

ECAP 变形下 304L 奥氏体不锈钢的形变诱导马氏体相变 *

杨 钢

黄崇湘 吴世丁 张哲峰

(钢铁研究总院结构材料研究所, 北京 100081)

(中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 沈阳 110016)

摘 要 研究了 304L 奥氏体不锈钢在严重塑性变形(等通道转角挤压, ECAP)下发生形变诱导马氏体转变的微观特征, 包括形核特征、长大方式和相变晶体学, 探讨了粗大晶粒和亚微米晶粒发生马氏体相变的异同和微观机理. 结果表明: 粗大奥氏体晶粒发生相变时, 马氏体主要形核于微观剪切带(包括层错、变形孪晶和 ϵ 相等)的相互交割处, 马氏体与奥氏体之间为 K—S(Kurdjumov—Sachs)关系, 而不是西山(Nishiyama—Wassermann)关系; 亚微米奥氏体晶粒发生相变时, 马氏体则多在奥氏体晶界处形核, 马氏体与奥氏体之间仍为 K—S 关系.

关键词 奥氏体不锈钢, 等通道转角挤压, 亚微米晶, 马氏体相变, 微观机理

中图分类号 TG113

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2009)08-0906-06

STRAIN-INDUCED MARTENSITIC TRANSFORMATION IN 304L AUSTENITIC STAINLESS STEEL UNDER ECAP DEFORMATION

YANG Gang

Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081

HUANG Chongxiang, WU Shiding, ZHANG Zhefeng

Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: HUANG Chongxiang, Tel: (024)83978029, E-mail: chxhuang@imr.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.50701047)

Manuscript received 2009-01-04, in revised form 2009-04-23

ABSTRACT The strain-induced martensitic transformation (SIMT) is considered to be an effective route to enhance the mechanical properties of metastable austenitic steels. Recently, it was found that the SMIT was favourable for the formation of nanocrystalline microstructures in some austenitic steels and titanium alloys, by using the technique of severe plastic deformation (SPD) for grain refinement. It is well known that austenitic stainless steel is sensitive to martensite transformation under plastic deformation at low temperature. However, the mechanisms of SIMT in austenitic stainless steel (AISI 304 series) under SPD, particularly the transformation mechanisms in small grains with sizes of submicrometer and nanometer, are still lack of investigation. Equal channel angular pressing (ECAP) is one of the popular methods of SPD, which can produce bulk nanostructured metallic materials without any reduction in the cross-sectional area of specimen. It has been clarified that the shear deformation imposed by ECAP was the most effective route to trigger SIMT in austenitic stainless steel in comparison with uniaxial tension and compression. In this paper, the SIMT in 304L austenitic stainless steel was investigated under ECAP deformation at room temperature, in order to reveal the mechanisms of nucleation, growth and crystallography of strain-induced martensite. The microstructures of strain-induced martensite during ECAP deformation were carefully examined by X-ray diffraction and transmission electron microscope (TEM). It was found that in the case of coarse austenitic grains, the strain-induced marteniste nucleated at the intersection of deformation bands (including the bundles of stacking faults, deformation twins and platelets of epsilon phase) and kept the K—S (Kurdjumov—Sachs) but not the Nishiyama—Wassermann orientation relationships with austenitic grains. While in the case of small austenitic grains with sizes of several hundred nanometers, the strain-induced martensite preferred

* 国家自然科学基金资助项目 50701047

收到初稿日期: 2009-01-04, 收到修改稿日期: 2009-04-23

作者简介: 杨 钢, 男, 1963 年生, 教授级高工, 博士

to nucleate at grain boundaries and grew up via swallowing the matrix of austenite. The martensitic grains followed the K-S crystallographic relationships with austenite too. Furthermore, the new nanocrystalline martensitic grains were easily rotated against each other by shear deformation, which prevented the coalescence of martensitic grains and was beneficial for the formation of nanocrystalline structures. According to the K-S orientation relationship, the $\{110\}$ planes of martensite are converted from the $\{111\}$ planes of austenite, keeping the $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ direction of martensite parallel to the $\langle \bar{1}11 \rangle$ direction of austenite as well. The difference and mechanism of SIMT occurring in coarse austenitic grains and submicron austenitic grains were discussed in detail.

KEY WORDS austenitic stainless steel, equal channel angular pressing, submicron grain, martensitic transformation, microscopic mechanism

由于组织的不稳定性, 亚稳态奥氏体钢在室温及室温以下进行塑性变形时容易发生奥氏体向马氏体的转变, 称之为形变诱导相变^[1]. 对于粗晶奥氏体钢, 形变诱导相变一般可使材料的均匀延伸率增加 50% 以上, 这称为 TRIP (Transformation-Induced Plasticity) 效应^[2,3]. 实验研究^[4,5]表明, 形变诱导相变同样可以增强超细晶奥氏体钢的应变硬化能力, 从而将其塑性提高到与粗晶态相当的程度. 此外, 在超细晶材料的制备中, 塑性变形诱导相变对钢铁材料的晶粒细化也非常有意义. Zhang 等^[6]通过表面机械研磨在 304 奥氏体不锈钢的表面获得了晶粒尺寸约 10 nm 的马氏体组织. Huang 等^[7,8]进一步证实, 在等通道转角挤压变形 (ECAP, 一种严重塑性变形方法^[9]) 过程中, 通过不同晶粒尺寸的奥氏体晶粒 (304L) 发生形变诱导相变可获得晶粒尺寸约 75 nm 的马氏体组织. 可见, 形变诱导相变不仅是提高超细晶奥氏体钢塑性的良好方法, 同时也是一种有效的晶粒细化方式.

形变诱发马氏体相变的模式取决于温度、应变、应变速率以及塑性变形方式等变形条件. 实验观察^[10,11]证明: 单向拉伸和轧制情况下, $\gamma(\text{fcc}) \rightarrow \varepsilon(\text{hcp}) \rightarrow \alpha'(\text{bcc})$ 相变过程是奥氏体不锈钢 (如 304 系列) 的基本相变模式. 然而, 目前有关在 ECAP 纯剪切变形模式下的相变研究非常缺乏, 特别是当奥氏体的晶粒尺寸减小到几百纳米时, 马氏体的形核特征、长大方式和相变晶体学等并不很清楚.

本文研究 304L 奥氏体不锈钢在 ECAP 变形下发生马氏体相变的微观特征, 探讨粗大晶粒和亚微米晶粒发生马氏体相变时的异同和微观机理.

1 实验方法

实验用料为 304L 奥氏体不锈钢, 化学成分 (质量分数, %) 为: C 0.007, Cr 18.46, Ni 11.82, Si 1.61, S 0.008, P 0.018, Mn 0.29, Fe 余量. 热轧棒材经 1150 °C/2 h 退火后, 初始奥氏体晶粒尺寸为 100—400 μm , 如图 1 所示. 将机械加工得到的直径 8 mm, 长 45 mm 的圆棒用于 ECAP 变形实验.

ECAP 模具通道直径 8 mm, 两通道夹角 $\Phi=90^\circ$, 外接过渡圆弧 $\psi=30^\circ$. 一次挤压的等效 von Mises 应变 $\varepsilon \approx 1.02$. ECAP 挤压在室温下进行, 样品被挤压 1—4 道次. 每道次挤压后, 试样按相同方向旋转 90° 进行下一

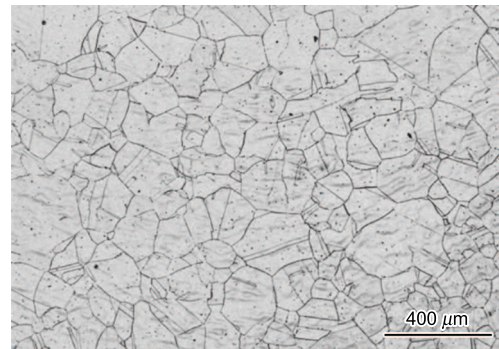


图 1 初始试样的金相照片

Fig.1 Metallograph of initial sample

道次挤压^[9].

挤压后的样品采用 Rigaku D/max-2400 型 X 射线衍射仪 (XRD, $\text{CuK}\alpha$) 进行相分析. 微观结构在 JEOL-2000FX II 和 H-800 透射电子显微镜 (TEM) 上观察, 工作电压 200 kV. 采用电火花切取厚度为 0.5 mm 的薄片样品, 然后用 SiC 砂纸水磨至 40 μm 厚度, 并截成直径 3 mm 的小圆片, 最后用 MTP-1 型双喷减薄仪减薄, 得到 TEM 观察用薄膜样品.

2 实验结果与讨论

2.1 X 射线分析

图 2 为初始态和 ECAP 样品的 XRD 谱. 由图 2a 可见, 初始态为单相奥氏体组织; 经 ECAP 变形后, 形成了大量的 α' 马氏体 (bcc 结构). 对比 γ 和 α' 衍射峰的相对强度发现: 随挤压道次的增加, γ 相含量逐渐降低, 而 α' 相含量却增加. 定量分析表明, 经 1 道次变形后样品中马氏体的体积分数约为 16%, 经 4 道次变形后含量高达 52%. 类似的, Shin 等^[12] 同样采用 XRD 技术研究发现, ECAP 的纯剪切变形比拉压、轧制等变形方式更利于激发马氏体相变.

实验还发现, 在经 1 道次变形的样品中除 α' 马氏体衍射峰外, 还有 ε 相 (hcp 结构) 的衍射峰 (10.1), 如图 2b 所示. 衍射峰的相对强度表明, ε 相含量较 α' 马氏体少. 经多道次变形后, 样品中已基本观察不到 ε 相的衍射峰. TEM 观察则进一步表明, ε 相在后续道次的变形中逐渐转变成了 α' 马氏体. 由此可见, 304L 奥氏体不锈钢在室温 ECAP 变形下可能经过了 $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ 和 $\gamma \rightarrow \alpha'$ 这 2 个相变过程.

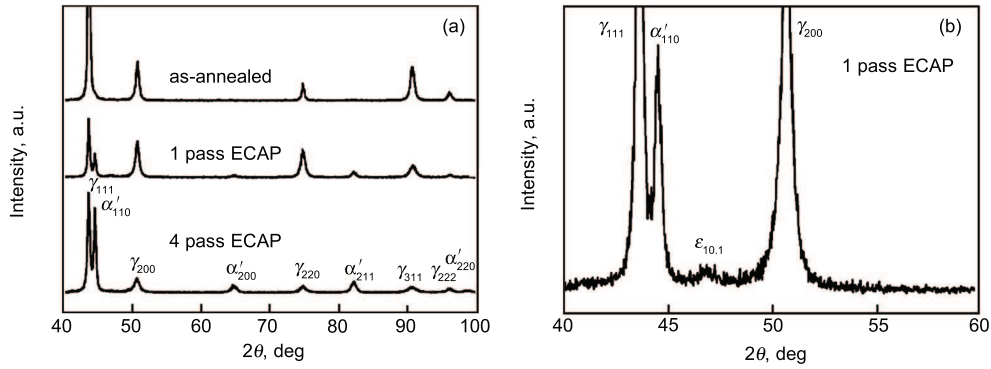


图 2 初始态和 1 道次、4 道次 ECAP 样品的 X 射线衍射谱

Fig.2 XRD patterns of the initial and ECAP samples (a) and magnified XRD pattern of 1 pass ECAP sample (b)

2.2 微观结构观察

2.2.1 变形组织 图 3 所示为 ECAP 样品的 TEM 像及其选区衍射谱. 经 1 道次变形后, 在样品中形成了复杂的变形组织, 包括微剪切带、形变孪晶和形变马氏体, 如图 3a 所示. 挤压 4 道次后, 晶粒得到显著细化, 形成平均晶粒尺寸约 160 nm 的超细晶组织, 如图 3b 所示. 对应的选区衍射谱表明, 超细晶组织为 γ 奥氏体与 α' 马氏体组成的双相组织. 超细晶马氏体主要来源于两部分: 一部分为粗晶奥氏体在 1, 2 道次挤压时转变成的马氏体, 再经 3, 4 道次变形而细化至超细晶, 另一部分则由已细化至亚微米的奥氏体晶粒转变而来 [8].

2.2.2 马氏体相变 图 4a 所示为在经 1 道次变形后样品中观察到的 2 条马氏体带 (图中箭头所指) 的 TEM 像. 将奥氏体晶粒的 $[110]$ 晶带轴转至平行于电子束入射方向以对局部进行放大观察, 其形貌像如图 4b 所示. 在片层结构中间出现了如图中箭头所指的规则结构. 对该部分结构进行选区衍射分析, 对应衍射谱如图 4c 所示. 经标定, 该衍射谱为 γ 基体、变形孪晶、 ε 相和 α' 马氏体的复合衍射谱 (图 4d). 各相晶带轴的关系为 $[\bar{1}10]_{\gamma} // [\bar{1}10]_{\text{twin}} // [11\bar{2}0]_{\varepsilon} // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$. 图 4b 中两侧的片层由 γ 基体、变形孪晶、 ε 相薄片组成, 而箭头所指不规则结构为 α' 马氏体. 可见, α' 马氏体主要形核于微孪晶和相富集或相互交割的地方. 根据晶带轴的关系可以确定 γ 基体、 ε 相和 α' 马氏体三者之间的晶体学关系为 $\{111\}_{\gamma} // \{0001\}_{\varepsilon} // \{011\}_{\alpha'}$, $\langle \bar{1}10 \rangle_{\gamma} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\varepsilon} // \langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle_{\alpha'}$. 其中, α' 马氏体和 γ 奥氏体之间遵循 K-S (Kurdjumov-Sachs) 关系 [1,10,13], 即 $\{011\}_{\alpha'} // \{111\}_{\gamma}$, $\langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle_{\alpha'} // \langle \bar{1}10 \rangle_{\gamma}$. Huang 等 [8,14] 的研究指出: 奥氏体不锈钢在 ECAP 变形过程中可发生 $\gamma \rightarrow \alpha'$ 和 $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ 两种模式的相变过程; ε 相 (hcp 结构) 作为中间相是以薄片形式从 γ 基体的 $\{111\}$ 面析出, 而不是混乱堆垛的 γ 片层, 随挤压道次的增加, ε 相将逐渐转变成 α' 马氏体.

在 Fe-Cr-Ni 合金马氏体相变中, α' 与 γ 之间还存

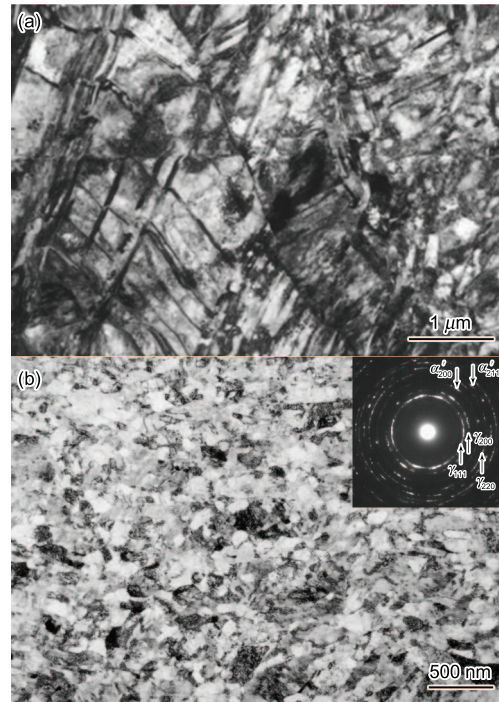


图 3 经 1 道次和 4 道次变形的 ECAP 样品的 TEM 像及其选区衍射谱

Fig.3 Bright-field TEM micrographs of samples after 1 pass (a) and 4 passes (b) ECAP deformation, the inset in Fig.3b is corresponding SAED pattern

在另一种晶体学取向关系为 $\{111\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha'}$, $\langle \bar{1}12 \rangle_{\gamma} // \langle 110 \rangle_{\alpha'}$, 即西山 (Nishiyama-Wassermann) 关系 [1,15,16]. 图 5a 所示为另一 α' 马氏体的 TEM 形貌像. 图 5b 为图 5a 中圆圈部分的选区衍射谱. 经标定, γ 基体与 α' 马氏体晶带轴的关系为 $[\bar{1}12]_{\gamma} // [110]_{\alpha'}$, 如图 5c 所示. 依此晶带轴, 如 α' 马氏体与 γ 基体之间存在西山关系, 则衍射谱中 α' 马氏体的衍射斑 $(1\bar{1}0)_{\alpha'}$ 应与 γ 基体的衍射斑 $(\bar{1}\bar{1}1)_{\gamma}$ 重合. 然而, 实际上 $(1\bar{1}0)_{\alpha'}$ 与 $(\bar{1}\bar{1}1)_{\gamma}$ 成 30° 角 (图 5c), 远超出西山关系和 TEM 所允许的误差范围 ($< \pm 5^\circ$) [1,15-17]. 因此, 在 ECAP 条件

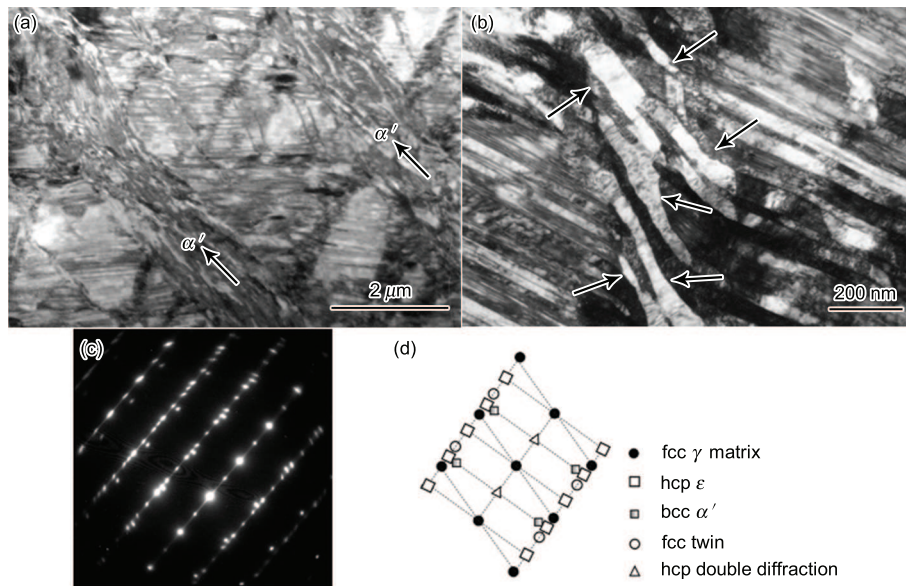


图 4 一道次样品中粗大晶粒发生形变诱导 $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ 马氏体相变的马氏体带的 TEM 像及选区衍射谱

Fig.4 Strain-induced martensite transformation in coarse-grained austenite ($\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$)

- (a) TEM image showing martensite bands
- (b) TEM image with high magnification, arrows showing the irregular α' martensites
- (c) corresponding SAD pattern of Fig.4b with a zone axis $[110]_{\gamma}//[110]_{\text{twin}}//[1120]_{\varepsilon}//[111]_{\alpha'}$
- (d) indexed pattern of Fig.4c

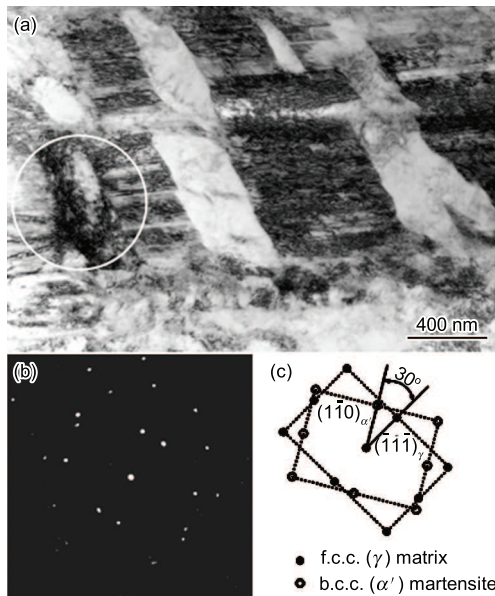


图 5 粗大晶粒发生 $\gamma \rightarrow \alpha'$ 马氏体转变的 TEM 明场像及对应的选区衍射谱

Fig.5 Strain-induced martensite transformation in coarse-grained austenite ($\gamma \rightarrow \alpha'$)

- (a) bright-field TEM micrograph
- (b) corresponding SAD pattern with a zone axis $[\bar{1}12]_{\gamma}//[110]_{\alpha'}$
- (c) indexed pattern of Fig.5b

下,新析出的 α' 马氏体与 γ 基体之间并不遵循西山关系。

图 6a 为超细晶奥氏体与马氏体双相组织的 TEM 明场像。可以看出,在亚微米奥氏体的晶界周围形成了大量的纳米晶马氏体。图 6b 是图 6a 中的 γ_1 奥氏体和 α'_1 马

氏体的选区衍射谱。图 6c 是图 6a 中的 γ_1 奥氏体和 α'_1 、 α'_2 马氏体的选区衍射谱, α'_2 相对于 α'_1 旋转了约 9° , α'_1 和 α'_2 之间的这种大取向差阻止了二者的合并。经标定(图 6d),图 6b 和 c 所示的衍射谱为 γ_1 奥氏体、 γ_1 变形孪晶和 α'_1 马氏体的复合衍射,晶带轴关系为 $[\bar{1}10]_{\gamma}//[1\bar{1}0]_{\text{twin}}//[1\bar{1}1]_{\alpha'}$ 。由此确定, γ_1 奥氏体和 α'_1 马氏体之间的晶体学关系为: $(111)_{\gamma}//(011)_{\alpha'}$, $[\bar{1}10]_{\gamma}//[1\bar{1}1]_{\alpha'}$ 。显然, α' 马氏体和 γ 奥氏体之间遵循 K-S 的相变关系^[1,10,13],即 $\{011\}_{\alpha'}//\{111\}_{\gamma}$, $\langle 1\bar{1}1 \rangle_{\alpha'}//\langle \bar{1}10 \rangle_{\gamma}$ 。图 6e 是 α'_1 、 α'_2 和 α'_3 的 TEM 暗场像,显示三者为独立的马氏体晶粒。在 ECAP 的大剪切应力下, α' 马氏体的旋转变形阻止了它们相互之间的合并长大,从而有利于形成纳米晶组织。

图 7 所示为形核于奥氏体晶粒 γ_1 的变形孪晶与晶界的交汇处的 α' 马氏体晶胞。选区衍射晶带轴为 $[\bar{1}10]_{\gamma}//[1\bar{1}0]_{\text{twin}}//[1\bar{1}1]_{\alpha'}$ 。可以看到,新形核的 α' 马氏体几乎无位错,通过吞食变形孪晶片层向奥氏体晶内生长,如图中小箭头所指。

一般地,对于粗晶奥氏体, α' 马氏体多形核于晶内微带的交割处^[10,11,18]。这里的微带包括层错束、变形孪晶、片层 ε 相(hcp 结构)和微剪切带^[10,11,18]。形核于同一奥氏体晶内的 α' 晶胞由于与 γ 基体保持一定的共格关系(K-S 关系),因此,当 2 个 α' 晶胞相遇时易于合并成一个大的 α' 马氏体^[10,19]。所以,在应变作用下,粗晶奥氏体中的 α' 马氏体通过不断的形核以及相互间的合并而长大。Huang 等^[8] 在研究 304L 奥氏体不锈钢在 ECAP 过程

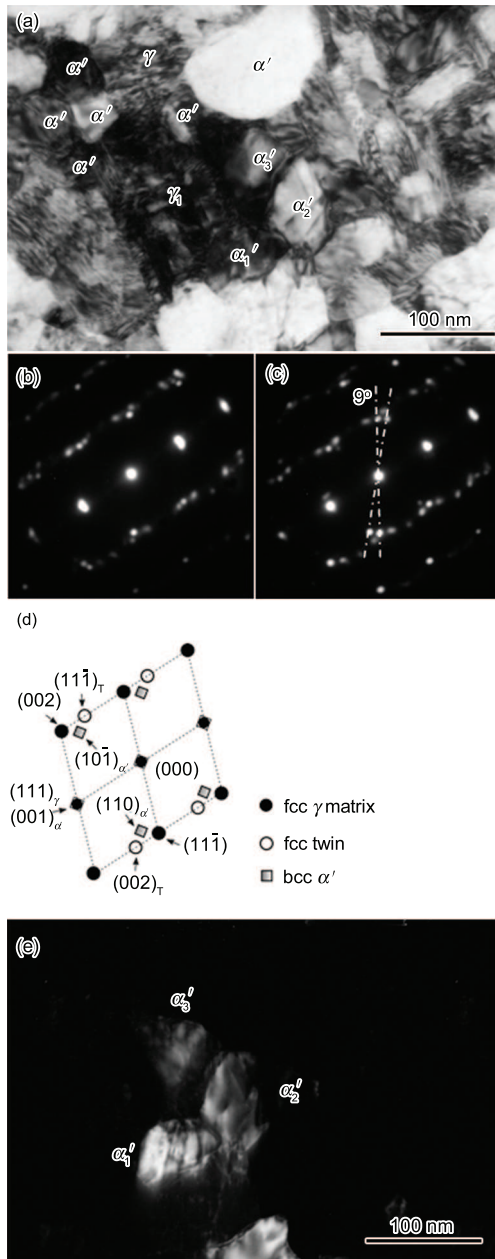


图 6 亚微米奥氏体晶粒的形变诱导马氏体转变

Fig.6 Strain-induced martensite transformation in submicron-grained austenite
 (a) bright-field image
 (b) corresponding SAD pattern encloses grains γ_1 and α'_1
 (c) corresponding SAD pattern encloses grains γ_1 , α'_1 and α'_2
 (d) indexed pattern of Figs.6b and c with zone axis $[\bar{1}10]_\gamma//[1\bar{1}0]_{\text{twin}}//[1\bar{1}1]_{\alpha'}$
 (e) dark-field image

中的晶粒细化时发现, α' 马氏体的形核与长大仍然遵循上述基本规律. 本文的观察则进一步证实: 在 ECAP 变形下, $\gamma \rightarrow \alpha'$ 相变在晶体学上遵循 K-S 关系而不是西山关系. 当奥氏体的晶粒尺寸减小至亚微米时, 由于在晶内难以形成微带的交割, 因此 α' 马氏体转而形核于奥氏体

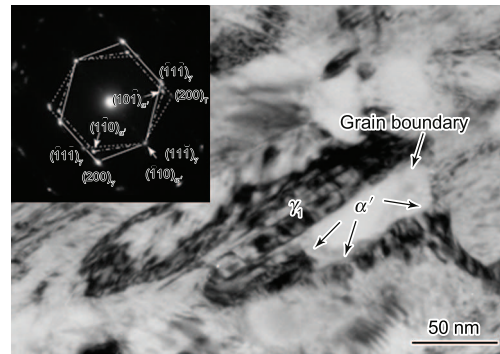


图 7 形核于变形孪晶与晶界交汇处的 α' 马氏体

Fig.7 Martensite nucleated at the intersection of deformation twins and grain boundary (corresponding SAD pattern in zone axis $[\bar{1}10]_\gamma//[1\bar{1}0]_{\text{twin}}//[1\bar{1}1]_{\alpha'}$)

晶粒的晶界处或变形孪晶与晶界的交汇处. 这些形核于晶界处的 α' 晶胞仅有部分界面与奥氏体基体保持共格关系, 且尺寸多为几十纳米, 在应变下易于旋转变形 (晶界滑移和晶粒旋转是纳米晶的重要变形方式 [20]). 因此, α' 晶胞难以合并长大, 而是发展成具有独立取向的纳米晶 (图 6a 和 e).

在亚微米奥氏体晶粒发生马氏体转变过程中, α' 马氏体与 γ 奥氏体之间保持 K-S 的晶体学关系. 理论上, 在 K-S 关系中, 母相奥氏体的 $\{111\}$ 面转变成马氏体的 $\{011\}$ 面, 同时保持 $\langle 1\bar{1}1 \rangle_{\alpha'} // \langle \bar{1}10 \rangle_\gamma$ 的晶向关系 [10,13,21]. 根据 Bogers-Burgers 硬球模型 [21,22], 相变需在母相奥氏体的 2 个 $\{111\}$ 共轭晶面上分别进行 $a_{\text{fcc}}/18[112]$ 和 $a_{\text{fcc}}/16[112]$ (a 为点阵常数) 的切变变形, 形成 4—5 个点阵位错宽度的缺陷. 据此, Staudhammer 等 [18] 计算指出, 发生马氏体相变时, α' 马氏体的临界晶核尺寸为 5—7 nm. 本实验观察中, 在亚微米奥氏体晶粒内形成的微孪晶片层厚度多为几纳米至 20 纳米 (图 6 和 7). 当多个孪晶片层与晶界进行交割后能够形成可供马氏体形核所需的临界缺陷尺寸.

3 结论

在室温等通道转角挤压变形方式下, 304L 奥氏体不锈钢发生形变诱导马氏体相变. 在粗大奥氏体晶粒中, 新相 α' 马氏体形核于形变孪晶和 ε 相富集或相互交割的地方, 相变遵循 K-S 关系, 而不是西山关系. 与粗晶奥氏体相比, 亚微米奥氏体晶粒发生形变诱导马氏体相变具有以下特征: 新相 α' 马氏体多趋于在奥氏体晶界处形核; 在应变作用下, α' 马氏体晶胞易于旋转变形, 从而阻止了晶胞之间的合并长大; α' 马氏体与母相奥氏体之间遵循 K-S 的相变关系.

参考文献

[1] Xu Z Y. *Martensite Transformation and Martensite*. Beijing: China Science Press, 1980: 1
 (徐祖耀. 马氏体相变与马氏体. 北京: 科学出版社, 1980: 1)

- [2] Oettel H, Martin U. *Inter J Mater Res*, 2006; 97: 1642
- [3] Spencer K, Embury J D, Conlon K T, Veron M, Brechet Y. *Mater Sci Eng*, 2004, A387: 873
- [4] Ma Y Q, Jin J E, Lee Y K. *Scr Mater*, 2005; 52: 1311
- [5] Tao K X, Choo H, Li H Q, Clausen B, Jin J E, Lee Y K. *Appl Phys Lett*, 2007; 90: 101911
- [6] Zhang H W, Hei Z K, Liu G, Lu J, Lu K. *Acta Mater*, 2003; 51: 1871
- [7] Huang C X, Gao Y L, Yang G, Wu S D, Li G Y, Li S X. *J Mater Res*, 2006; 21: 1687
- [8] Huang C X, Yang G, Gao Y L, Wu S D, Li S X, Zhang Z F. *Philos Mag*, 2007; 87: 4949
- [9] Valiev R Z, Longdon T G. *Prog Mater Sci*, 2006; 51: 881
- [10] Manganon P L, Thomas G. *Metall Trans*, 1970; 1: 1577
- [11] Venables J A. *Phil Mag*, 1962; 7: 35
- [12] Shin H C, Ha T K, Park W J, Chang Y W. *Key Eng Mater*, 2003; 233-236: 667
- [13] Kurdjumov G V, Sachs G. *Z Phys*, 1930; 64: 325
- [14] Huang C X, Yang G, Gao Y L, Wu S D, Li S X. *J Mater Res*, 2007; 22: 724
- [15] Nishiyama Z. *Sci Rep Res Inst Tohoku Univ*, 1934-35; 23: 638
- [16] Wassermann G. *Arch Eisenhüttenwes*, 1933; 16: 647
- [17] Guo K X, Ye H Q, Wu Y K. *Electrical Diffraction*. Institute of Metal Research, 1980: 1
(郭可信, 叶恒强, 吴玉琨. 电子衍射图. 金属研究所, 1980: 1)
- [18] Staudhammer K P, Murr L E, Hecker S S. *Acta Metall*, 1983; 31: 267
- [19] Novillo E, Hernandez D, Gutierrez I, Lopez B. *Mater Sci Eng*, 2004, A385: 83
- [20] Shan Z W, Stach E A, Wieszorek J M K, Knapp J A, Follstaedt D M, Mao S X. *Science*, 2004; 305: 654
- [21] Olson G B, Cohen M. *Metall Trans*, 1976; 7A: 1905
- [22] Bogers A J, Burgers W G. *Acta Metall*, 1964; 12: 255