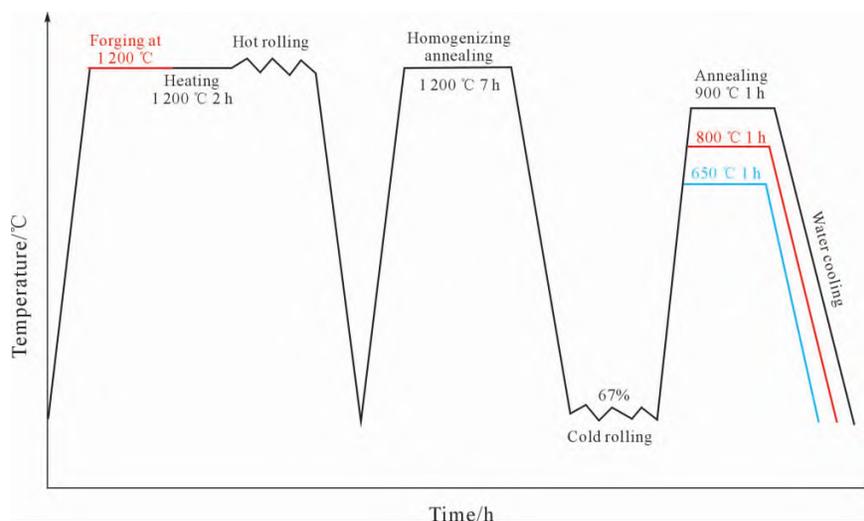


图 1 高熵合金工艺流程图

Fig.1 Process flow chart of high-entropy alloy

等缺陷,避免在拉伸过程中出现因缺陷导致的异常断裂。处理完成后在样品标距的起始端和终止端贴上激光条,然后在配有激光引伸计(MTS, CMT5105)的拉伸试验机上以 10^{-3} s^{-1} 的速率进行单轴拉伸,每种退火态样品至少进行 3 次拉伸,保证实验的准确性和可重复性。

采用 Helios G4 CX 聚焦离子束/电子双束扫描电子显微镜(SEM)和配备的能谱仪(Energy disperse spectroscopy, EDS)对合金的微观组织和元素分布进行分析。用于 SEM 观察组织形貌的样品采用砂纸打磨到 4000#, 然后采用 SiO_2 抛光液进行机械抛光或 12.5%(体积分数)的高氯酸乙醇溶液电解抛光后拍摄合金的微观组织形貌。

采用 Helios G4 CX 扫描电镜的电子背散射衍射(EBSD)探头在 20 kV、1.4 nA 的电压电流下对合金进行分析。EBSD 测试需要样品表面平整光滑无应力,故样品在测试之前对其表面进行电解抛光,测试时选取 $40 \mu\text{m} \times 30 \mu\text{m}$ 的区域,步长为 $0.1 \mu\text{m}$ 。后续采用 Aztec Crystal 和 Channel 5 软件对 EBSD 结果进行分析。

采用型号为 FEI Talos F200X 的高分辨透射电子显微镜(TEM)进一步深入表征合金的微观组织及内部析出相形态、结构和位错、变形孪晶以及相变等变形行为,分别采用明场(BF)、高角环形暗场(HAADF)、选区电子衍射(SAED)、能谱(EDS)、高分辨(HRTEM)模式对合金的微观组织、元素分布、物相结构及原子排列进行表征分析,TEM 测试的电压

为 200 kV。TEM 样品通过电解双喷制备:首先用电火花线切割切出长宽都大于 3 mm,厚度为 $500 \mu\text{m}$ 的样品,然后用 SiC 砂纸将样品机械研磨至 $50 \mu\text{m}$ 厚,然后冲下直径为 3 mm 的圆片样品,后续电解双喷采用 Struers Tenupol 5 电解双喷仪,双喷电压为 30 V,温度为 $-20 \text{ }^\circ\text{C}$,电解液为 9%(体积分数)的高氯酸乙醇溶液,双喷完成后立刻用无水乙醇清洗试样 2~3 次后晾干保存。

2 实验结果及讨论

经过锻造后的合金显微组织形貌与 TEM 分析结果如图 2 所示。从图 2(a~b)中可以发现,锻后组织中晶粒细小,且存在少量变形孪晶。利用 TEM 对合金锻后组织进行进一步分析,得到图 2(c~f)所示明场像和高分辨图像。经衍射标定结果可得,基体为 FCC 相,与已知结论相符。将图 2(d)中 HRTEM 像的红框区域进行快速傅里叶变换(FFT)得到衍射花样,可以判断其中存在层错。并且从图 2(e)明场像中可以观察到薄板状组织,为 FCC 基体中的层错。C 原子的加入降低了 $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{30}\text{Co}_{10}\text{Cr}_{10}$ 高熵合金的层错能且改变合金中相的稳定性,利于合金产生层错进而发生相变^[33]。如图 2(f)所示,合金经锻造后,组织中产生大量位错并发生缠结、堆积,形成位错胞,产生加工硬化效应。

图 3 为热轧后 $\text{Fe}_{49.5}\text{Mn}_{29.7}\text{Co}_{9.9}\text{Cr}_{9.9}\text{C}_1$ 高熵合金的 EBSD 组织分析图。从图 3(a)中可以看出,经热轧后组织中存在细小晶粒,且退火孪晶数量增加。图 3(b)

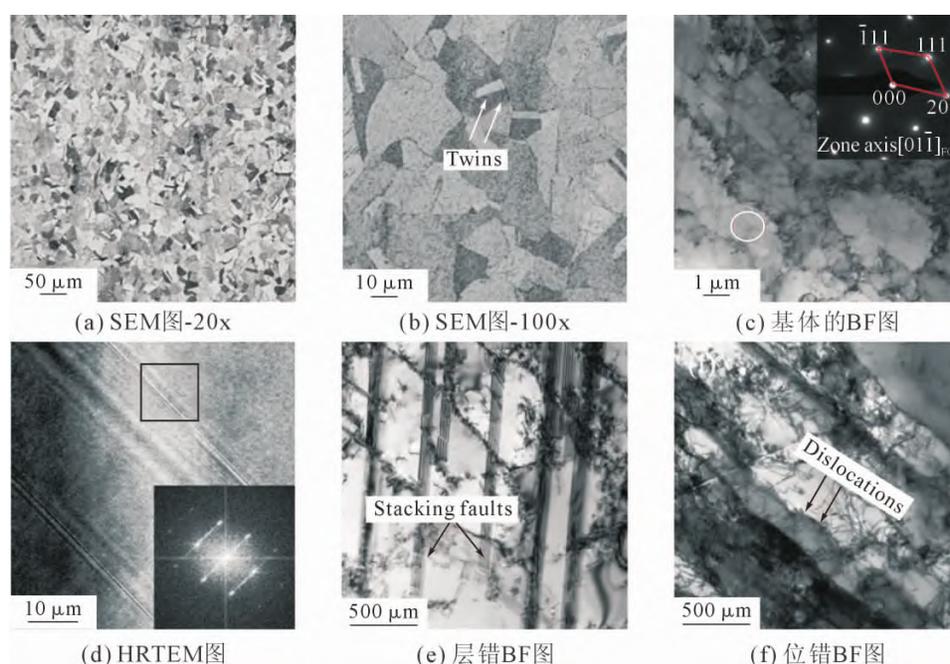


图 2 合金锻后组织的 SEM 图及 TEM 图
Fig.2 SEM and TEM images of the alloy after forging

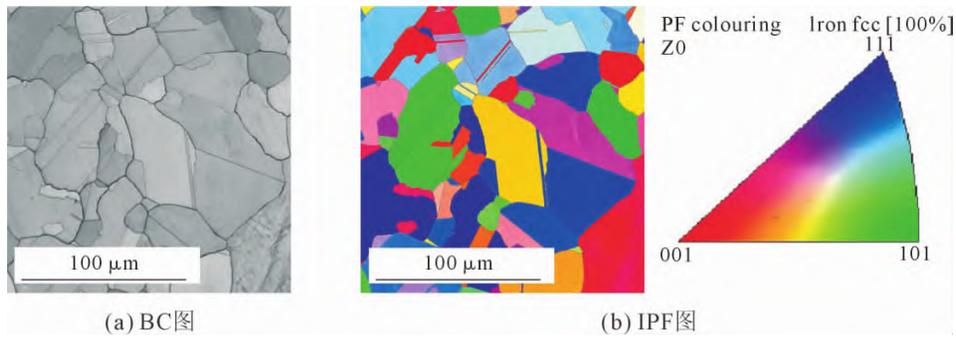


图3 Fe_{49.5}Mn_{29.7}Co_{9.9}Cr_{9.9}C₁ 高熵合金热轧后 EBSD 组织分析
Fig.3 EBSD microstructure analysis of Fe_{49.5}Mn_{29.7}Co_{9.9}Cr_{9.9}C₁ HEA after hot rolling

为反极图,用于分析组织中晶粒的取向特征,从图中分析可得,热轧后的合金组织晶粒取向随机分布,并未发现择优取向。

Fe_{49.5}Mn_{29.7}Co_{9.9}Cr_{9.9}C₁ 高熵合金经冷轧处理后的相组成如图4所示。图4由黑色、绿色、红色3个区

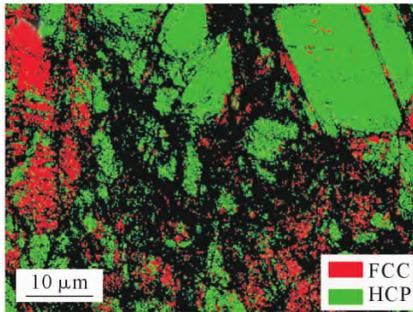


图4 Fe_{49.5}Mn_{29.7}Co_{9.9}Cr_{9.9}C₁ 高熵合金经过压下率为67%的冷轧处理后 EBSD 相含量分析
Fig.4 EBSD phase analysis of Fe_{49.5}Mn_{29.7}Co_{9.9}Cr_{9.9}C₁ HEA after cold rolling with 67% reduction

域组成。在冷轧过程中,由于晶粒受剪切力作用后产生严重的晶格畸变,且畸变晶格超出 EBSD 的可识别范围,故显示为大量黑色条带状区域。绿色和红色区域分别代表 FCC 相和 HCP 相,且从图中可以得到 HCP 相的体积分数明显大于 FCC 相。在冷轧过程中,形变过程产生能量为相变提供了驱动力,促使合金进一步发生 FCC→HCP 相变,相变程度大于锻造和热轧过程。

退火处理有利于晶粒长大和第二相析出,并且会触发 HCP 相向 FCC 相热诱导逆向转变。为进一步分析退火温度对晶粒尺寸和相组成的影响,使用 SEM、TEM-HAADF 和 TEM-EDS 对合金进行分析,得到如图5所示图像。图5(a~c)分别为650、800和900℃退火后合金的组织形貌图,可以明显观察到650℃退火后合金仍为部分再结晶组织并存在细小析出相,而700和800℃退火后组织为完全再结晶

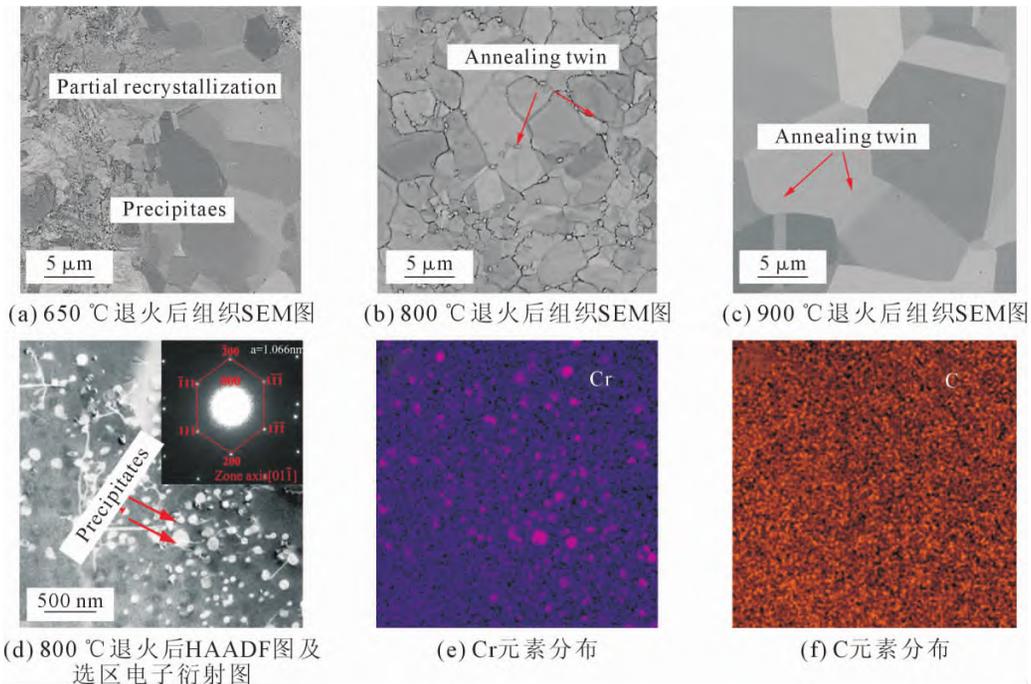


图5 合金退火后组织的 SEM 和 TEM 图
Fig.5 SEM and TEM images of the alloy after annealing

组织,且随退火温度的升高,晶粒呈现长大趋势。图 5(d)为 800 °C 退火温度条件处理样品的 HAADF 图和选区电子衍射图,从中可以看到组织中存在较多球状析出相,结合能谱图(图 5(e~f))和标定结果可得,析出相中存在 Cr 和 C 的富集,且计算得出析出相晶格常数,可以判定该析出相为 Cr_{23}C_6 。析出相可以有效地钉扎晶界,阻碍晶界的迁移,进而实现细晶强化。由 Hall-Petch 公式可得,晶粒尺寸越小,合金强度越高,从而有效地提高材料的屈服强度。

为研究合金力学性能,对合金进行室温拉伸实验,结果如图 6 所示。图 6(a)为应力-应变曲线,结果表明,随着退火温度的升高,合金屈服强度和抗拉强度降低,而断后伸长率提高。900 °C 退火样品具有最高断后伸长率(>50%),650 °C 退火样品具有最高屈服强度和抗拉强度,分别为 753 MPa 和 1 051 MPa,800 °C 退火样品具有优异的综合力学性能。图 6(b)

为不同退火温度样品的加工硬化率曲线。该曲线分为三个阶段,第一个阶段是由于动态回复使位错发生湮灭导致位错密度降低的迅速下降阶段;第二阶段,加工硬化率的下降变缓;第三阶段由于裂纹扩展、长大,导致加工硬化率又迅速下降,直至样品断裂。从加工硬化率曲线中可以发现,经 800 °C 退火样品的加工硬化率总体大于 650 °C 退火样品,这与 650 °C 样品中非再结晶区域存在位错、孪晶和内应力有关。且当应变较小时(<0.1),800 °C 退火样品加工硬化率最大;当应变较大(>0.1)时,900 °C 样品加工硬化率最大。

为探究合金的变形机理,对 800 °C 退火合金应变达到 35% 的样品进行 EBSD 分析得到相分布图。如图 7(a)所示,存在少量绿色区域的 HCP 相,其余均为红色区域的 FCC 相。利用透射电子显微镜对应变量为 35% 合金进行明场成像操作,得到如图

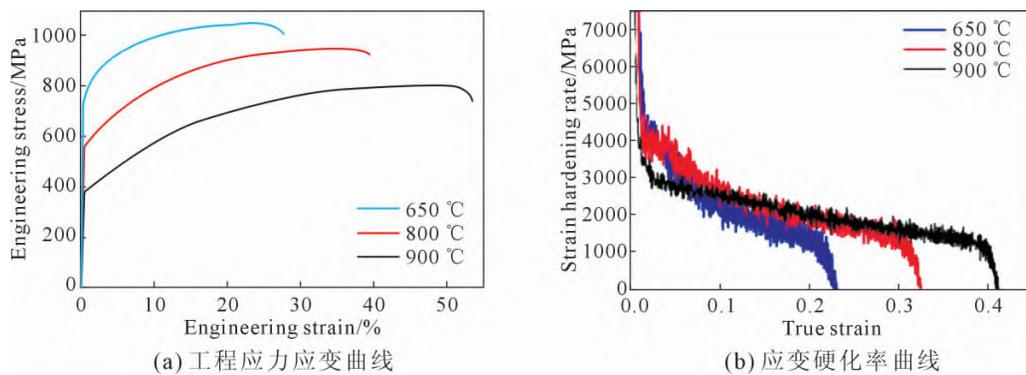


图 6 合金的力学性能曲线

Fig.6 Engineering stress-strain curve and strain hardening rate curve of alloys

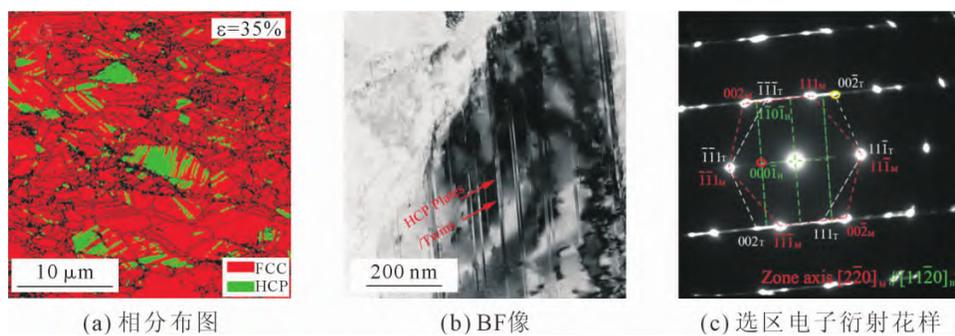


图 7 800 °C 退火合金应变量为 35% 时相分布图与 TEM 图

Fig.7 Phase distribution and TEM images of alloys annealed at 800 °C with a strain of 35%

7(b)结果,并对图 7(b)中平行的薄板状区域进行选区电子衍射分析,衍射花样标定结果如图 7(c)所示,组织中同时存在 FCC 基体、FCC 孪晶和 HCP 相。另外,可以发现两相符合 Shoji-Nishiyama 取向关系。由于相变与孪生的产生会通过相变诱发塑性效应 (TRIP 效应)^[34]和孪生诱发塑性效应 (TWIP 效应)^[35]共同作用延迟颈缩,合金的强塑性提高。

3 结论

本文研究了锻造、热/冷轧及退火等加工工艺对 $\text{Fe}_{49.5}\text{Mn}_{29.7}\text{Co}_{9.9}\text{Cr}_{9.9}\text{C}_1$ 高熵合金的显微组织和力学性能的影响,根据结果分析其内在联系,得到以下主要结论:

(1) $\text{Fe}_{49.5}\text{Mn}_{29.7}\text{Co}_{9.9}\text{Cr}_{9.9}\text{C}_1$ 合金铸态组织经锻造后

产生变形孪晶和层错且发生 FCC→HCP 相变,并且组织中存在大量位错胞。热轧后晶粒更细小但未产生择优取向;在冷轧后组织中发现 HCP 相体积分数大于 FCC 相。

(2)退火后合金组织中存在大量纳米级 Cr_{23}C_6 析出相,钉扎晶界,阻碍晶界运动,提高合金强度。

(3)合金塑性随退火温度的升高而升高,强度随退火温度的升高而降低,800 °C 退火样品具有优异的综合力学性能。样品在拉伸过程中发生孪生与相变,通过 TWIP 和 TRIP 效应提高合金强塑性。

参考文献:

- [1] YE H J W, CHEN S K, LIN S J, et al. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes[J]. *Advanced Engineering Materials*, 2004, 6(5): 299-303.
- [2] YE H J W. Recent progress in high-entropy alloys[J]. *Annales de Chimie-Science des Matériaux*, 2006, 31(6): 633-648.
- [3] KWON H, MOON J, BAE J W, et al. Precipitation-driven metastability engineering of carbon-doped CoCrFeNiMo medium-entropy alloys at cryogenic temperature[J]. *Scripta Materialia*, 2020, 188: 140-145.
- [4] 李洪超,王军,赵萌萌,等. 非等原子比 AlCoCrFeNi 高熵合金组织及力学性能研究[J]. *铸造技术*, 2022, 43(1): 1-5.
- [5] ZHANG Y, ZUO T T, TANG Z, et al. Microstructures and properties of high-entropy alloys[J]. *Progress in Materials Science*, 2014, 61: 1-93.
- [6] ZHANG W R, LIAW P K, ZHANG Y. Science and technology in high-entropy alloys[J]. *Science China Materials*, 2018, 61(1): 2-22.
- [7] GLUDOVATZ B, HOHENWARTER A, CATOOR D, et al. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications[J]. *Science*, 2014, 345(6201): 1153-1158.
- [8] LAPLANCHE G, KOSTKA A, REINHART C, et al. Reasons for the superior mechanical properties of medium-entropy CrCoNi compared to high-entropy CrMnFeCoNi[J]. *Acta Materialia*, 2017, 128: 292-303.
- [9] LI Z M, PRADEEP K G, DENG Y, et al. Metastable high-entropy dual-phase alloys overcome the strength-ductility trade-off[J]. *Nature*, 2016, 534: 227-230.
- [10] TSAO T K, YE H A C, KUO C M, et al. High temperature oxidation and corrosion properties of high entropy superalloys[J]. *Entropy*, 2016, 18(2): 62.
- [11] SCHUH B, MARTIN F M, VÖLKER B, et al. Mechanical properties, microstructure and thermal stability of a nanocrystalline CoCrFeMnNi high-entropy alloy after severe plastic deformation[J]. *Acta Materialia*, 2015, 96: 258-268.
- [12] SUN S T, TIAN Y Z, LIN H R, et al. Enhanced strength and ductility of bulk CoCrFeMnNi high entropy alloy having fully recrystallized ultrafine-grained structure[J]. *Materials & Design*, 2017, 133: 122-127.
- [13] 焦东,袁子洲,张香云. 面心立方结构高熵合金研究进展[J]. *铸造技术*, 2019, 40(9): 1008-1011.
- [14] 张涛,赵荣达,方正,等. CrCoNiMn 多元固溶强化铁基合金的组织与力学性能[J]. *铸造技术*, 2019, 40(5): 454-456.
- [15] SEOL J B, BAE J W, LI Z M, et al. Boron doped ultrastrong and ductile high-entropy alloys[J]. *Acta Materialia*, 2018, 151: 366-376.
- [16] HSU C Y, YE H J W, CHEN S K, et al. Wear resistance and high-temperature compression strength of Fcc CuCoNiCrAl_{0.5}Fe alloy with boron addition [J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004, 35: 1465-1469.
- [17] YOSHIDA S, BHATTACHARJEE T, BAI Y, et al. Friction stress and Hall-Petch relationship in CoCrNi equi-atomic medium entropy alloy processed by severe plastic deformation and subsequent annealing[J]. *Scripta Materialia*, 2017, 134: 33-36.
- [18] HE Y X, YANG H X, ZHAO C D, et al. Enhancing mechanical properties of Al_{0.25}CoCrFeNi high-entropy alloy via cold rolling and subsequent annealing[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 830: 154645.
- [19] 范晓嫒,徐流杰. 金属材料强化机理与模型综述[J]. *铸造技术*, 2017, 38(12): 2796-2798.
- [20] WU S W, WANG G, YI J, et al. Strong grain-size effect on deformation twinning of an Al_{0.1}CoCrFeNi high-entropy alloy[J]. *Materials Research Letters*, 2017, 5(4): 276-283.
- [21] 李洪超,王军,袁睿豪,等. AlCoCrFeNi 系高熵合金的强化方法研究[J]. *材料导报*, 2021, 35(17): 17010-17018.
- [22] TAKAKI S, NAKATSU H, TOKUNAGA Y. Effects of austenite grain size on ϵ martensitic transformation in Fe-15mass%Mn alloy [J]. *Materials Transactions, JIM*, 1993, 34(6): 489-495.
- [23] LI Z M, PRADEEP K G, DENG Y, et al. Metastable high-entropy dual-phase alloys overcome the strength-ductility trade-off[J]. *Nature*, 2016, 534: 227-230.
- [24] LI Z M, TASAN C C, PRADEEP K G, et al. A TRIP-assisted dual-phase high-entropy alloy: Grain size and phase fraction effects on deformation behavior[J]. *Acta Materialia*, 2017, 131: 323-335.
- [25] SU J, RAABE D, LI Z M. Hierarchical microstructure design to tune the mechanical behavior of an interstitial TRIP-TWIP high-entropy alloy[J]. *Acta Materialia*, 2019, 163: 40-54.
- [26] WANG Z W, BAKER I, CAI Z H, et al. The effect of interstitial carbon on the mechanical properties and dislocation substructure evolution in Fe_{40.4}Ni_{11.3}Mn_{34.8}Al_{7.5}Cr₆ high entropy alloys[J]. *Acta Materialia*, 2016, 120: 228-239.
- [27] ZHU S Y, YAN D S, GAN K F, et al. Awakening the metastability of an interstitial high entropy alloy via severe deformation [J]. *Scripta Materialia*, 2021, 191: 96-100.
- [28] ZHANG W Y, YAN D S, LU W J, et al. Carbon and nitrogen co-doping enhances phase stability and mechanical properties of a metastable high-entropy alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 831: 154799.
- [29] WANG M M, LI Z M, RAABE D. In-situ SEM observation of phase transformation and twinning mechanisms in an interstitial high-entropy alloy[J]. *Acta Materialia*, 2018, 147: 236-246.
- [30] SU J, WU X X, RAABE D, et al. Deformation-driven bidirectional transformation promotes bulk nanostructure formation in a metastable interstitial high entropy alloy[J]. *Acta Materialia*, 2019, 167: 23-39.

- [31] WANG Z W, LU W J, RAABE D, et al. On the mechanism of extraordinary strain hardening in an interstitial high-entropy alloy under cryogenic conditions [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 781: 734-743.
- [32] KOTTKE J, LAURENT-BROCQ M, FAREED A, et al. Tracer diffusion in the Ni-CoCrFeMn system: Transition from a dilute solid solution to a high entropy alloy[J]. *Scripta Materialia*, 2019, 159: 94-98.
- [33] LI Z M, TASAN C C, SPRINGER H, et al. Interstitial atoms enable joint twinning and transformation induced plasticity in strong and ductile high-entropy alloys[J]. *Scientific Reports*, 2017, 7: 40704.
- [34] HERRERA C, PONGE D, RAABE D. Design of a novel Mn-based 1 GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability[J]. *Acta Materialia*, 2011, 59(11): 4653-4664.
- [35] WEI D X, LI X Q, SCHÖNECKER S, et al. Development of strong and ductile metastable face-centered cubic single-phase high-entropy alloys[J]. *Acta Materialia*, 2019, 181: 318-330.