

高压扭转 Cu 试样微观组织的热稳定性分析*

谢子令^{1,2)} 武晓雷²⁾ 谢季佳²⁾ 洪友士²⁾

1) 温州大学建筑与土木工程学院, 温州 325035

2) 中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室, 北京 100190

摘要 通过高压扭转对 Cu 试样施加不同程度的变形, 利用 OM, TEM 及差示扫描量热仪 (DSC) 对变形组织微观结构及其热稳定性进行了分析. 在较小的变形程度下, 变形组织为高位错密度的位错胞、亚晶组织, 试样的变形储能随变形量的增大而增大, 在切应变等于 13 时达到最大, 为 0.91 J/mol, DSC 曲线显示的放热峰随变形量的增大向低温方向偏移; 进一步变形, 动态回复加剧, 高位错密度的亚晶组织逐渐演化成无位错的等轴状晶粒组织, 试样的变形储能减小, 组织的稳定性提高. 显微硬度随退火温度的提高而减小, 晶粒的明显长大导致显微硬度急剧减小. 出现明显晶粒长大的温度较 DSC 曲线显示的放热峰起始温度低 45 °C 左右, 这主要是由于变形组织的回复再结晶过程是退火温度与时间的函数, 降低处理温度并延长处理时间能达到与高温短时处理相同的效果.

关键词 Cu, 高压扭转 (HPT), 微观结构, 热稳定性

中图分类号 TG146.1

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2010)04-0458-08

ANALYSIS OF THE THERMAL STABILITY OF COPPER SPECIMENS DEFORMED BY HIGH-PRESSURE TORSION

XIE Ziling^{1,2)}, WU Xiaolei²⁾, XIE Jijia²⁾, HONG Youshi²⁾

1) College of Architecture and Civil Engineering, University of Wenzhou, Wenzhou 325035

2) State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190

Correspondent: XIE Ziling, Tel: (0577)86689609, E-mail: xiezl@wzu.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.10721202, 10772178 and 50571110)

Manuscript received 2009-10-10, in revised form 2009-12-22

ABSTRACT The thermal stability of Cu specimens subjected to high-pressure torsion (HPT) deformation with varying strains was studied by optical microscope (OM), differential scanning calorimetry (DSC) and transmission electron microscope (TEM). It is found that cellular subgrains with high dislocation densities are firstly formed at a low strain level, some of the cellular subgrains are transformed into dislocation-free equiaxed grains at larger strains. A single exothermal peak between 150 and 250 °C is shown in DSC curves, corresponding to the heat release due to recrystallization and subsequent grain growth. With the increase of strain, the peak position is shifted to a lower temperature and then is leveled off, but the stored energy of cold work, calculated according to the area under a peak, increases with strain at relatively low strain level and reaches its maximum value of 0.91 J/mol at strain of 13. Further deformation induces the stored energy of cold work to decrease due to the dynamic recovery of microstructure. A large drop in hardness appears in as-deformed samples at a temperature 45 °C lower than the start temperature of the exothermal peak after isochronal annealing, indicating that the recrystallization and grain growth process is closely relative to annealing time and temperature.

KEY WORDS copper, high pressure torsion (HPT), microstructure, thermal stability

近年来, 利用剧烈塑性变形技术制备亚微米/纳米晶

金属受到广泛关注^[1-6]. 剧烈塑性变形技术制备的亚微米和纳米晶材料中晶格畸变严重, 变形储能高, 组织稳定性差, 在温度升高或高应力条件下, 易发生晶粒长大^[7-10]. 亚微米、纳米晶晶粒长大, 会导致不同于粗晶材料的由晶粒尺寸变化所带来的力学性能的变化. 因此, 探讨剧烈塑性变形制备的细晶组织的热稳定性是对该材

* 国家自然科学基金项目 10721202, 10772178 和 50571110

资助

收到初稿日期: 2009-10-10, 收到修改稿日期: 2009-12-22

作者简介: 谢子令, 男, 1978 年生, 博士

DOI: 10.3724/SP.J.1037.2009.00673

料力学性能评估的重要指标之一。高压扭转 (high pressure torsion, HPT) 是一种典型的剧烈塑性变形方式, 可获得亚微米甚至纳米晶晶粒组织 [2], 应变沿试样径向的线性分布使得在同一试样上研究不同变形程度下组织的热稳定性成为可能。据此, Jiang 等 [10] 探讨了无侧向约束 HPT 处理 Cu 试样组织的热稳定性, 结果表明, 变形组织的热稳定性随扭转圈数的增大而降低。由于无侧向约束, 试样经历压缩与扭转联合变形。变形中试样厚度随扭转圈数的增大而减小, 且试样厚度沿径向分布不均匀, 导致应变沿径向难以量化。另外, 该变形过程与高静水压力的剧烈塑性变形特征存在一定的差别, 因此, 有必要对无侧向约束 HPT 处理 Cu 试样的组织稳定性作进一步研究。本文首先利用差示扫描量热仪 (DSC) 对经不同变形程度 Cu 试样进行分析, 并结合光学显微镜 (OM), 透射电镜 (TEM) 对组织进行观察, 探讨不同变形程度下组织的微观特征及其稳定性; 然后, 对经不同温度等温退火 Cu 试样的显微硬度与组织进行测试与观察, 进一步分析制备态 Cu 试样的组织稳定性, 并与 DSC 测试结果对比分析。

1 实验材料和方法

实验用材为工业纯 Cu T2(纯度高于 99.90%)。将原始 Cu 棒机加工成直径 12.0 mm, 厚 3.5 mm 的盘状样品, 在 650 °C 下真空退火 180 min 得到初始态样品。将初始态样品放置在如图 1 所示的 HPT 装置中。上压头固定, 通过下压头对试样施加 1.2 GPa 压力并扭转压头, 借助于压头与试样表面间的摩擦力, 使样品发生扭转变形。对试样分别进行了 1, 2, 4, 8 和 16 圈 HPT 变形处理, 转速控制在 0.33—0.5 r/min 之间。按图 2 所示的方式制取 DSC 测试用试样。用 600—2000 号 SiC 水砂纸依次对样品进行研磨, 然后对样品进行电解抛光以消除研磨产生的硬化层对测试结果的影响, 最后用无水乙醇对试样进行超声清洗。电解抛光在室温 70% H₃PO₄+ 30% H₂O(体积分数) 溶液中进行, 阴极材料为 Cu, 电压 4—5 V, 抛光时间为 60 s。将 DSC 试样的质量控制在 50 mg 左右。DSC 分析在 NETZSCHDSC 404C DSC 分析仪上进行, 升温速率为 20 °C/min, 温度扫描范围为 30—400 °C。为计算试样升温过程的放热, 对经过升温实验后的试样以相同的升温速率再次进行扫描, 并以此为基线计算首次扫描曲线放热峰的积分面积, 即放热焓值。

为描述 DSC 样品所经历的平均切应变 γ_a , 定义等效半径 r_{eq} 为

$$r_{eq} = \frac{\int_{-b}^b \int_{r-a}^{r+a} \sqrt{x^2 + y^2} dx dy}{\int_{-b}^b \int_{r-a}^{r+a} dx dy} \quad (1)$$

式中, a 为 DSC 试样的厚度的 1/2, b 为 DSC 试样长度的 1/2。

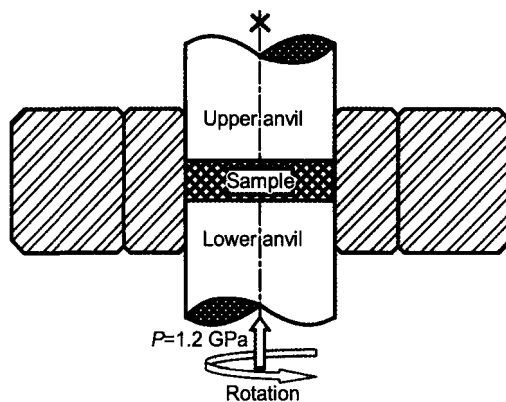


图 1 HPT 示意图

Fig.1 Schematic diagram of high pressure torsion mode

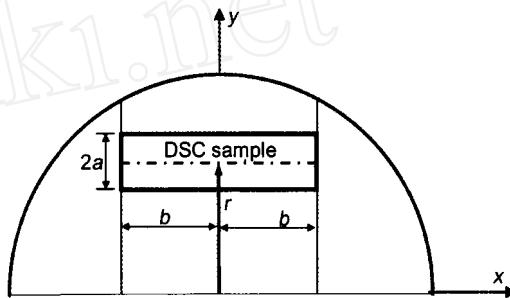


图 2 DSC 试样制取示意图

Fig.2 Schematic illustration of preparing a sample for DSC analysis

DSC 试样经历的平均切应变 γ_a 为

$$\gamma_a = \frac{2\pi N r_{eq}}{h} \quad (2)$$

式中, N 为扭转圈数, h 为 HPT 样品的厚度。

用 JEOL-100TEM 观察扭转面的组织, 工作电压为 100 kV。首先用线切割切取厚度为 0.5 mm 的薄片样品, 依次用 600—2000 号 SiC 水砂纸磨至 50 μ m 后, 截成直径为 3 mm 的小圆片, 再用 MTP-1 型双喷减薄仪在室温下减薄试样至合适厚度。双喷液组成为 25% H₃PO₄+25% 无水乙醇 +50% H₂O(体积分数)。双喷条件: 室温, 电流约 45—50 mA, 电压 10—12 V。用 OM 观察变形组织形貌。金相样品经磨光、抛光处理后, 在 10% 的过硫酸铵水溶液中侵蚀约 60 s。

对扭转了 4 和 16 圈的 Cu 试样在真空条件下进行不同温度退火处理 30 min, 退火温度分别为 100, 120, 140 和 160 °C。另外, 为探讨退火时间的影响, 将试样在 160 °C 温度下的退火时间延长至 40 min。用 MH-5L 显微硬度计测试试样硬度, 载荷 50 g, 保载 15 s。每个试样上测试 5—8 个点, 取平均值作为该取样位置试样的硬度值。

2 实验结果与分析

2.1 DSC 分析结果

图3为经历不同变形程度试样的DSC扫描曲线. 由图可见, 在150—250℃之间存在一明显的放热峰; 放热峰的峰值温度随变形量的增大呈现先降后升的趋势.

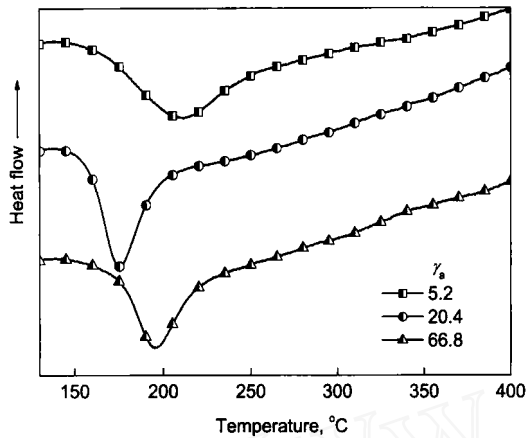


图3 不同变形程度 HPT Cu 样品的 DSC 曲线

Fig.3 DSC curves of Cu samples after HPT to the different strain levels at a heating rate of 20 °C/min

图4给出了不同扭转圈数 N 及不同平均切应变 γ_a 样品的 DSC 放热峰综合分析结果. 图4a表明经 HPT 处理 1—2 圈的试样, 当 $\gamma_a < 15$ 时, 放热峰的起始温度 T_s 随变形量 γ_a 的增大而降低, 并逐渐趋于稳定. $N \geq 4$ 后, 同一试样不同 γ_a 处的 T_s 无明显差异, 但随 N 的增大 T_s 值有所提高, 如 N 由 4 增大至 16 时, T_s 由 157 °C 升高至 175 °C. 放热峰的终止温度 T_f 随 γ_a 增大而减小, 随后趋于稳定, T_f 值随 N 的增大略有所提高, 如图 4b 所示. 图 4c 表明放热峰峰值温度 T_p 随 γ_a 的增大而明显降低, 并逐渐趋于饱和. 饱和和峰值温度随 N 的增大而提高, 如 N 由 4 增加到 16 时, T_p 由 176 °C 增大至 195 °C. 图 4d 表明, 放热焓值随 γ_a 的增大呈现先增后降的变化趋势, 当 $\gamma_a = 13$ 左右时, 放热焓值达到最大, 随后, 随 γ_a 增大而逐渐减小; 当 $\gamma_a > 20$ 后, 放热焓值随 γ_a 的变化不明显, 但随 N 的增大而略有减小.

为测量再结晶激活能, 分别采用 5, 10, 20 和 40 °C/min 4 种不同的升温速率对扭转了 16 圈的样品进行 DSC 扫描分析. 表 1 给出了不同升温速率下 HPT Cu 的 DSC 扫描结果.

根据 Kissinger 方程, 升温速率 β , 放热峰峰值温度

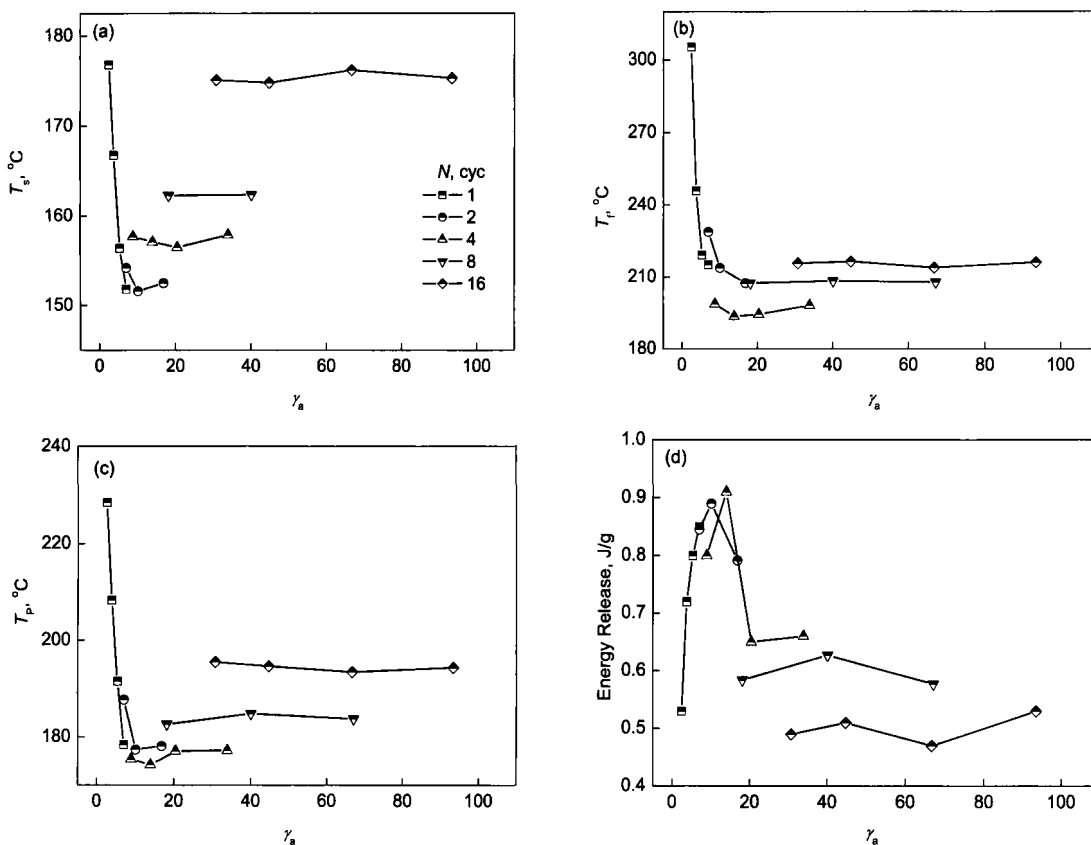


图4 DSC 扫描放热峰起始温度, 放热峰终止温度, 峰值温度及放热焓与平均切应变关系

Fig.4 Beginning temperature T_s (a), finishing temperature T_f (b) and peak temperature T_p (c) of exothermic peak and energy release (d) in DSC curve as a function of average shear strain γ_a for the Cu samples processed by HPT at a heating rate of 20 °C/min

表 1 经 16 圈扭转的试样在不同升温速率下的 DSC 扫描放热峰峰值温度

Table 1 Peak temperature of first exothermic peak measured by DSC at the different heating rates for Cu samples processed by HPT under 1.2 GPa for 16 cyc

Heating rate β , $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	Peak temperature T_p , $^{\circ}\text{C}$
5	170.1
10	182.5
20	194.3
40	207.2

T_p 以及放热过程的激活能 E 之间存在如下关系 [11]:

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_p^2}\right) = -\frac{E}{k_B T_p} - \ln\left(\frac{E}{k_B K_0}\right) \quad (3)$$

其中 k_B 为 Boltzman 常数, K_0 是 Arrhenius 公式中的频率因子. 基于该公式以 $\ln\left(\frac{\beta}{T_p^2}\right)$ 对 $\frac{1}{T_p}$ 作图将得到一直线, 直线斜率为激活能, 如图 5 所示. 基于图 5 可计算出 DSC 扫描放热过程对应的激活能为 1.0 eV, 与 Jiang 等 [10] 测量的 Cu 的再结晶激活能 0.98 eV 基本一致, 而且接近粗晶 Cu 的晶界扩散激活能 1.08 eV. 表明 DSC

分析中的放热峰对应的再结晶及晶粒长大过程是由晶界扩散机制控制的过程.

2.2 微观组织观察

图 6 示出了不同切应变时样品扭转面的显微组织形貌 OM 照片. 变形前晶粒为等轴状, 平均晶粒尺寸为 $43 \mu\text{m}$, 一些晶粒内部存在退火孪晶, 如图 6a 所示; 变形

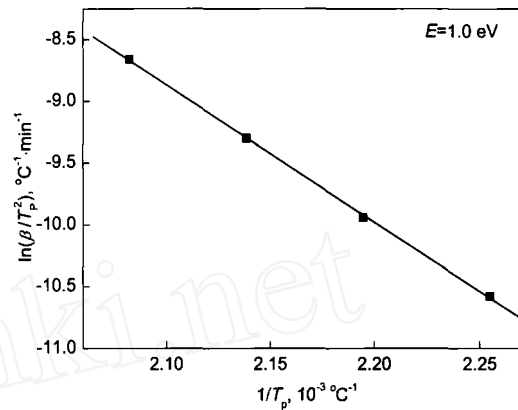


图 5 经 16 圈扭转 Cu 试样在不同升温速率下 DSC 扫描放热峰峰值的 Kissinger 关系图

Fig.5 Kissinger plot of temperature shift of first exothermic peak as a function of heating rate for a Cu sample after HPT 16 cyc with a shear strain larger than 30

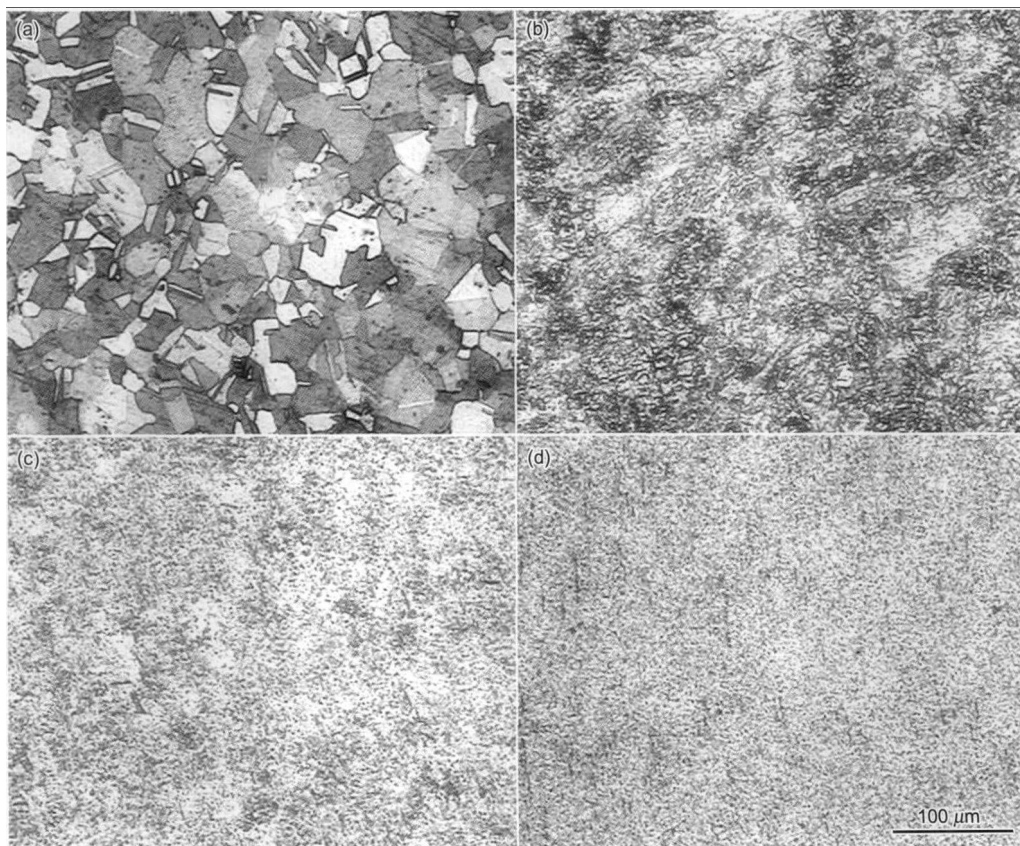


图 6 不同切应变 HPT Cu 试样的显微组织

Fig.6 Optical micrographs in the torsion plane of Cu samples deformed by HPT with shear strain γ of 0 (a), 2.7 (b), 10.8 (c) and 43 (d)

后,晶粒内部及晶粒之间变形严重,晶界模糊,初始晶粒依稀可见,仍保持等轴状,如图6b所示;当 γ 增大至10.8时,晶粒显著细化,初始大晶粒消失,组织的均匀性较图6b明显增强如图6c所示;进一步增大 γ 至43,变形组织已难以分辨,如图6d所示。

图7给出了不同变形程度下试样扭转面典型的TEM明场像。由图7可见, $\gamma=5.4$ 时,变形微观组织为等轴状亚晶结构,亚晶尺寸在100—500 nm,亚晶内部位错较少(图7a);当 γ 增大至10.8时,亚晶尺寸减小,亚晶内部位错密度较高,微观组织处于严重变形状态,局部区域出现等轴状晶粒组织(图7b);当 γ 增大至21.5时,变形组织中可观察到明显的晶界条纹,表明亚晶界已逐渐演化成大角晶界,同时,许多晶粒内部位错密度较低,这与变形过程中发生了动态回复或再结晶过程有关^[12],平均晶粒尺寸为273 nm(图7c);进一步增大 γ 至43时,变形组织特征基本保持不变,如图7d所示,表明当应变增大到一定程度后,晶粒细化趋于饱和,平均晶粒尺寸为285 nm。

2.3 低温退火实验结果

图8示出了扭转4圈试样的显微硬度与组织随退火温度的变化。经100℃,30 min等温退火后,试样的显

微组织无明显变化,显微硬度由制备态的HV 135.3下降到HV 130.3,仅下降了3.7%。退火温度升高至120℃,显微硬度进一步减小到HV 111.9,并出现了明显的晶粒长大(图8d)。随退火温度的进一步升高,长大晶粒的数量增多,尺寸增大,显微硬度减小。如升高退火温度至140℃,硬度降至HV 89.5,仅为制备态的66%。退火温度进一步升高,硬度随退火温度升高继续下降,但趋势有所减缓。在160℃将退火时间由30 min延长到40 min,显微硬度从HV 79.5进一步降低到HV 74.6。

图9为经16 cyc HPT处理试样的显微硬度与组织随退火温度的变化情况。在低于120℃条件下等温退火30 min,显微硬度变化不明显,由制备态的HV 136.8下降到HV 125.5,仅下降了8.3%;晶粒无明显长大,表明变形组织处于回复阶段。提高退火温度至140℃,出现了明显地晶粒长大,显微硬度降至HV 108.5,较制备态降低了21%。随退火温度进一步升高至160℃,发生长大的晶粒数目增多,尺寸增大,显微硬度进一步减小到HV 84.2。保持退火温度为160℃不变,延长退火时间至40 min,显微硬度减小至HV 78.8,表明变形组织再结晶及晶粒长大过程是退火温度与时间的函数。



图7 不同切应变 HPT Cu 试样的 TEM 像

Fig.7 TEM images of Cu samples deformed by HPT with shear strain γ of 5.4 (a), 10.8 (b), 21.5 (c) and 43(d)

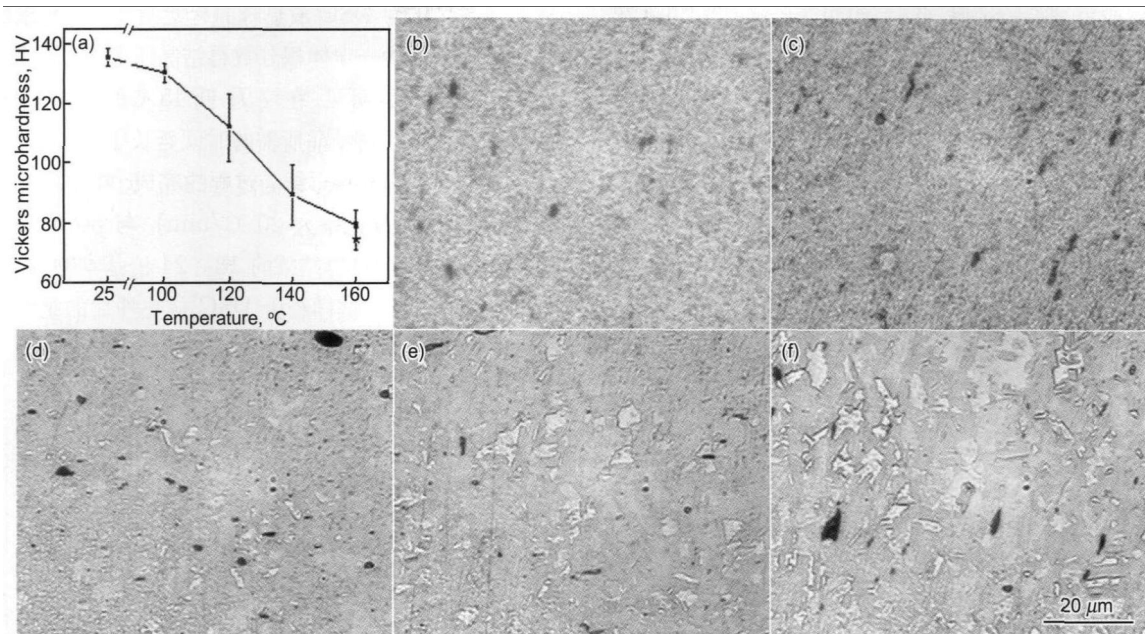


图 8 经不同温度等温退火处理 30 min 后的 HPT Cu 试样 ($N=4$, $\gamma=32.3$, $r=4.5$ mm) 显微硬度与显微组织

Fig.8 Curve of hardness vs annealing temperature (a) and microstructures for the Cu samples deformed by HPT with a shear strain of 32.3 ($N=4$, $r=4.5$) that unannealed (b), annealed at 100 °C (c), 120 °C (d), 140 °C (e) and at 160 °C (f) for 30 min

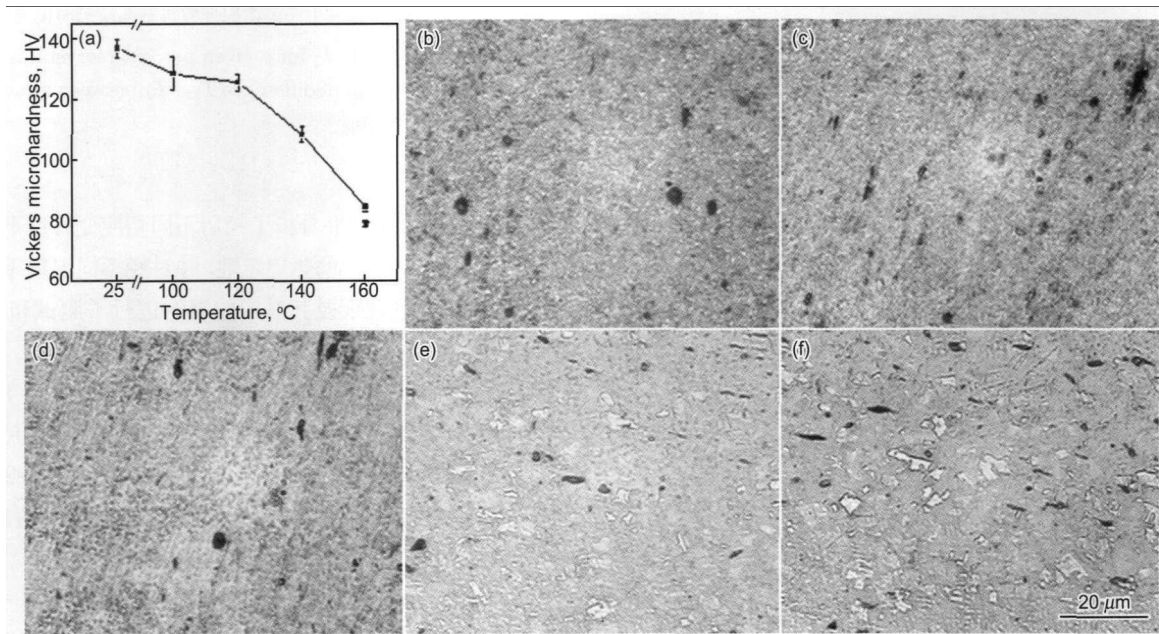


图 9 经不同温度等温退火 30 min HPT Cu 试样 ($N=16$, $\gamma=71.8$, $r=2.5$ mm) 的显微硬度与显微组织

Fig.9 Curve of hardness vs temperature (a) and microstructures for the Cu samples deformed by HPT with a shear strain of 32.3 ($N=16$, $r=2.5$) that unannealed (b), annealed at 100 °C (c), 120 °C (d), 140 °C (e) and 160 °C (f) for 30 min

3 讨论

放热焓值的大小与组织的变形储能密切相关, 变形储能越高, 组织稳定性越差, 发生回复再结晶的温度就越低^[10,12]. 组织的变形储能主要来源于以下两方面, 一是晶粒内部的位错、空位, 以及晶粒内部的弹性变形; 二是晶界或亚晶界的界面能^[13,14]. 因此, 组织细化程度越大, 细化组织中位错密度越高, 组织的热稳定性越差. 如图 7a

所示, 在较小的切应变下, 变形组织为位错胞、亚晶组织; 随着变形量的增大, 位错密度提高, 位错胞、亚晶组织逐渐演化成晶粒组织, 当 γ 增大至 10 左右时, 晶界模糊, 晶粒内部位错密度较高, 如图 4c, d 和 7b 所示, 组织变形储能增大, 热稳定性差; 进一步增大 γ 至 20 左右时, 如图 4c, d 和 7c 所示, 变形组织出现了明显的晶界条纹, 大部分晶粒内部位错密度较低, 表明变形组织经历了明显的

动态回复或再结晶的过程;此时,组织变形储能小,热稳定性提高,DSC放热峰向高温区移动;进一步增大 γ ,变形组织特征基本不变,但 N 的增加,试样温升加剧,动态回复加剧,试样的变形储能进一步降低,组织热稳定性有所提高.HPT Cu试样的放热焓值随 γ_a 的增大而呈现先增后降的变化趋势,与Jiang等^[10]实验结果不同.在文献[10]中,HPT Cu试样的放热焓值随 N 增大而增大,TEM组织观察表明经5 cyc扭转变形后,细化晶粒组织界面模糊,位错密度高,处于严重的变形态.导致这一区别主要原因是文献[10]中试样仅有0.5 mm,且随 N 的增大而逐渐减小;经5 cyc扭转变形后,试样厚度减小至0.13 mm左右;薄的试样有利于扭转变形产生热量的传导,热量累积不显著,试样温升不高,位错动态回复过程不明显,变形可诱导位错进一步增殖,进而组织变形储能增大.而本文样品的厚度为3.5 mm,变形诱导试样温升较大,位错动态回复加剧,细化组织为晶界清晰,晶内位错密度低的回复态组织,如图7c和d所示,组织变形储能降低.

DSC分析结果表明,经4 cyc HPT扭转变形试样的再结晶起始温度(T_s)在157℃左右;而低温退火实验结果表明,退火温度增大至120℃,变形组织已发生了再结晶,观察到明显长大晶粒,显微硬度急剧减小,如图8所示.对于16 cyc扭转变形试样,同样存在变形组织实际发生再结晶长大的温度比DSC测量结果偏低的现象,如图4a所示,经16 cyc扭转后试样的 T_s 为175℃左右,而图9表明,出现明显晶粒长大的退火温度在120—140℃,取中间温度130℃,则二者相差45℃.由于再结晶过程是一热激活过程,再结晶速率 V_r 与温度 T 的关系符合Arrhenius公式,即 $V_r = A \exp(-Q/RT)$,其中 A 为常数, Q 为再结晶激活能.考虑到再结晶速率与产生一定再结晶体积分数所需时间 t 成反比^[11],则

$$\frac{1}{t} = A' \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (4)$$

式中, A' 为常数.将式(4)两边取自然对数,整理后可得

$$\frac{1}{T} = K + \frac{2.3R}{Q} \ln t \quad (5)$$

式中, K 为常数.式(5)为一直线方程,若已知材料的再结晶激活能 Q ,则不同温度 T_1, T_2 下发生一定体积分数再结晶所需的时间 t_1, t_2 之比^[11]:

$$\frac{t_1}{t_2} = \exp\left(\frac{-Q}{R} \left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}\right)\right) \quad (6)$$

式中, R 为气体常数.可见,再结晶过程与保温温度及保温时间相关.降低温度、延长保温时间与提高温度、缩短保温时间的效果一致.将再结晶激活能 $Q=1$ eV代入

式(6),取 T_2 为DSC放热峰的起始温度 T_s ,可求出不同温度下退火发生一定体积分数再结晶所需时间的比值,结果如图10所示.可见,在较 T_s 低45℃的温度下退火,发生一定体积分数再结晶所需的时间延长了18—24倍.假设DSC峰对应材料再结晶过程的完成,峰宽40℃左右,历时2 min(升温速率为20℃/min),与30 min退火时间相差15倍,同计算结果的18—24倍基本吻合.但这只是一种粗略估算,试样经历DSC放热峰后的组织特征及其发生再结晶体积分数等参数还有待进一步量化.

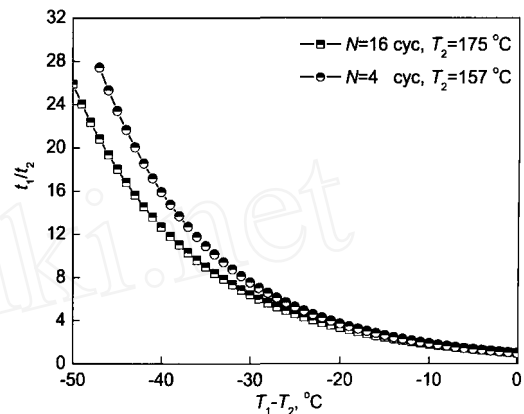


图10 不同温度下发生一定体积分数再结晶所需时间比值

Fig.10 Ratio of t_1 to t_2 for a given percent recrystallization as a function of difference $T_1 - T_2$ between annealing temperatures

4 结论

利用DSC测试并分析了经历不同切应变程度下高压扭转(HPT)Cu试样的热稳定性,并对经不同温度下等温退火试样的显微硬度及其对应的组织进行了测试和观察,结果表明:

(1) 切应变 $\gamma=5.4$ 时,变形组织为尺寸在100—500 nm位错胞、亚晶组织; γ 增大至10.8,亚晶尺寸减小,并逐渐演化成晶粒组织,晶内位错密度高; $\gamma > 20$ 后,细化组织为尺寸在200—300 nm等轴晶粒,晶界清晰,晶内位错密度低,变形组织经历了明显动态回复.

(2) 由DSC曲线可见,150—250℃之间存在一明显的放热峰,放热峰的起始温度、峰值温度、终止温度随 γ_a 增大而降低,且变化速度逐渐趋缓;在 $\gamma_a=13$ 左右时,峰值温度降至最低175℃,随 N 的增大,峰值温度有所升高.放热焓值随 γ_a 呈现出先增后降变形趋势,在 $\gamma_a=13$ 左右时,达到最大值0.91 J/g,随后逐渐减小并趋于稳定.这与组织发生动态回复过程密切相关.

(3) 经16 cyc扭转变形后,放热峰对应的激活能为1.0 eV,与粗晶Cu的晶界扩散激活能1.08 eV相吻合,表明放热峰对应的再结晶及晶粒生长是由晶界扩散机制所控制.

(4) 试样的显微硬度随退火温度的升高而降低,显微硬度的急剧降低对应于晶粒的明显长大.恒温退火实验中

观察到晶粒长大的温度比放热峰起始温度低 45 ℃左右, 导致这一差异的主要因素是再结晶过程与保温温度及保温时间有关, 降低温度、增加保温时间同样能实现提高温度、减小保温时间完成的过程。

参考文献

- [1] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. *Prog Mater Sci*, 2000; 45: 103
- [2] Zhilyaev A P, Langdon T G. *Prog Mater Sci*, 2008; 53: 893
- [3] Wang J T, Kang S B, Kim H W, Horita Z. *J Mater Sci*, 2002; 37: 5223
- [4] Huang C X, Wang K, Wu S D, Zhang Z F, Li G Y, Li S. *Acta Mater*, 2006; 54: 655
- [5] Wu X L, Tao N R, Wei Q M, Jiang P, Lu J, Lu K. *Acta Mater*, 2007; 55: 5768
- [6] Xie Z L, Wu X L, Xie J J, Hong Y S. *Acta Metall Sin*, 2008; 44: 803
(谢子令, 武晓雷, 谢季佳, 洪友士. 金属学报, 2008; 44: 803)
- [7] Zhang K, Weertman J R, Eastman J A. *Appl Phys Lett*, 2005; 87: 61921
- [8] Liao X Z, Kilmametov A R, Valiev R Z, Gao H S, Li X D, Mukherjee A K, Bingert J F, Zhu Y T. *Appl Phys Lett*, 2006; 88: 21909
- [9] Schaffer E, Kerber M B. *Mater Sci Eng*, 2007; A462: 139
- [10] Jiang H G, Zhu Y T, Butt D P, Alexandrov I V, Lowe T C. *Mater Sci Eng*, 2000; A290: 128
- [11] Pan J S, Tong J M, Dian M B. *Foundation of Material Science*. Beijing: Tsinghua University Press, 1998: 512
(潘金生, 全健民, 田民波. 材料科学基础. 北京: 清华大学出版社, 1998: 512)
- [12] Wang Y M, Jiao T, Ma E. *Mater Trans*, 2003; 44: 1926
- [13] Humphreys F J, Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. New York: Pergamon, 2004: 11
- [14] Zhang Y, Tao N R, Lu K. *Acta Mater*, 2008; 56: 2429