

转速对高压扭转 Cu 试样的组织与性能的影响

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, 浙江 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(HPT)技术在不同转速条件下实现了Cu试样的晶粒细化。利用光学显微镜(OM)、透射电镜(TEM)及显微硬度计观察并测试了组织的结构与性能,并基于有限元计算了变形诱导试样的温升,研究了转速对Cu试样的组织细化与性能的影响。结果表明:转速由 $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 增大至 $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$,经1圈扭转变形,试样温度由 $40.8 \text{ }^\circ\text{C}$ 升高到 $54.1 \text{ }^\circ\text{C}$,变形组织均为 $100 \sim 600 \text{ nm}$ 的高位错密度位错胞/亚晶组织,显微硬度由初始态的 $52 \text{ HV}0.05$ 增大至 $140 \text{ HV}0.05$;经16圈扭转变形,试样温度由 $50.4 \text{ }^\circ\text{C}$ 升高到 $97.4 \text{ }^\circ\text{C}$,组织细化到 200 nm 。慢速扭转变形试样晶内位错密度高,微观组织处于严重变形状态;而快速扭转试样晶内衬度均匀,位错较少,微观组织经历明显的动态回复,显微硬度较慢速扭转变形试样低6%。

关键词:Cu; 高压扭转; 微观结构; 显微硬度; 扭转速度

中图分类号: TG146.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1009-6264(2010)11-0109-07

Effect of revolution speed on microstructure and microhardness of Cu specimens subjected to high-pressure torsion

XIE Zi-ling^{1,2}, WU Xiao-lei², XIE Ji-jia², HONG You-shi²

(1. College of Architecture and Civil Engineering, University of Wenzhou, Wenzhou 325035, China; 2. State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)

Abstract: Cu specimens were deformed by high-pressure torsion (HPT) at different revolution speeds, to investigate the effect of revolution speed on its microstructure and mechanical properties by means of OM, TEM and microhardness testing. It was found that heavily deformed microstructure with average grain size in 200 nm formed in the sample after HPT deforming to large strains at a revolution speed of $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$. Increasing revolution speed up to $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$, some dislocation-free fine grains appears, leading to a 6 percent of decrease in average hardness as compared to the lower revolution speed counterparts. One turn of HPT deformation induces dislocation-cells/subgrains with size in $100\text{--}600 \text{ nm}$ formed and an increase in hardness from 52 to $140 \text{ HV}0.05$. The evolution of the microstructure and mechanical properties with revolution speed was interpreted by using a thermal analysis simulation based on heat generation induced by the extensive HPT deformation.

Key words: copper; high pressure torsion (HPT); microstructure; microhardness; revolution speed

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^[1-5]。高压扭转(HPT)是一种典型的剧烈塑性变形方法,可获得亚微米甚至纳米晶晶粒组织^[6-13]。对于大部分中、高层错能的立方结构金属,变形诱导晶粒细化的机制主要是位错分割^[5],变形产生位错密度的高低直接影响到晶粒细化程度。

提高位错密度,必须抑制其在变形过程中的动态回复。因此影响变形中位错动态回复的因素成为影响变形诱导晶粒细化的主要因素。这些因素包括材料参数(如层错能^[6])和变形参数(如压力^[7-9]、应变路径^[10-12]、变形温度^[9]等)。正如 Hebesberger 等^[9]观察到变形温度对晶粒细化程度影响明显,当 HPT 处理铜试样的温度由 $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 提高到 $120 \text{ }^\circ\text{C}$,极限细化晶粒尺寸由 400 nm 增大到 600 nm 左右,进一步增大处理温度至 $200 \text{ }^\circ\text{C}$,极限细化晶粒尺寸达到 800 nm ,是室温下的 2 倍。材料经历的塑性变形绝大部分是以热量的形式传导耗散,只有少部分以变形能的形式存储在变形体中^[14]。因此剧烈塑性变形势必导致试样温升,试样温升加剧位错组织动态回复过程,进而抑

收稿日期: 2009-11-06; 修订日期: 2010-04-02

基金项目: 国家自然科学基金项目(10721202, 10772178, 50571110)

作者简介: 谢子令(1978—),男,博士,从事剧烈塑性变形诱导金属材料组织细化方面研究,发表论文近 10 篇,电话: 0577-86689609,

Email: xiezl@wzu.edu.cn.

制晶粒的进一步细化。因此,探讨剧烈塑性变形诱导试样温升及其对组织性能影响的十分必要。然而,有关 HPT 转速对变形诱导晶粒细化的影响以及变形诱导试样温升的研究成果鲜见报道。本文首先在转速为 $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 和 $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 条件下分别对 Cu 试样进行 1 圈和 16 圈的 HPT 变形,然后利用光学显微镜(OM)、透射电镜(TEM)及显微硬度计对试样的变形组织、力学性能进行观察与测试,对比研究了扭转速度对 Cu 试样的微观组织与力学性能的影响;并基于 Ansys 分析了 HPT 过程中试样的温升情况,探讨了扭转速度、微观组织及力学性能之间的关联。

1 试验、计算过程与方法

1.1 试验材料和方法

工业纯 Cu 棒(铜的质量分数 $\geq 99.90\%$)机加工成直径 12.0 mm,厚 3.5 mm 的盘状样品,650 °C 真空退火 180 min 得到初始态样品,其显微组织如图 1 所示,一些晶粒内部存在退火孪晶,平均晶粒尺度为 43 μm 。将初始态样品放置在图 2 所示的 HPT 装置中,上压头固定,通过下压头对试样施加一定压力后并发生扭转,借助于压头与试样表面间的摩擦力,使得样品经受扭转变形。

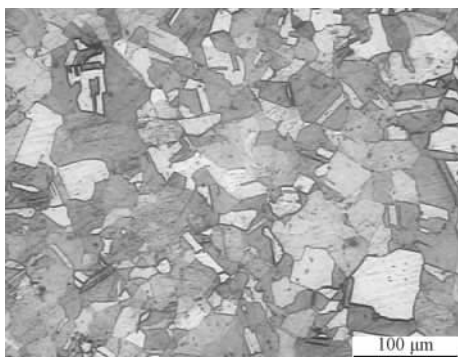


图 1 初始退火态 Cu 样品光学显微组织

Fig. 1 Optical micrograph of the initial Cu sample (annealed at 650 °C for 3 h, average grain size 43 μm)

微观组织观察在距扭转轴 3 mm 附近的横截面上进行,如图 3 中的 I 截面所示。电火化切取厚度为 0.5 mm 的薄片制备 TEM(JEOL-400)样品:用 SiC 砂纸水磨至 50 μm ,截成直径为 3 mm 的小圆片,再用 MTP-1 型双喷减薄仪室温减薄。双喷液为磷酸:酒精:去离子水按 1:1:2 配制。金相样品经磨光、抛光处理后,在 10% 的过硫酸铵水溶液侵蚀约 60 s。

显微硬度测试在图 3 截面 II 上进行。该截面包含扭转轴,能反映出显微硬度沿试样的径向及厚度方向

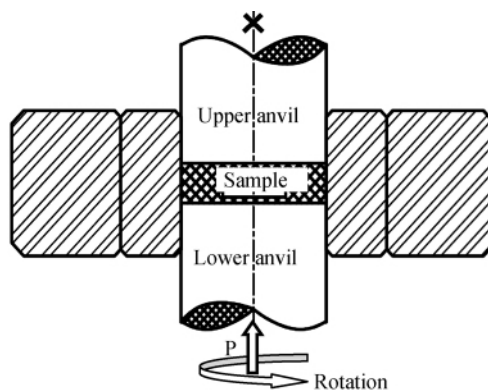


图 2 HPT 工艺原理示意图

Fig. 2 Schematic diagram of the device used for high pressure torsion (the upper anvil fixed, applied pressure of 1.2 GPa)

的分布。测试样品经机械磨光、抛光处理后,用 10% 的过硫酸铵水溶液轻度腐蚀,以消除或部分消除制样过程带来的硬化层的影响。显微硬度测试在 MH-5L 显微硬度计上完成,硬度测试条件:荷载 50 N,保载 15 s。不同径向 x 处,沿厚度 z 方向测试多个(至少 8 个)点的硬度并取其平均值作为该径向位置的硬度。

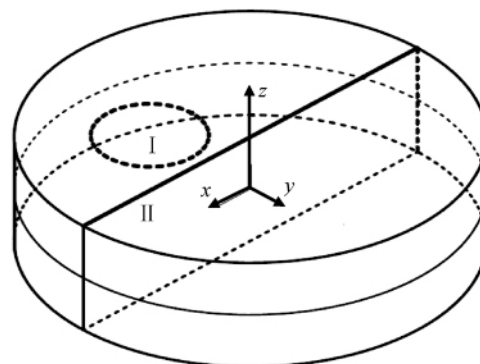


图 3 取样位置示意图

Fig. 3 Schematic drawing of sampling positions (z torsion axis), section I used in microstructure observation ($y = 3 \text{ mm}$, dashed circle represents TEM thin film), and section II used in microhardness testing (For a given x , at least eight test values were recorded along z axis.)

1.2 HPT 过程试样温升的计算

金属材料发生塑性变形时,绝大部分塑性功转化成热量,绝热条件下变形试样的温升^[15]:

$$\Delta T = \frac{\beta}{\rho C_v} \int_{\gamma_1}^{\gamma_2} \tau(\gamma) d\gamma \quad (1)$$

其中 β 为塑性功的热量转化率, ρ 为试样的密度, C_v 为试样的比热容。

HPT 变形试样与压头及约束侧向变形的侧环之间存在明显的热传导过程,导致基于式(1)计算试样

的温升与实际严重不符。为此,本文从外力功的角度出发,去探讨变形过程中试样的温升情况。HPT 变形过程中施加的扭矩 M_T ,一部分导致试样的塑性变形 (M_d),另一部分用于克服试样侧面与侧环间的摩擦 (M_f)。导致试样变形部分的扭矩:

$$M_d = \int_0^R 2\pi\tau(r)r^2 dr \quad (2)$$

其中 R 为试样的半径, $\tau(r)$ 为距扭转中心 r 处的流变切应力。

当试样经历一定圈数扭转变形后,除近扭转中心较小区域外,整个试样达到稳定的流变状态,流变切应力保持为 τ_s 。积分式(2)可得:

$$M_d = \frac{2\pi}{3}\tau_s R^3 \quad (3)$$

考虑到克服试样侧面与侧环间摩擦部分的扭矩 M_f 难以量化,但鉴于试样与侧环间的摩擦同样产生热量导致试样的温升,本文假定外力功的 90% 转化成热量,导致试样的温升。通过测量变形过程中施加的推力,进而得到施加的扭矩,如图 4 所示,在初始的半圈变形中,扭矩随变形量的增大迅速增大,随后增大趋势变缓,经历 1 圈变形后,施加扭矩基本保持不变。这一变化趋势与 Wetscher 基于应变片测试的结果^[16]基本吻合。但稳态扭矩值为文献[16]的 3.7 倍。导致这一差别的主要因素是文献[16]中铜试样的半径为 4 mm,而本文铜试样半径为 6 mm,基于式(3)可知用于试样变形的扭矩与试样的半径的立方成正比。则半径为 6 mm 的试样变形所需的扭矩为半径为 4 mm 试样的 3.4 倍。外力功率等于施加在样品上的扭矩乘以样品在该扭矩作用下的单位时间扭转角 θ ,即

$$W = M_T \theta \quad (4)$$

在给定的扭转速率 θ 下,基于式(4)可求得输入的功率,假定输入功的 90% 转化成热能,导致试样的温升,则单位体积试样单位时间内热量产生率为:

$$Q = \frac{0.9W}{\pi R^2 h} \quad (5)$$

其中 h 为试样的高度。为了简化计算分析,假设外力扭矩在扭转过程中保持不变,并取外力扭矩为扭转 1、2、3 圈时的平均值,即 $M_T = 268.2 \text{ N} \cdot \text{m}$ 。在给定的扭转速度下,基于式(5)可计算出扭转变形过程中试样的单位体积热量产生率。

将试样看成热源,利用 Ansys 进行建模计算,考虑到轴对称性,建立 1/2 平面模型,并采用单元类型为 Plane55 进行网格划分,有限元模型及单元划分见

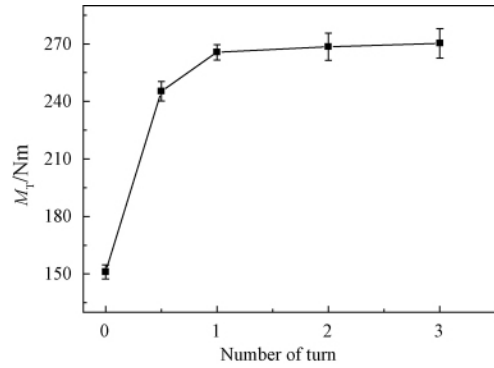


图 4 HPT 变形过程中扭矩测量结果
Fig. 4 Measured torque curve for Cu specimen processed by HPT under a pressure of 1.2 GPa

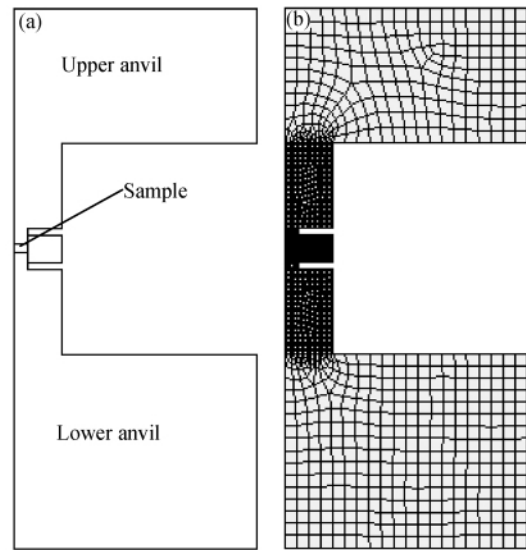


图 5 HPT 变形热分析图 (a)有限元模型图; (b)有限单元网格图
Fig. 5 Models of thermal analysis for Cu specimen subjected to HPT processing (a) finite element model; (b) initial mesh model

图 5。计算过程中给定所有节点的初始温度为 26 °C。考虑到上下压头座是分别放置在液压机上下承台上,压头座的体积、质量远远小于承台的体积、质量,近似认为压头底座是与一个无限大的恒温体接触;即,设压头座与承台接触处为恒温边界条件,同时不考虑模具与空气之间的热量交换。计算中用到的主要材料参数见表 1。

表 1 计算中的材料参数

Material	Density / ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)	Heat conductivity / ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)	Specific heat capacity / ($\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)
Steel	7730	20	460
Cu	8930	398	386

2 试验、计算结果与分析

2.1 微观组织

图6给出了经1圈HPT处理试样的典型的OM及TEM图片。晶粒组织变形严重,显微形貌紊乱,变

形组织由尺寸在100~600 nm的位错胞及亚晶组成,亚晶内部位错密度高。对比分析图6(a)与6(c)及6(b)与6(d),可见转速由 $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 增加至 $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$,经1圈扭转变形试样的微观组织无显著差异。

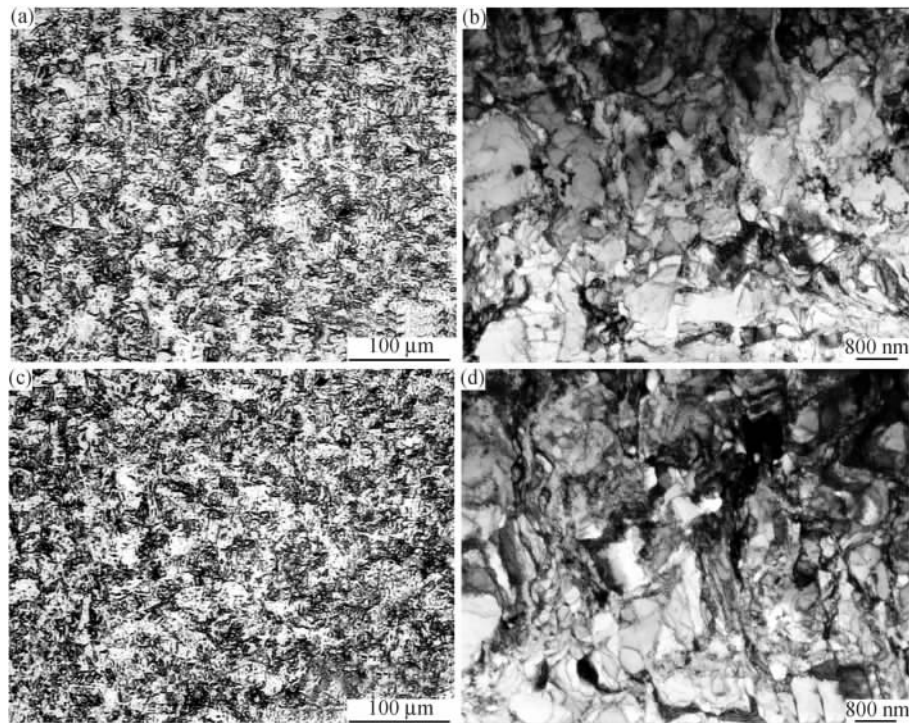


图6 不同转速下经HPT处理1圈Cu试样的微观组织(a),(b) $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$; (c),(d) $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$

Fig.6 Microstructure of the Cu specimens after HPT processing at different revolution speeds for 1 turn

(a),(b) $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$; (c),(d) $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$

图7给出的是不同扭转速度下,经16圈扭转变形Cu试样的典型微观组织。相对于原始晶粒组织,晶粒细化明显,基于OM难以分辨出晶粒组织形貌,如图7(a)和7(c)所示。TEM观察表明,转速为 $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 的试样,变形组织由尺寸在200 nm左右的等轴晶粒或亚晶组织组成,组织变形严重,晶内及晶间位错密度较高,如图7(b)所示,变形组织处于严重的非平衡态。而转速为 $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 的试样,变形组织主要为尺寸在200~600 nm的等轴晶粒或亚晶组织。相对转速为 $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 的试样,平均晶粒尺寸有所增大,较大晶粒内部位错较少,大晶粒之间存在变形严重的细小晶粒组织,如图7(d)所示,表明变形组织晶粒经历了明显的动态回复。

2.2 显微硬度

图8给出了2种转速条件下HPT处理试样截面II上的显微硬度沿径向分布。经1圈扭转变形,显微硬度在近扭转中心区域(0~1mm)随着距扭转中心距离的增大而增大,随后增大趋势变缓并趋于稳定

140 HV0.05,为初始态52 HV0.05的2.7倍。对比分析图8(a)中的两条曲线,可见扭转速度提高对经1圈扭转试样的显微硬度无明显影响,这结论与微观组织观察结果(见图6)相吻合。当扭转圈数增大至16圈后,转速为 $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 试样的显微硬度在近扭转中心区域沿径向仍呈现递增趋势,随后增大趋势减小,并保持在140 HV0.05左右。但转速为 $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 试样的显微硬度沿径向分布基本均匀,扭转中心区域的硬度与试样边缘区域硬度均为130 HV0.05左右。对比分析图8(b)中的两条曲线,可见转速为 $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 试样的显微硬度较扭转速度为 $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 试样小。对 $x > 0.5 \text{ mm}$ 区域内试样显微硬度统计表明,快速扭转试样的平均硬度较慢速扭转试样小6%左右。微观组织观察结果显示,快速扭转变形试样的细化组织尺寸较大,晶内位错密度较低,变形组织经历明显的动态回复,如图7(d)所示。对比图8(a)与8(b),可见在 $x > 2 \text{ mm}$ 的区域显微硬度随扭转圈数的增加而基本保持不变。然而,图6(b)与7(b)显示

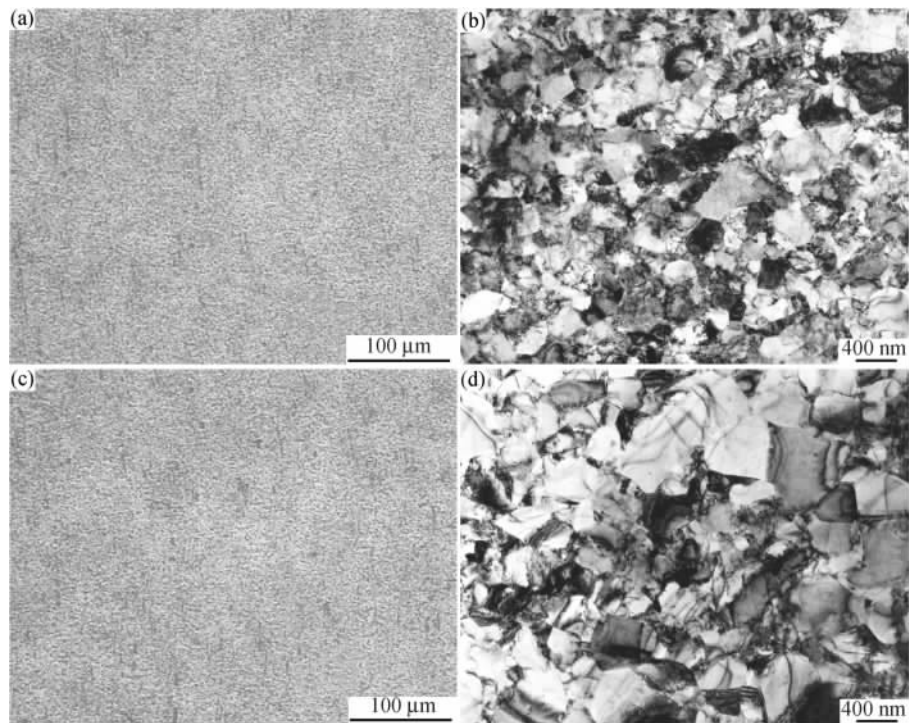


图 7 不同转速下经 HPT 处理 16 圈 Cu 试样的微观组织 (a) , (b) $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$; (c) , (d) $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$

Fig. 7 Microstructure of the Cu specimens after HPT processing at different revolution speeds (a) , (b) $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$; (c) , (d) $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$

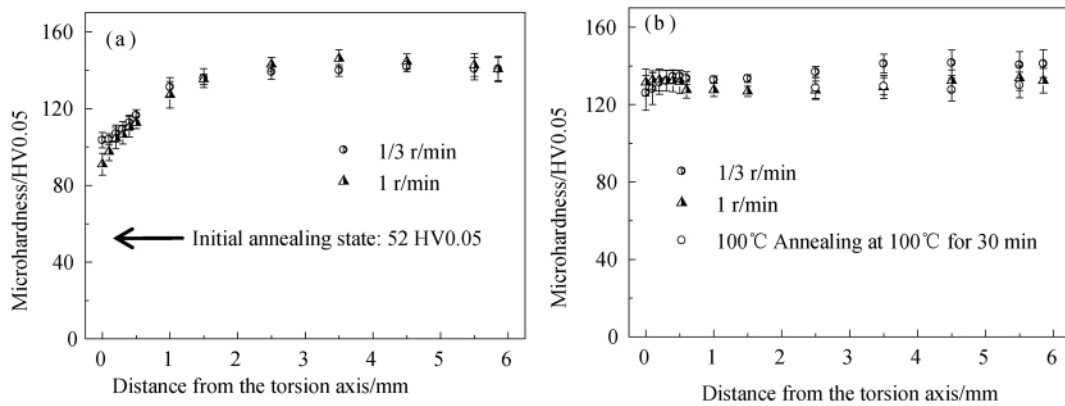


图 8 不同转速 HPT 处理 Cu 试样显微硬度沿径向的分布 (a) 1 turn; (b) 16 turns

Fig. 8 Measured Vickers hardness as a function of radius distance in Cu specimens subjected to HPT processing at different revolution speeds for 1 turn (a) and 16 turns (b)

经 1 圈扭转 Cu 试样的微观组织与经 16 圈扭转 Cu 试样的微观组织明显不同。这两种截然不同的微观组织却表现出基本一致的显微硬度,充分说明了变形态组织的力学响应是晶粒尺寸、亚晶尺寸、位错胞尺寸、位错密度及其分布等多种因素共同作用的结果。因此简单的采用宏观力学响应来刻画不同变形状态下

变形组织特征的异同存在一定的不确定性。

2.3 温升结果与分析

图 9 给出了不同转速下 HPT 变形试样的温升随扭转圈数变化的计算结果。在初始的几圈扭转变形过程中试样的温升速度较快,随着扭转圈数的进一步增加,温升趋势变缓,最终试样温度趋于稳定。由于试样

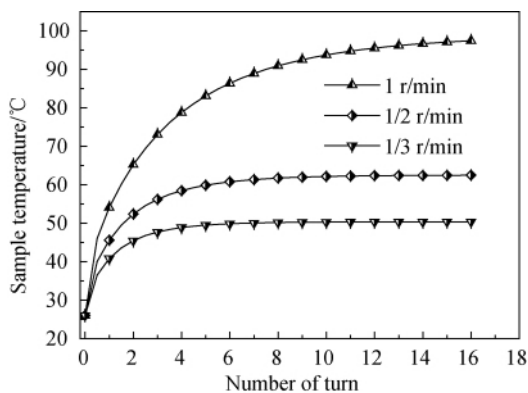


图9 不同转速 HPT 处理 Cu 试样温度随扭转圈数的变化趋势

Fig. 9 The calculated temperature of the Cu specimen processed by HPT up to 16 turns at different revolution speeds

的温升是热量的产生与传导共同作用的结果,而计算中假定变形试样热量产生率为定值,那么试样中热量对外传导的速率决定试样温升的快慢;在扭转变形初期试样与模具间的温差小,热量传导较慢,试样升温较快;试样升温导致试样与模具间温度梯度增大,热量传导的速率增大,从而试样升温的速度逐渐降低,最终热量的产生与传导达到动态平衡,试样的温度保持不变。对比分析图9中的3条曲线表明,试样的温升对转速相当敏感,当转速由 $1/3 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 增加至 $1 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$,扭转1圈时试样的温度由 $40.8 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 升高到 $54.1 \text{ }^{\circ}\text{C}$,升高 32.6% ;扭转16圈时试样的温度由 $50.4 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 升高到 $97.4 \text{ }^{\circ}\text{C}$;同时,转速的增加,试样温度达到动态平衡所经历的扭转圈数也逐渐增大。如扭转速度为 $1/3 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 时,试样温度达到动态平衡所经历的扭转圈数为4圈,而扭转速度为 $1/2 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 时,试样经历6圈扭转变形后温度基本保持不变,当扭转速度增大至 $1 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 时,试样经历16圈扭转变形后温度基本保持不变。由式(4)可知外力功率与扭转角速度成线性关系,因此试样的温升对扭转角速度的变化敏感,同时,由于外力功率的变化直接影响到试样的热量产生率,进而影响到试样温度达到动态平衡的历程。

3 讨论

常规变形条件下(室温,低应变速率),变形诱导中高层错能金属晶粒的细化是通过位错分割得以实现,最终细化晶粒尺寸取决于变形过程中形成位错胞的大小。位错胞的大小取决于变形产生位错密度的高低。位错密度越高,就能在越小的尺寸范围内形成位错间界,位错胞的尺寸也就越小,提高位错密度,必须抑制其在变形过程中的动态回复。最有效的方法是提高应

变速率或降低变形温度。例如表面机械研磨(SMAT)在保证大变形的同时提高了应变速率,其应变速率高达 $10^3 - 10^4 \text{ s}^{-1}$ [17,18]。因此,这种方法能在金属表面获得纳米晶粒组织[19]。对于高压扭转变形,试样经历的最大应变率在 $10^{-1} - 10^0 \text{ s}^{-1}$ 量级,在该区间内应变率的变化,不会导致晶粒细化机制的转变[19]。根据应变率敏感性指数 $m = \partial \ln(\sigma) / \partial \ln(\dot{\epsilon})|_{\epsilon}$,并假设显微硬度 HV 与流变应力 σ 存在线性关系,则由于应变率提高导致显微硬度的增大: $\ln(HV_2/HV_1) = \ln(\sigma_2/\sigma_1) = m \ln(\dot{\gamma}_2/\dot{\gamma}_1)$ 。取经16扭转变形试样的应变率敏感性指数 $m = 0.021$ [13],并取 $\dot{\gamma}_2/\dot{\gamma}_1 = 3$,可得应变率效应引起显微硬度的增加仅为 2.0% ,可见应变率强化效果不明显。因此,增大扭转速度导致试样温升加剧对变形组织特征及其性能影响显著。温度场计算结果表明,当转速由 $1/3 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 增大至 $1 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$,经1圈扭转变形试样的温度由 $40.8 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 升高到 $54.1 \text{ }^{\circ}\text{C}$,在该温度范围内,位错动态回复变化不明显,从而得到扭转速度增大,微观组织无明显变化,显微硬度沿径向分布基本一致的结果,如图7(b)和8(a)所示;经16圈扭转试样的温度由 $50.4 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 升高到 $97.4 \text{ }^{\circ}\text{C}$,该温度范围,位错动态回复加剧,导致扭转速度增大,晶粒尺寸增大,显微硬度值减小的变化趋势,如图7(d)和8(b)所示。同时如图8(b)中的“○”所示,快速扭转试样的显微硬度与较慢速度扭转试样经 $100 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 30 min 退火后的显微硬度吻合较好,表明温度场的计算结果基本吻合变形试样实际温度。

4 结论

1) 经1圈扭转变形试样的显微硬度及微观组织对转速的变化不敏感。在近扭转中心区域($x < 1 \text{ mm}$)显微硬度沿径向呈递增趋势,随 x 的增大,增大趋势变缓,并趋于稳定 $140 \text{ HV}0.05$,为初始退火态的 2.7 倍;变形组织为尺寸在 $100 \sim 600 \text{ nm}$ 的位错胞及亚晶组织;

2) 经16圈扭转变形试样的显微硬度及微观组织对转速的变化敏感。当转速由 $1/3 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 增大至 $1 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$,尺寸在 200 nm 左右的严重变态组织发生了明显动态回复,晶粒尺寸增大,晶内位错密度降低,显微硬度降低 6% 左右;

3) 变态组织的力学响应受组织中晶粒尺寸、亚晶尺寸、位错胞的尺寸、位错密度及其分布等多种因素的影响,仅通过力学性能测试来刻画变形组织的异同存在一定的不确定性;

4) 变形试样温度对扭转速度的变化较敏感,当转速由 $1/3 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 增大至 $1 \text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$, 经 1 圈扭转变形试样温度由 $40.8 \text{ }^\circ\text{C}$ 增大至 $54.1 \text{ }^\circ\text{C}$, 经 16 圈扭转变形试样温度由 $50.4 \text{ }^\circ\text{C}$ 增大至 $97.4 \text{ }^\circ\text{C}$, 且试样温升

达到动态平衡所需的扭转圈数随转速的增大而增大;

5) 对于高压扭转变形, 扭转速度的增大导致试样的温升是影响组织细化及其力学性能的主要因素。

参 考 文 献

- [1] Valiev R Z , Islamgaliev R K , Alexandrov I V . Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation [J]. *Progress in Materials Science* , 2000 , 45 (2) :103 - 189.
- [2] WANG J T , KANG S B , KIM H W , et al . Lamellae deformation and structural evolution in an Al-33% Cu eutectic alloy during equal-channel angular pressing [J]. *Journal of Materials Science* , 2002 , 37 (12) :5223 - 5227.
- [3] HUANG C X , WANG K , WU S D , et al . Deformation twinning in polycrystalline copper at room temperature and low strain rate [J]. *Acta Materialia* , 2006 , 54 (3) :655 - 665.
- [4] WU X L , TAO N R , WEI Q M , et al . Microstructural evolution and formation of nanocrystalline intermetallic compound during surface mechanical attrition treatment of cobalt [J]. *Acta Materialia* , 2007 , 55 (17) :5768 - 5779.
- [5] Hughes D A , Hansen N . High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms [J]. *Acta Materialia* , 1997 , 45 (9) :3871 - 3886.
- [6] ZHAO Y H , LIAO X Z , ZHU Y T , et al . Influence of stacking fault energy on nanostructure formation under high pressure torsion [J]. *Materials Science and Engineering A* , 2005 , 410 - 411 (25) :188 - 193.
- [7] Zhilyaev A P , Lee S , Nurislamova G V , et al . Microhardness and microstructural evolution in pure nickel during high-pressure torsion [J]. *Scripta Materialia* , 2001 , 44 (12) :2753 - 2758.
- [8] Zehetbauer M J , Stüwe H P , Vorhauer A , et al . The role of hydrostatic pressure in severe plastic deformation [J]. *Advanced Engineering Materials* , 2003 , 5 (5) :330 - 337.
- [9] Hebesberger T , Stüwe H P , Vorhauer A , et al . Structure of Cu deformed by high pressure torsion [J]. *Acta Materialia* , 2005 , 53 (2) :393 - 402.
- [10] Horita Z J , Langdon T G . Microstructures and microhardness of an aluminum alloy and pure copper after processing by high-pressure torsion [J]. *Materials Science Engineering A* , 2005 , 410 - 411 (25) :422 - 425.
- [11] Wetscher F , Pippan R . Cyclic high-pressure torsion of nickel and Armco iron [J]. *Philosophical Magazine* , 2006 , 86 (36) :5867 - 5883.
- [12] Todaka Y , Umemoto M , Yamazaki A , et al . Effect of strain path in high-pressure torsion process on hardening in commercial purity titanium [J]. *Materials Transactions* , 2008 , 49 (1) :47 - 53.
- [13] 谢子令, 武晓雷, 谢季佳, 洪友士. 高压扭转铜试样的微观组织与压缩性能 [J]. *金属学报*, 2008, 44 (7) :803 - 809.
XIE Z L , WU X L , XIE J J , HONG Y S . Microstructures and compression properties of copper specimens deformed by high-pressure torsion [J]. *Acta Metallurgica Sinica* , 2008 , 44 (7) :803 - 809.
- [14] Humphreys F J , Hatherly M . *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* [M]. Oxford: Elsevier , 2004.
- [15] Mishra A , Kad B K , Gregori F , et al . Microstructural evolution in copper subjected to severe plastic deformation: Experiments and analysis [J]. *Acta Materialia* , 2007 , 55 (1) :13 - 28.
- [16] Wetscher F . Effect of large shear deformation on rail steels and pure metals [D]. *Doctoral Thesis* , University of Leoben , 2006 :26 - 27.
- [17] LU K , LU J . Surface nanocrystallization (SNC) of metallic materials—Presentation of the concept behind a new approach [J]. *Journal of Materials Science and Technology* , 1999 , 15 (3) :193 - 197.
- [18] ZHANG H W , HEI Z K , LIU G , et al . Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment [J]. *Acta Materialia* , 2003 , 51 (7) :1871 - 1881.
- [19] WANG K , TAO N R , LIU G , et al . Plastic strain-induced grain refinement at the nanometer scale in copper [J]. *Acta Materialia* , 2006 , 54 (19) :5281 - 5291.