

固溶处理后冷轧变形 7050 铝合金时效工艺研究 *

王东 马宗义

(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 7050 铝合金固溶处理后经 67% 冷变形, 在 120 °C 一级时效时, 冷轧引入的大量位错增加了样品强度, 时效 4 h 样品的强度比 T6 状态样品提高 12.6%。随时效时间增加, 位错导致的不均匀形核的析出相粗化, 样品的拉伸强度逐渐降低。但时效 32 h 样品的强度仍高于 T6 状态样品。冷轧后时效样品的晶界析出相与 T6 状态相比分布较为分散, 并且随时效时间的增加逐渐粗化。120 °C 时效 4 h 的样品, 经 165 °C 二级时效处理, 随时效时间的增加, 样品中残留位错大量湮灭, 晶内、晶界析出相尺寸均逐渐增大, 导致样品的强度逐渐降低, 而延伸率逐渐升高, 165 °C 时效 6 h 样品的强度与 T76 样品相似。在 135—180 °C 二级时效 1 h 的样品中的位错密度随温度的升高而减小, 同时晶内、晶界析出相尺寸随温度的升高而增大, 导致样品强度逐渐下降。

关键词 7050 铝合金, 冷轧, 时效工艺, 力学性能, 显微组织

中图法分类号 TG146.2

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2010)05-0581-08

INVESTIGATION OF POST-COLD ROLLING AGING PROCESSES ON SOLUTIONIZED 7050 ALUMINUM ALLOY

WANG Dong, MA Zongyi

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

Correspondent: MA Zongyi, professor, Tel: (024)83978908, E-mail: zyma@imr.ac.cn

Supported by National Basic Research Program of China (No.2005CB623708)

Manuscript received 2009-11-02, in revised form 2010-02-24

ABSTRACT 7050 aluminum alloy samples were subjected to 67% cold rolling (CR) deformation after solution treatment, and then were aged at 120 °C. The dislocations introduced by the CR increased the strength of the samples. The strength of the sample aged at 120 °C for 4 h (CR4) increased by 12.6% compared to that of T6 sample. The strength of the 7050 samples decreased with increasing the aging time due to the coarsening of heterogeneously-nucleated precipitates. However, the strength of the sample aged at 120 °C for 32 h is still higher than that of the T6 sample. Furthermore, the size and particle interval of the grain boundary precipitates increased as the aging time increased. The CR4 sample was aged at 165 °C for different times. The strength of the samples decreased with increasing the aging time due to the annihilation of dislocations and the growth of the precipitates. The strength of the sample aged at 165 °C for 6 h is similar to that of T76 sample. In the CR4 sample aged at 135—180 °C for 1 h, the number of dislocations reduced and the size of precipitates increased with increasing the temperature, which results in a decrease in the strength of the samples.

KEY WORDS 7050 aluminum alloy, cold rolling, aging process, mechanical property, microstructure

Al-Zn-Mg-Cu 系铝合金属于高强变形铝合金, 具有高的强度和硬度、较好的耐腐蚀性能和较高的韧性、优良的加工性能及焊接性能, 是航空、航天、兵器、交通运输等行业重要的结构材料之一^[1]。自 1943 年美国首次开发出

可实际应用的 7075 铝合金以来, 世界各国都加强了对该系列铝合金的研究^[2,3]。通过提高 Zn, Mg 和 Cu 的含量, 降低 Fe 和 Si 含量, 提高 Zn/Mg 比值以及添加一些其它的微量元素(如 Zr 和 Sc), 相继研制出一些改良的新型 7000 系铝合金。目前全世界已开发了数十种不同成分标准牌号的 7000 系列铝合金产品。

提高铝合金的强度和塑性, 一直是铝合金研究领域的重点。7000 系列铝合金作为强度最高的铝合金, 近年来有大量的相关研究报道^[4-7]。7000 系列合金的力学性能主要由其析出相的数量、大小及分布决定。析出相的

* 国家重点基础研究发展计划资助项目 2005CB623708

收到初稿日期: 2009-11-02, 收到修改稿日期: 2010-02-24

作者简介: 王东, 男, 1980 年生, 助理研究员, 硕士

DOI: 10.3724/SP.J.1037.2009.00723

析出序列为：固溶体 → GP 区 → 亚稳相 η' → 稳定相 η (MgZn₂)，其中，GP 区与基体共格， η' 相与基体半共格， η 相与基体不共格^[8]。工业上应用 7000 系列合金时，通常对合金进行人工时效。对于达到时效强度峰值的 T6 状态，其中的主要析出相为 η' 相，尺寸较为细小，且分布比较均匀。同时在晶界处会析出较为粗大的富 Mg 相，导致晶界附近溶质原子浓度降低，从而在晶界处产生晶界无析出带(PFZ)。PFZ 由于没有析出相产生，强度较低，在变形过程中优先变形，因而易于造成材料的沿晶断裂^[7,9]。另外，为了使合金具有更好的抗应力腐蚀性能，合金通常会进行过时效处理，即 T7× 状态，其中的主要析出相为 η 相。在过时效状态下，合金的析出相尺寸相对较为粗大。合金的强度与峰值时效状态相比降低约 10%—15%。同时，晶界相也比较粗大，并且 PFZ 也较宽。但由于晶内的析出相尺寸较为粗大，使晶内析出相数量相对降低，从而提高了合金的塑性^[5,10]。因此，在变形过程中，合金的变形相对比较均匀。

在工业生产中，7000 系列合金固溶处理后通常进行预变形来降低合金的淬火残余应力^[11]，预应变量通常为 1%—5%。预应变过程中产生的位错会加快析出相的析出进程。有文献^[9,12] 报道，预应变可以促使更多的 η' 相析出，从而对合金的强度有贡献。也有文献^[13,14] 报道，预应变会导致较大的平衡相 η 的析出，从而减小细小 η' 相的析出数量，降低合金的强度。Wang 和 Ma^[10] 研究了预拉伸量对 7050 合金过时效处理时析出相的影响。研究表明，随预拉伸量增大，时效处理后晶内出现部分较为粗大的析出相，拉伸性能降低。

近年来，虽然对 7000 合金预变形已有较多的研究，但对 7000 合金固溶处理后进行较大程度冷变形的研究报道较少^[15—17]。并且，冷变形对时效处理合金力学性能和显微组织变化的影响规律还需要更深入的研究。Lin 等^[15] 研究了 7A04 铝合金经 50% 冷轧变形后时效的显微组织和力学性能。发现随时效时间延长，样品中析出相更容易在位错网络析出并粗化，力学性能明显降低，并且低于未经冷轧的样品。Wang 等^[17] 研究了固溶处理后不同冷变形量对合金显微组织、力学性能及抗应力腐蚀性能的影响。表明随冷轧量的增加，在与 T6 样品相同的时效时间内，晶内出现部分粗化的析出相，晶界析出相也明显变大。然而，由于样品中残留大量的位错，并且位错促进细小 η' 相的析出，增大细小 η' 相的含量，提高了样品的强度。因此，与常规 T6 样品相比，经冷变形处理的样品的强度明显增大^[17]。

7050 铝合金是由 ALCOA 公司研制的具有高强度、优良断裂韧性和抗应力腐蚀性能的合金，并且具有很好的淬火敏感性，可以制造大厚度板材。目前广泛应用于航空领域，主要用作飞机的机身框架、机翼蒙皮及衍条等^[1]。

本文选择 7050 合金为研究对象，探讨固溶处理合金经较大冷轧处理后，不同时效处理工艺对合金显微组织和力学性能的影响。

1 实验方法

实验用 7050 合金的化学成分(质量分数，%)为：Zn 6.18, Mg 2.20, Cu 2.21, Zr 0.13, Si 0.11, Fe 0.10, Al 余量。在铸锭上切取 20 mm 厚板材，在电阻炉中 470 °C 均匀化退火 48 h，淬火，在 430 °C 轧至 6 mm。轧制样品在盐浴炉中 470 °C 固溶热处理 1 h，淬火，分别进行时效及在 1 h 内室温冷轧至 2 mm(变形量为 67%)。之后在 120 °C 一级时效 4, 12, 24 和 32 h，样品标号为 CR4, CR12, CR24 和 CR32。此外，将 CR4 样品在 165 °C 二级时效 1—24 h，或在 135, 150 和 180 °C 二级时效 1 h。为了与上述样品比较，分别制作了 T6(120 °C 时效 24 h) 和 T76(120 °C 时效 6 h+165 °C 时效 16 h) 态样品，分别标号为 T6 和 T76。不同样品时效工艺详见表 1。

采用 ZEISS Axiovert 200 MAT 金相显微镜(OM) 观察样品的金相组织，试样沿轧制方向，浸蚀剂为 0.5 mL HF+15.5 mL HNO₃+84 mL H₂O+3 g CrO₃。采用透射电镜(TEM) 观察样品的显微组织，TEM 样品经机械减薄后，用 30% 硝酸+70% 甲醇电解液在 -35 °C 双喷减薄，电压为 19 V。采用 Instron 5848 拉伸试验机测量样品的拉伸性能，每一状态样品采用 3 个试样测量，样品长度方向沿轧制方向，试样平行段长为 5 mm，宽为 1.5 mm，厚为 1 mm。使用 Quanta 600 型扫描电子显微镜(SEM) 观测样品的断口形貌。

表 1 7050 铝合金热轧板材时效处理工艺

Table 1 Aging treatment of 7050 Al alloy quenched at 470 °C for 1 h

Sample	Heat treatment
T6	120 °C /24 h
T76	120 °C /6 h+165 °C /16 h
CR4	Cold rolling (67%)+120 °C /4 h
CR12	Cold rolling (67%)+120 °C /12 h
CR24	Cold rolling (67%)+120 °C /24 h
CR32	Cold rolling (67%)+120 °C /32 h

2 实验结果与讨论

2.1 一级时效对固溶后冷轧 7050 铝合金板材显微组织及力学性能的影响

图 1a 为 T6 样品的金相组织。由图可见，晶粒沿轧制方向明显拉长，图中相对细小的晶粒为再结晶晶粒。表明经热轧后 T6 处理样品发生部分再结晶。图 1b 为 CR4 样品的金相组织照片。经冷轧处理后，样品中出现了大量的剪切带，与冷轧方向成 30°—40° 夹角，与文献报道^[16,18]

相似。当时效时间延长至 24 h (图 1c), CR24 样品中仍存在大量的剪切带, 数量较 CR4 样品减少。这表明, 120 ℃人工时效并不能完全消除冷变形产生的剪切带。冷轧过程中产生的变形带上聚集大量的位错, 在时效过程中, 位错会促进析出相的形核, 同时, 位错作为溶质原子的快速扩散通道, 也会加速析出相的长大。因此, 在剪切带中有第二相粒子析出, 同时剪切带中的大量位错也会提高剪切带的能量, 从而在金相组织中可以观察到这些剪切带。随时效时间的增加, 剪切带中的析出相会进一步粗化, 但 120 ℃人工时效可能导致部分位错的湮灭, 致使样品发生部分回复, 因此时效时间延长, 剪切带的数量略有减少。

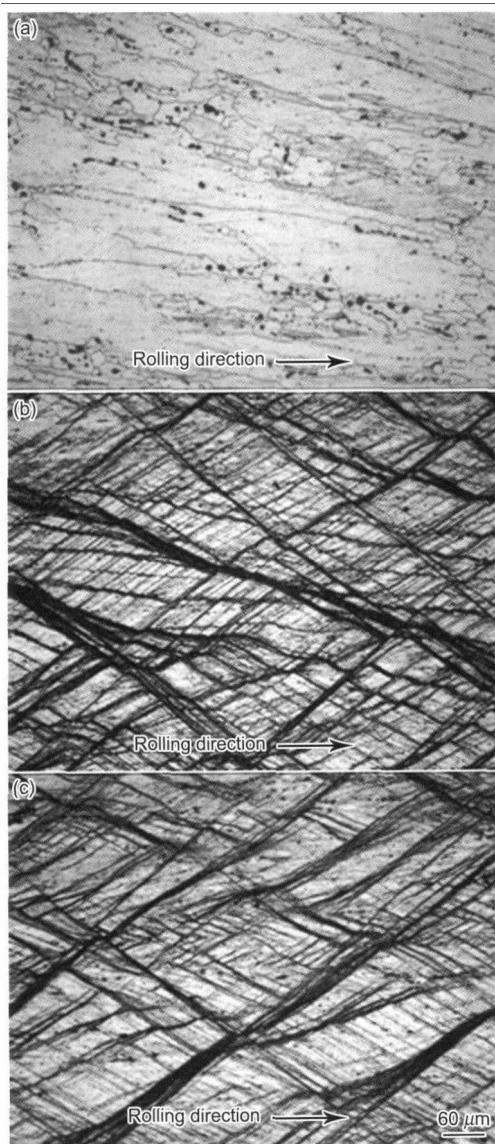


图 1 不同处理状态 7050 板材的金相组织

Fig.1 Optical microstructures of 7050 plates rolled at 430 °C from 20 mm to 6 mm and then treated with various conditions
 (a) T6, partial recrystallization occurred
 (b) CR4, more shear bands appeared
 (c) CR24, shear bands decreased

图 2a 为 T6 样品的晶内析出相的 TEM 照片, 晶粒内部均匀分布着大量细小析出相, 与文献 [8] 报道相似。CR4 样品 (图 2b) 虽然在 120 ℃时效 4 h, 但由于时效温度较低, 冷轧时产生的大量位错并没有完全回复, 在样品中仍残留大量位错, 并缠结在一起形成位错网络。另外, 在晶内存在大量的细小析出相, 由于时效时间与 T6 态样品相比较短, 析出相的尺寸小于 T6 态样品。然而, 在位错网络上可以观察到一些相对粗大的析出相。这是由于, 位错作为一种缺陷, 可以为不均匀形核提供形核位置; 同时位错作为快速扩散通道, 有助于溶质原子向不均匀形核质点偏聚, 从而促进不均匀形核质点的长大, 因此在位错网络上产生一些较大尺寸的析出相。对 CR24 样品, 虽然时效时间明显增长, 但样品中仍残留大量的位错 (图 2c), 说明 120 ℃并不能使冷轧产生的位错大量湮灭。与 CR4 样品相比, CR24 样品中晶内析出相略有增大, 但在位错网络上分布的较大析出相的尺寸明显增大。

图 3a 为 T6 处理 7050 板材晶界析出相的 TEM 照

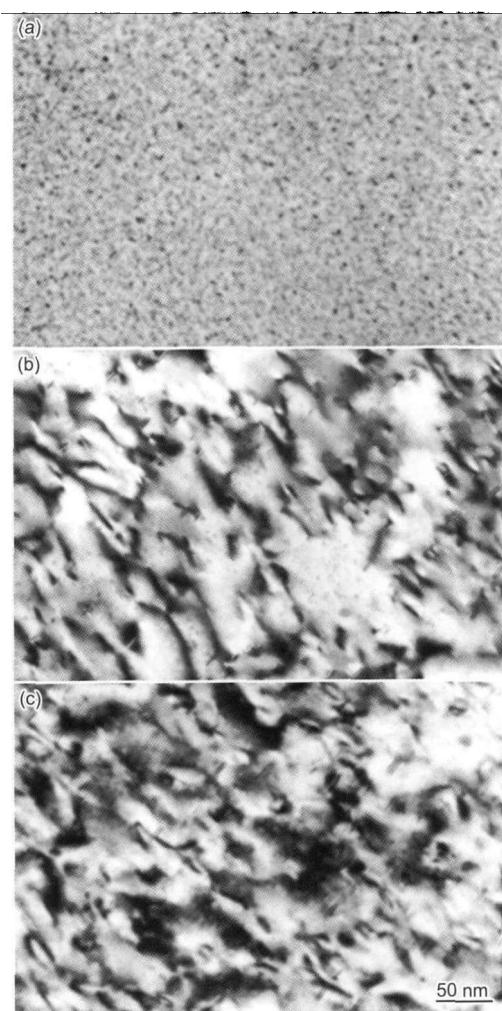


图 2 不同处理状态 7050 板材晶内析出相的 TEM 像

Fig.2 TEM micrographs of precipitates and dislocations within grains of 7050 plates treated by T6 (a), CR4 (b) and CR24 (c)

片。细小的析出相沿着晶界呈连续分布，晶界无析出带(PFZ)较窄，与文献[19]报道相似。与T6态样品相比，CR4样品晶界析出相更为细小，且呈不连续分布(图3b)。CR4样品在120℃时效4 h，时效时间远小于T6样品，因此晶界析出相相对细小。冷轧样品中残留的大量位错除在晶内缠结外，也会在晶界附近发生聚集。这些位错为晶界析出相提供更多的形核质点，促进晶界析出相的形核。同时，在时效过程中，位错的存在有助于晶界附近的溶质原子向晶界聚集，促进晶界处不均匀形核质点的长大。因此，时效4 h的冷轧样品晶界相的分布与T6态样品相比分布更为分散。由于时效温度较低，PFZ与T6态样品相似，也比较窄。CR24样品的时效时间虽然与T6态样品

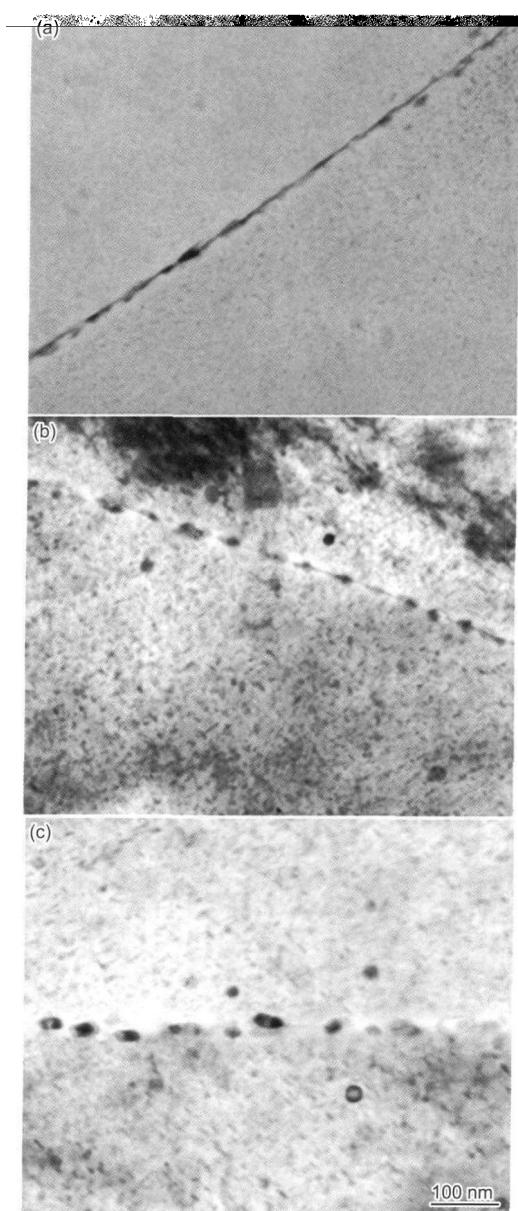


图3 不同处理状态7050板材晶界析出相的TEM像

Fig.3 TEM micrographs of grain boundary precipitates and precipitate-free zones along boundary of 7050 plates treated by T6 (a), CR4 (b) and CR24 (c)

相同，但由于位错的作用，晶界处不均匀形核的析出相更容易长大，同时，也抑制了其它晶界析出相的长大。因此，晶界析出相更为粗大，分布也更为分散，但PFZ并没有加宽(图3c)。

图4为7050板材不同处理状态的力学性能。CR4样品抗拉强度为681 MPa，与T6状态样品相比提高12.6%。随时效时间的延长样品的强度逐渐降低，延伸率变化并不明显。经过冷轧处理的样品，晶内存在大量的位错，经120℃时效处理，样品中仍残留大量位错。残留的位错对样品有强化作用，会提高样品的力学性能。因此，CR4样品虽然仅时效4 h，但强度明显高于T6样品。另外，7050合金在120℃时效时主要强化相为亚稳相 η' ，样品中仍然存在一些GP区未完全转化为亚稳相 η' 。由冷轧引入的大量位错，加快析出相的沉淀过程，使得更多的GP区转化为细小的亚稳相 η' ，从而提高样品的强度^[17]。随时效时间增加，部分位错会发生回复，同时，由于位错的作用，使得部分 η' 粗化(图2c)，因此，样品的强度随时效时间的增加而降低。

图5a为CR4拉伸样品的断口形貌。由图可知，断口有部分的韧窝及撕裂棱，呈塑性断裂特征。同时还有部分区域断口比较光滑，呈剪切断裂的特征。时效32 h样品的断口与4 h样品的断口特征类似(图5b)。由图2可知，冷轧后时效的样品中的析出相较为细小，并且析出相在残余位错上析出，对位错有钉扎作用。因此，在拉伸时，位错更容易剪切通过析出相，造成样品呈现剪切断裂特征。同时，由图3可知，样品中的PFZ比较窄，拉伸时，PFZ不容易优先发生变形。导致样品变形比较均匀，不会在晶界处发生断裂^[5]。因此，拉伸断口呈现穿晶的塑性断裂与剪切断裂的特征。

2.2 二级时效对固溶后冷轧7050铝合金板材显微组织及力学性能的影响

图6a为在165℃二级时效0.5 h至24 h的样品的拉伸性能。当时效时间为0.5 h时，样品的抗拉强度为618 MPa，低于CR4样品的强度。随着时效时间的延长，

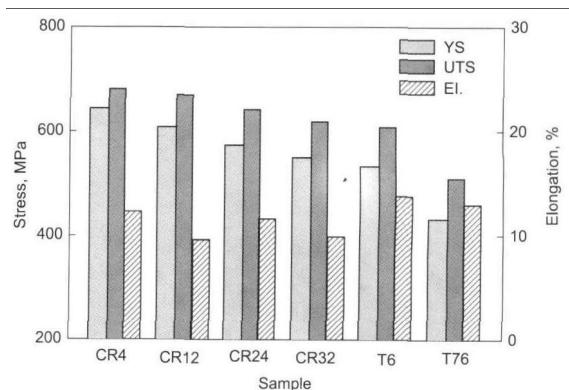


图4 不同处理状态7050板材的拉伸性能

Fig.4 Tensile properties of 7050 plates with various treatments

样品强度逐渐下降。当时效时间为6 h时，样品抗拉强度为498 MPa，与T76样品相近(图4)。当时效时间为24 h时，样品的抗拉强度仅为426 MPa。屈服强度的变化与抗拉强度变化规律相同。延伸率随时效时间的增加呈增大趋势。当时效时间大于10 h后延伸率的变化趋于平稳。

图6b为分别在135、150、165和180 °C二级时效1 h后样品的拉伸性能。当样品在135 °C二级时效1 h后，样品的抗拉强度为663 MPa，略低于CR4样品。随着时效温度的升高，样品的抗拉强度逐渐降低。在180 °C时效1 h的样品的抗拉强度与T76样品相近。样品的屈服强度随温度的变化规律与抗拉强度相同。延伸率变化并不显著，在180 °C时效1 h的样品的延伸率与其它时效温度相比略有升高。

图7a为CR4样品在165 °C时效1 h后的金相照片。与CR4样品(图1b)相比，样品中的变形带明显变少，并且变细。在165 °C时效6 h后，样品中变形带的数量及宽度进一步变小(图7b)。据文献[15]报道，冷轧过程中产

生的变形带由大量的位错及析出相组成。当在较低温度时效时，样品基本不发生回复，因此在金相下，变形带显得较多且比较宽(图1b)。而样品在165 °C保温时，由于温度相对较高，样品发生回复，部分位错湮灭，使得变形带的数量及宽度均变小。并且随着时效时间的增加，样品回复程度增大，变形带的数量及宽度进一步变小。

由TEM观察可见，在165 °C二级时效1 h后，样品中仍然残留大量位错(图8a)，但位错密度较CR4样品有所降低，这是由于在165 °C时效时样品会发生回复，导致部分位错湮灭。另外，由于时效温度较高，并且位错对析出相的生长有促进作用，因而析出相与CR4样品相比明显增大(图2b)。部分位错的湮灭以及析出相的增大，导致在165 °C时效1 h的样品的强度明显低于CR4样品。当时效时间延长至6 h后(图8b)，样品中的位错大量湮灭，部分晶粒中的位错基本消失。在CR4样品中较大的不均匀形核形成的析出相(图2b)，在165 °C时效时迅速长大，同时基体中残留的位错也有助于析出相的长大。因此，6 h

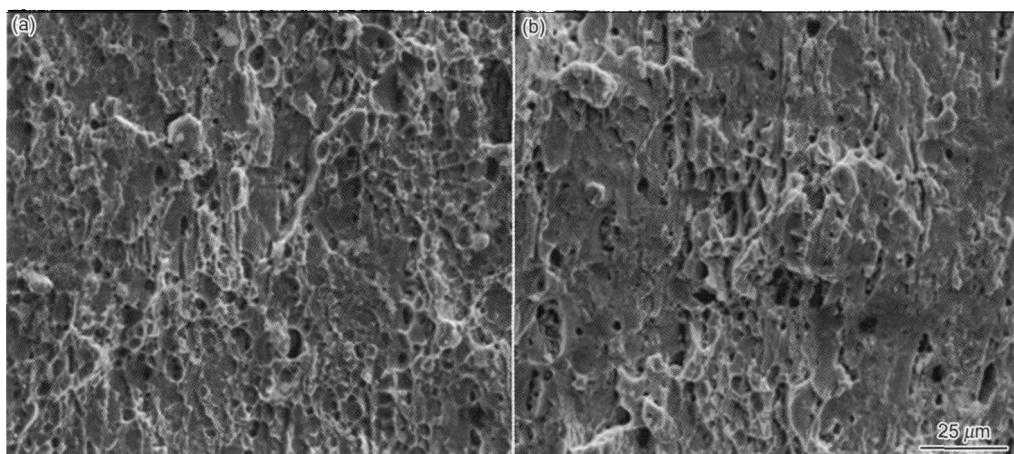


图5 CR4与CR32处理态7050板材的断口形貌

Fig.5 SEM micrographs showing fracture surfaces of the 7050 samples treated by CR4 (a) and CR32 (b)

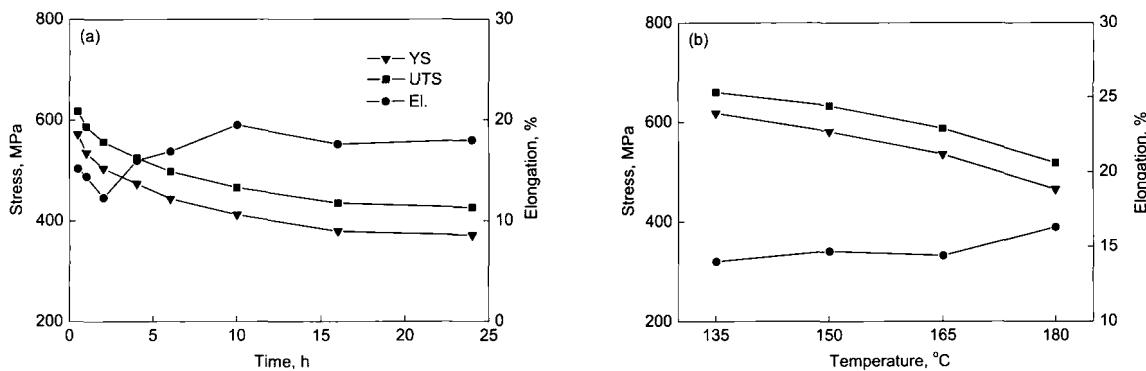


图6 CR4样品二级时效的拉伸性能

Fig.6 Effect of duplex aging on tensile properties of the CR4 treated 7050 plate

(a) duplex aging at 165 °C for various times

(b) duplex aging at various temperatures for 1 h

时效样品的晶内析出相与时效 1 h 样品相比明显变大，并且大于 T76 样品的析出相（图 8d）。由于在 165 °C 时效 6 h 样品中还残余部分位错，因此，虽然其析出相尺寸大于 T76 样品，但其强度与 T76 样品相似。图 8c 为 180 °C 二级时效 1 h 样品的 TEM 组织，样品中的位错大量湮灭。同时由于时效温度较高，析出相在较短的时间内就发生粗化，析出相尺寸略小于 165 °C 时效 6 h 样品。其强度与 165 °C 时效 6 h 样品相似。

CR4 样品在 165 °C 时效 1 h 后，由于温度和位错的双重作用，晶界析出相迅速粗化（图 9a），明显大于 CR4 样品（图 3b）。随着时间延长到 6 h，晶界析出相进一步粗化（图 9b）。当时效温度升高至 180 °C 时，时效 1 h 样品

晶界析出相的尺寸（图 9c）大于 165 °C 时效 1 h 样品，略小于 165 °C 时效 6 h 样品。可见，二级时效的样品析出相的析出受温度影响较大。

图 10 为不同二级时效样品的拉伸断口形貌。二级时效样品的拉伸断口与一级时效样品有明显不同（图 5），断口由大量的韧窝及撕裂棱组成，呈韧性断裂特征。由图 8 和 9 可知，样品经二级时效处理后，晶内和晶界的析出相均明显粗化，拉伸时，位错很难剪切通过析出相。并且随时效时间及温度的增加，晶内和晶界析出相的尺寸差距逐渐缩小。拉伸变形时，由于样品中析出相分布相对更加均匀，因而变形也相对较为均匀，因此产生呈塑性断裂特征的断口 [5,20]。

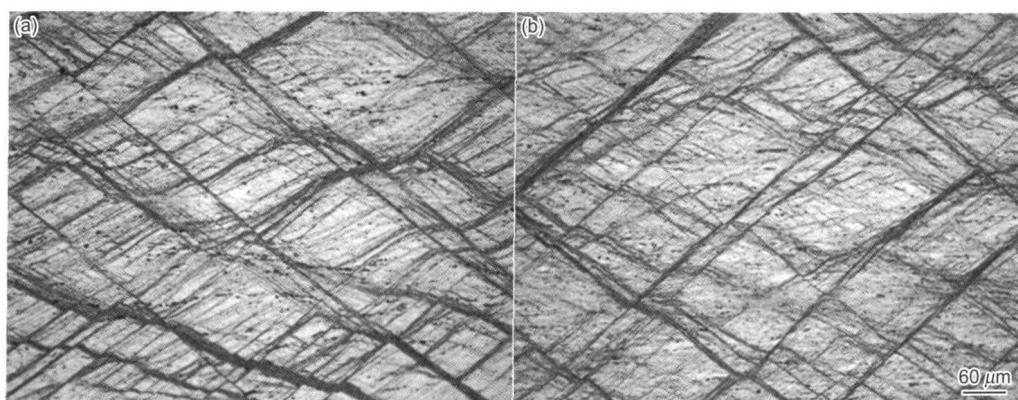


图 7 CR4 在 165 °C 二级时效 1 和 6 h 的金相组织

Fig.7 Optical microstructures of the CR4 treated 7050 plates with duplex aging at 165 °C for 1 h (a) and 6 h (b)

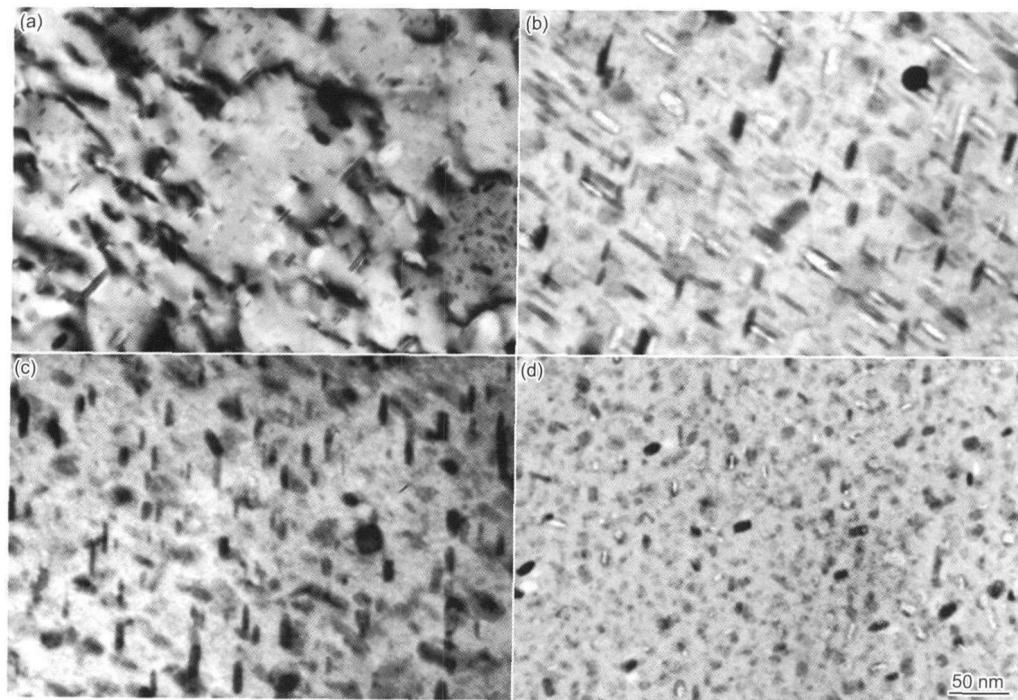


图 8 CR4 样品不同处理状态及 T76 样品晶内析出相貌

Fig.8 TEM micrographs of precipitates within grains of CR4 treated plates with 165 °C/1 h (a), 165 °C/6 h (b) and 180 °C/1 h (c), and T76 treated plate (d)

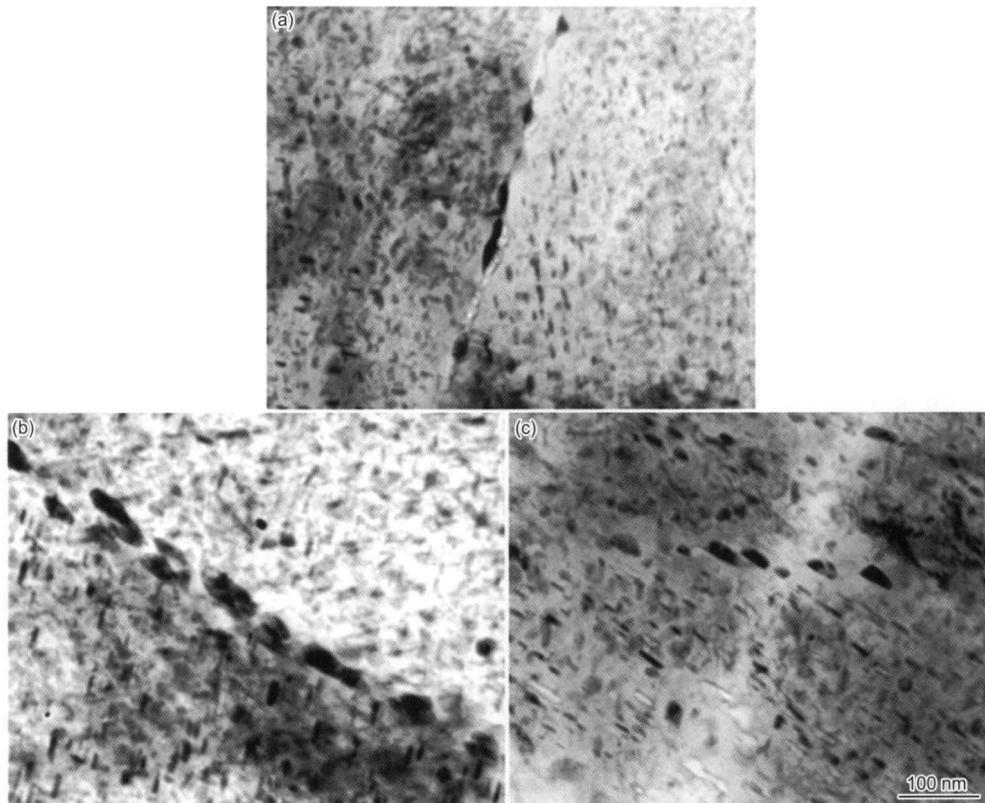


图 9 CR4 样品不同处理状态的晶界析出相形貌

Fig.9 TEM micrographs showing grain boundary precipitates of the CR4 plates with various treatments
 (a) 165 °C/1 h (b) 165 °C/6 h (c) 180 °C/1 h

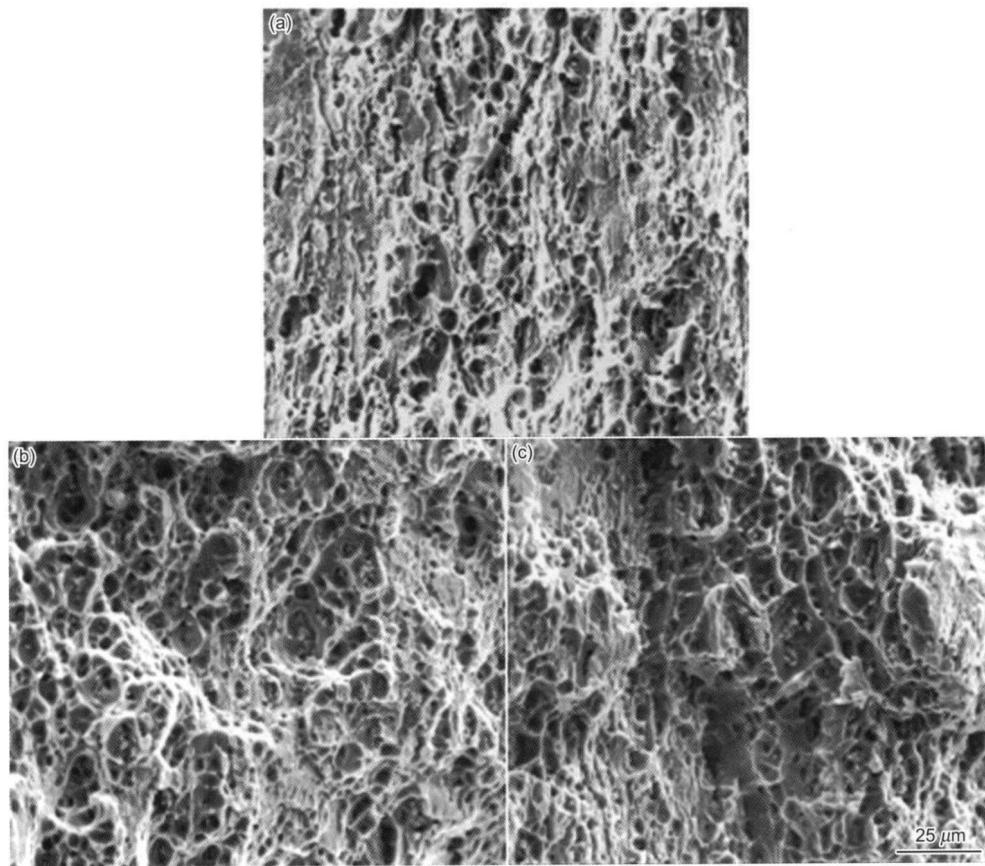


图 10 CR4 样品二级时效处理的断口形貌

Fig.10 Fractographs of CR4 treated plates with various treatments
 (a) 165 °C/1 h (b) 165 °C/6 h (c) 180 °C/1 h

3 结论

(1) 固溶后冷轧变形 67% 样品, 在 120 °C 一级时效, 样品中残余的大量位错促进部分晶内析出相粗化, 随时效时间的增加析出相逐渐长大。晶界析出相与 T6 状态相比分布较为分散, 并且随时间的增加逐渐粗化。

(2) 固溶后冷轧变形 67% 样品在 120 °C 时效 4 h 后, 其强度比 T6 状态样品提高 12.6%。随时效时间的增加, 样品的拉伸强度逐渐降低, 但时效 32 h 样品的强度仍高于 T6 状态样品。

(3) 在 120 °C 时效 4 h 的冷轧样品, 随 165 °C 二级时效时间的增加, 样品的强度逐渐降低, 而延伸率逐渐升高, 165 °C 时效 6 h 样品的强度与 T76 样品相似。经 135—180 °C 二级时效 1 h 样品, 随时效温度的升高, 强度逐渐下降, 延伸率变化不明显。

(4) 在 120 °C 时效 4 h 的样品, 经 165 °C 二级时效处理, 随时效时间的增加, 样品中残留位错大量湮灭, 样品的晶内、晶界析出相均逐渐增大。在 135—180 °C 二级时效 1 h, 样品中的位错密度随温度的升高而减小, 而晶内、晶界析出相尺寸随温度的升高而增大。

参考文献

- [1] Hatch J E. *Aluminum Properties and Physical Metallurgy*, Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1984: 1
- [2] Wagner J A, Shenoy R N. *Metall Trans*, 1991; 22A: 2809
- [3] Dai X Y, Xia C Q, Wu A R, Wang J W, Li Y Y. *Mater Rev*, 2006; 20: 104
- [4] Starink M J, Wang S C. *Acta Mater*, 2003; 51: 5131
- [5] Dumont D, Deschamps A, Brechet Y. *Mater Sci Eng*, 2003; A356: 326
- [6] Kamp N, Sinclair I, Starink M J. *Metall Mater Trans*, 2002; 33A: 1125
- [7] Dixit M, Mishra R S, Sankaran K K. *Mater Sci Eng*, 2008; A478: 163
- [8] Sha G, Cerezo A. *Acta Mater*, 2004; 52: 4503
- [9] Wang D, Ni D R, Ma Z Y. *Mater Sci Eng*, 2008; A494: 360
- [10] Wang D, Ma Z Y. *J Alloys Compd*, 2009; 469: 445
- [11] Deschamps A, Brechet Y, Guyot P, Livet F. *Z Metallkd*, 1997; 88: 601
- [12] Kassim S, Rubaie A, Barroso E K L, Godefroid L B. *Int J Fatigue*, 2006; 28: 934
- [13] Waterloo G, Hansen V, Gjonne J, Skjervold S R. *Mater Sci Eng*, 2001; A303: 226
- [14] Deschamps A, Livet F, Brechet Y. *Acta Mater*, 1999; 47: 281
- [15] Lin N A, Liu Z Y, Zeng S M. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2006; 16: 1341
- [16] Zhen L, Chen J Z, Yang S J, Shao W J, Dai S L. *Mater Sci Eng*, 2009; A504: 55
- [17] Wang D, Ma Z Y, Gao Z M. *Mater Chem Phys*, 2009; 117: 228
- [18] Hurley P J, Humphreys F J. *Acta Mater*, 2003; 51: 1087
- [19] Ou B L, Yang J G, Wei M Y. *Metall Mater Trans*, 2007; 38A: 1760
- [20] Nguyen D, Thompson A W, Bernstein I M. *Acta Metall*, 1987; 35: 2417