

## 搅拌摩擦加工超细晶及纳米结构 Cu-Al 合金的 微观组织和力学性能研究\*

薛鹏 肖伯律 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** 通过强制冷却的搅拌摩擦加工(FSP)技术在 Cu-Al 合金中得到了超细晶和纳米结构的微观组织, 利用电子背散射衍射、透射电子显微镜等技术研究了层错能对 FSP Cu-Al 合金微观组织和力学性能的影响. 结果表明, FSP Cu-Al 合金为均匀、等轴的再结晶组织, 随着层错能的减小, 晶粒尺寸不断降低, 而且在低层错能的 FSP Cu-Al 合金中, 超细晶粒内部生成了丰富的纳米孪晶片层组织, 进一步细化了微观组织. 由于微观组织的逐步细化, FSP Cu-Al 合金的强度随层错能的降低逐步提高, 而均匀延伸率呈现出先增加后减小的趋势.

**关键词** 搅拌摩擦加工, Cu-Al 合金, 层错能, 纳米孪晶片层, 力学性能

中图法分类号 TG172

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2014)02-0245-07

## MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF FRICTION STIR PROCESSED ULTRAFINE- GRAINED AND NANOSTRUCTURED Cu-Al ALLOYS

XUE Peng, XIAO Bolü, 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 Natural Science Foundation of China (Nos.51071150, 51301178 and 51331008)

Manuscript received 2013-10-18, in revised form 2013-12-24

**ABSTRACT** Ultrafine-grained (UFG) and nanostructured (NS) materials have attracted considerable interest due to their special microstructure and mechanical properties. Severe plastic deformation is one of the optimum approaches to fabricate bulk, dense and contamination-free UFG and NS metallic materials. However, high density of dislocations and unstable microstructure were usually induced in these UFG and NS metallic materials, resulting in poor tensile plasticity and fatigue properties. In this study, bulk UFG and NS Cu-Al alloys were successfully prepared via friction stir processing (FSP) with additional forced water cooling. FSP Cu-Al alloys exhibited uniform recrystallized microstructure with equiaxed ultrafine grains, and the grain sizes reduced gradually as the stacking fault energy (SFE) decreased. Abundant nano-twin layers formed in the ultrafine grains of FSP Cu-Al alloys with low SFEs, which further refined the ultrafine grains and NS microstructure was achieved. The strength of the FSP Cu-Al alloys increased clearly with decreasing the SFEs due to the gradually refined microstructure, but the uniform elongation increased initially and then decreased in the Cu-Al alloy with the lowest SFE.

**KEY WORDS** friction stir processing, Cu-Al alloy, stacking fault energy, nano-twin layer, mechanical property

\* 国家自然科学基金项目 51071150, 51301178 和 51331008 资助

收到初稿日期: 2013-10-18, 收到修改稿日期: 2013-12-24

作者简介: 薛鹏, 男, 1984 年生, 助理研究员, 博士

DOI: 10.3724/SP.J.1037.2013.00661

由于具有独特的微观组织和力学性能,超细晶和纳米晶结构材料引起了材料科学工作者的广泛关注<sup>[1,2]</sup>。目前,各种严重塑性变形(severe plastic deformation, SPD)工艺,比如等通道转角挤压(equal-channel angular pressing, ECAP)、高压扭转(high-pressure torsion, HPT)、动态塑性变形(dynamic plastic deformation, DPD)等,是制备致密、无污染的块体超细晶和纳米晶金属结构材料的主要方法<sup>[2,3]</sup>。然而,由于利用SPD方法制备超细晶和纳米晶结构材料的过程中引入了大量的晶体缺陷,同时极其细小的晶粒限制了位错活动的的能力,使得这些材料在随后的拉伸变形过程中无法累积更多的缺陷来维持均匀塑性变形的进行,因而超细晶和纳米晶结构材料普遍存在强度高、塑性低的问题<sup>[1-3]</sup>。同时,SPD制备的超细晶和纳米晶结构材料在循环变形时,通常以晶粒粗化和剪切带的方式导致结构的不稳定,从而限制了其在实际工程中的应用<sup>[4-6]</sup>。相比较而言,由于施加了更高的塑性应变变量,HPT制备的超细晶和纳米晶材料微观组织比较均匀,然而其中心区域的组织却很难细化,同时HPT技术很难制备大面积的块体材料<sup>[6]</sup>。因此,制备具有均匀稳定组织的大尺寸块体超细晶和纳米晶结构材料仍然面临很大挑战。

基于搅拌摩擦焊接(friction stir welding, FSW)的原理,Mishra等<sup>[7]</sup>发展了搅拌摩擦加工(friction stir processing, FSP)技术,用于材料的局部改性。FSP的原理十分简单,由轴肩和搅拌针组成的加工工具—搅拌头高速旋转,使搅拌针挤入待加工工件直至轴肩与工件表面接触,轴肩与工件表面摩擦使材料软化,搅拌针带动加工区材料产生剧烈塑性流变,从而使加工区组织细化、致密化和均匀化<sup>[8,9]</sup>。近年来,FSP技术也成为一种制备块体超细晶材料的有效手段,通过施加强制冷却的方式,国内外研究者已利用FSP技术在Al, Mg, Cu以及钢铁等材料中成功制备出了超细晶组织<sup>[10-15]</sup>;而且通过多道次重叠加工的方式得到了大面积的块体超细晶材料<sup>[11,15]</sup>。

FSP过程中材料的剧烈塑性变形产生的温升会使再结晶晶粒长大,因此虽然采用强制冷却,FSP制备出的材料仍大多处于超细晶尺度。Su等<sup>[11]</sup>利用第二相粒子的钉扎作用,在7075铝合金中得到了纳米晶组织。然而,在单相纯金属和合金中得到纳米尺度的组织仍然存在诸多困难。在中高层错能的纯Cu中,可以利用DPD这种变形条件极其苛刻的工艺得到纳米结构的组织<sup>[3]</sup>。此外,通过降低材料的层错能

促使孪生系统开动,并与剪切带、位错等相互作用,在变形相对缓和的SPD工艺中也得到了纳米结构的组织<sup>[6,16-18]</sup>。同样,孪生在低层错材料的再结晶过程中也更容易发生,这就为FSP制备纳米结构材料提供了一种新的途径。通常,在纯Cu中加入合金元素(如Zn和Al等)可以大幅降低材料的层错能,Cu-Al合金具有较大的 $\alpha$ 单相区,且层错能的调节空间较大<sup>[6,19]</sup>。因此,本工作主要研究通过在纯Cu中加入Al元素以降低层错能的方式,探讨在强制冷却的FSP工艺下得到纳米结构材料的可行性,同时研究层错能对其微观组织和力学性能的影响。

## 1 实验方法

选取层错能分别为10和6 mJ/m<sup>2</sup>的Cu-10%Al和Cu-15%Al(原子分数)2种单相Cu-Al合金为实验材料,经熔炼、锻造和轧制后加工成尺寸为200 mm×80 mm×4 mm的板材。同时选用了层错能为78 mJ/m<sup>2</sup>的无氧高纯Cu(99.99%)作为对比研究材料,所用板材尺寸为200 mm×70 mm×5 mm。本工作中将纯Cu视为Al含量为0的Cu-Al合金,3种Cu-Al合金分别记为Cu-0Al, Cu-10Al和Cu-15Al。FSP过程选用轴肩直径为8 mm的小尺寸搅拌工具,搅拌针直径为3 mm,长1.2 mm。FSP参数为:转速400 r/min,行进速度50 mm/min。FSP过程采取强制水冷却的方式,将实验板材固定于水槽中并在FSP过程中用高压流动水快速冷却加工区。

微观组织观察分别选用电子背散射衍射(EBSD)技术和透射电子显微镜(TEM)进行。EBSD样品从加工区的横截面上截取,然后经机械研磨、抛光后进行电解抛光,消除表面应力层。电解抛光液配方为:2.5 g CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>+25 mL (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CHOH+125 mL H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>+125 mL C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH+250 mL H<sub>2</sub>O。电解抛光采用电压控制,电压选用5 V,时间约为10 s。EBSD分析选用Oxford HKL Channel 5型分析系统,配备在LEO Supra 35场发射扫描电镜(SEM)上,选用分析步长为70 nm,SEM操作电压为20 kV。TEM样品制备时采用电火花切割机从加工区切取厚度为0.8 mm的薄片,然后机械研磨至50 μm左右,并截成3 mm的小圆片,最后在Gatan 656型凹坑研磨仪和691型离子减薄仪上进行凹坑和离子减薄。TEM分析在FEI Tecnai T12上进行,操作电压为120 kV。

拉伸样品沿着FSP加工方向从加工区采用电火花切割机切取,拉伸样品为狗骨头形状,标距部分长8 mm,宽2 mm,厚1 mm。拉伸实验在Instron

5848MicroTester 型力学试验机上完成. 拉伸实验在室温下进行, 应变速率选用  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . 拉伸过程中采用 MTS LX300 型非接触式激光引伸仪测量拉伸样品上标记位置之间的相对位移, 以计算拉伸应变.

## 2 实验结果

### 2.1 FSP Cu-Al 合金的微观组织

图 1 所示为 FSP Cu-Al 合金的 EBSD 微观组织. 从图中可以看出, 与其它 FSP 超细晶材料类似, FSP Cu-Al 合金呈现出均匀、等轴的再结晶组织, 晶粒取向分布也相对比较均匀. 与 Cu-0Al 相比, Cu-10Al 和 Cu-15Al 的晶粒尺寸明显降低. 从图 2 所示的晶粒尺寸分布上可以看出, Cu-0Al 中仍有大于  $1 \mu\text{m}$  的微米晶存在; 而对于 FSP Cu-Al 合金, 所有晶粒的尺寸

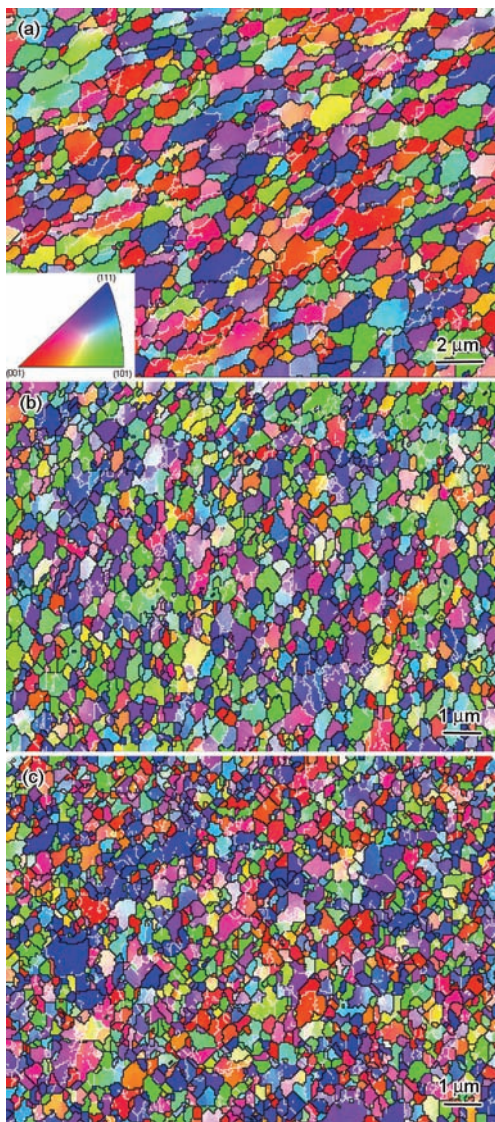


图 1 搅拌摩擦加工(FSP) Cu-Al 合金的 EBSD 微观组织  
Fig.1 EBSD microstructures of friction stir processed (FSP) Cu-Al alloys  
(a) Cu-0Al (b) Cu-10Al (c) Cu-15Al

均在  $1 \mu\text{m}$  以下. 经 EBSD 分析软件计算, Cu-0Al, Cu-10Al 和 Cu-15Al 的平均晶粒尺寸分别为 550, 320 和 310 nm.

图 3 所示为 FSP Cu-Al 合金的晶界取向差分布图. 从图中可以看出, 除了低角度晶界取向差部分及晶界取向差  $60^\circ$  附近外, FSP Cu-Al 合金的晶界取向差分布与立方结构材料的随机分布类似. 由于 EBSD 分析的精度为  $2^\circ$  左右, 因而只考虑  $2^\circ$  以上的晶界取向差, 经统计 Cu-0Al, Cu-10Al 和 Cu-15Al 中大角晶界 (晶界取向差  $\geq 15^\circ$ ) 所占的比例分别为 82.5%, 85.3% 和 87.4%. 由此可见, 随着 Al 含量的增加, 即层错能的降低, 小角晶界 ( $2^\circ < \text{晶界取向差} < 15^\circ$ ) 所占的比例从 Cu-0Al 中的 17.5% 逐步降低为 Cu-15Al 中的 12.6%.

从图 3 中还可以发现, 在晶界取向差为  $60^\circ$  附近

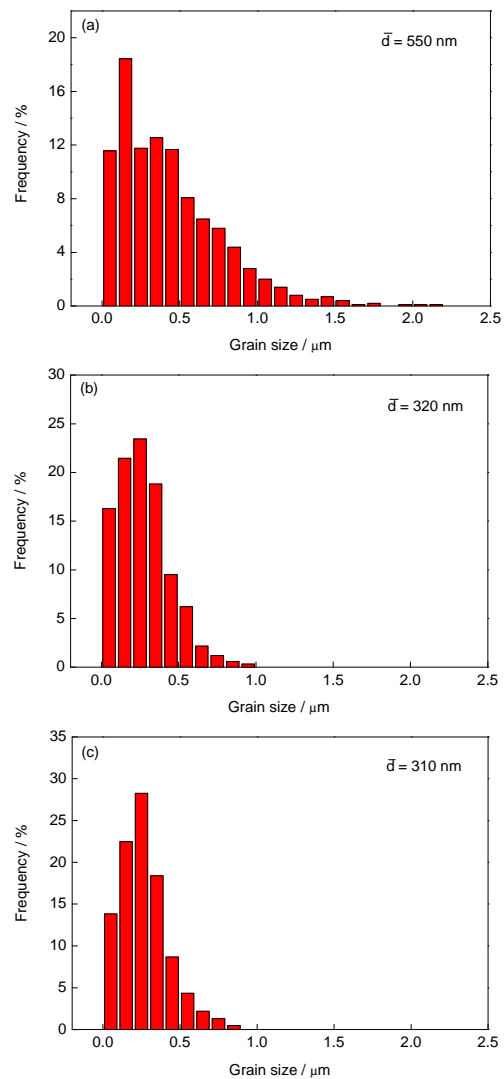


图 2 FSP Cu-Al 合金的晶粒尺寸分布图  
Fig.2 Grain size distributions of FSP Cu-Al alloys ( $\bar{d}$ —average diameter of grain size)  
(a) Cu-0Al (b) Cu-10Al (c) Cu-15Al

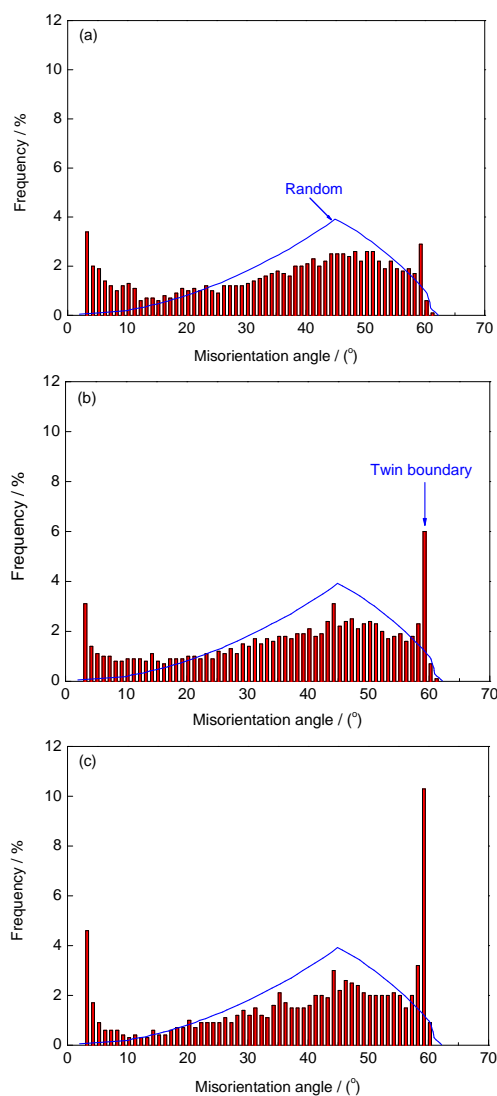


图3 FSP Cu-Al合金的晶界取向差分布图

Fig.3 Distributions of grain boundary misorientation angle for FSP Cu-Al alloys

(a) Cu-0Al (b) Cu-10Al (c) Cu-15Al

出现峰值,而且随着层错能的降低其所占比例逐步提高.在fcc金属材料纯Cu及其合金中,此取向差对应 $\Sigma 3$ 孪晶界的角度.以晶界取向差 $60^\circ$ 附近超出随机分布的比例为标准,FSP Cu-0Al, Cu-10Al和Cu-15Al中孪晶界的比例分别为 $2.16\% \pm 0.05\%$ ,  $5.80\% \pm 0.08\%$ 和 $11.21\% \pm 0.08\%$ .由此可见,随着层错能的降低FSP Cu-Al合金中孪晶界的比例逐步升高.

FSP Cu-Al合金更为深入的TEM微观组织分析如图4所示.可见,FSP Cu-0Al由等轴的超细晶粒组成,平均晶粒尺寸为500 nm左右,与EBSD统计结果一致.从图4a中还可看出有些位错分布在超细晶组织中,这是由于强制冷却的作用,再结晶晶粒并未充分生长,有些位错胞状晶界保留下来,并未形成大角晶界,这也是EBSD晶界取向差分布图(图3)

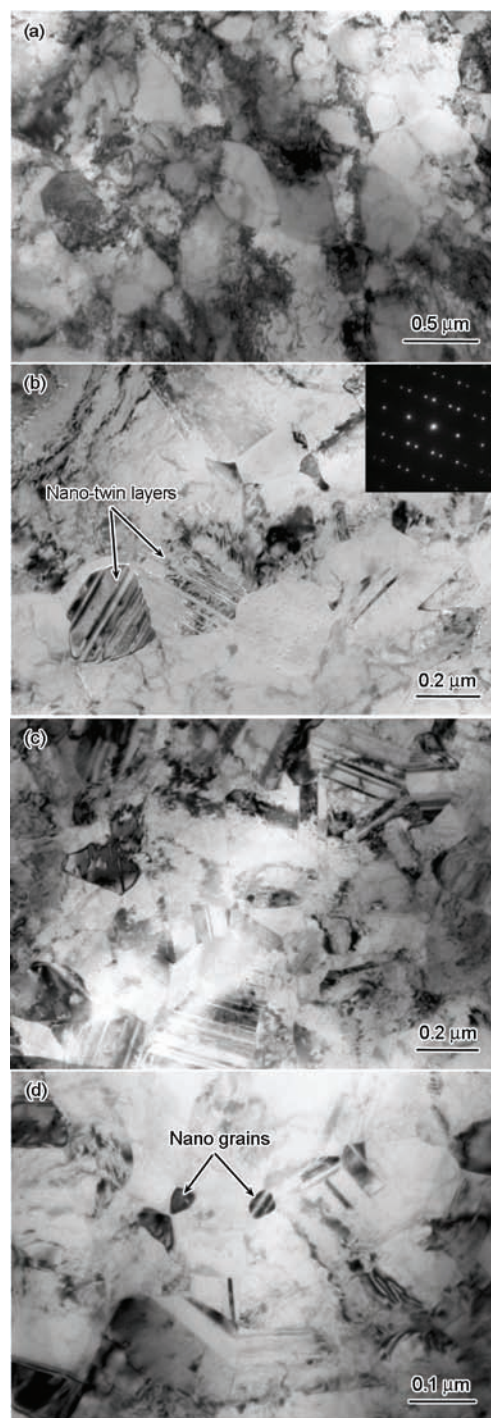


图4 FSP Cu-Al合金的TEM微观组织形貌

Fig.4 TEM microstructures of FSP Cu-Al alloys  
(a) Cu-0Al (b) Cu-10Al (Inset shows the SAED pattern of nano-twin) (c, d) Cu-15Al

中小角晶界比例要比随机分布中提高的主要原因.随着层错能的降低,Cu-10Al的平均晶粒尺寸降低到大约300 nm,如图4b所示.更为重要的是,在许多超细晶粒内部生成了丰富的孪晶界,形成孪晶片层结构,其典型的孪晶电子衍射图谱(SAED)如右上角所示.孪晶片层的宽度一般在100 nm以下,甚至可

细化至10 nm以下,为纳米孪晶片层,这无疑进一步细化了FSP Cu-Al合金的微观组织.继续降低层错能,Cu-15Al试样中超细晶的晶粒尺寸并没有明显减小,仍在300 nm左右,但此时纳米孪晶片层结构更为普遍,几乎遍布所有超细晶粒,如图4c所示.同时,在Cu-15Al中发现了许多纳米晶粒(晶粒尺寸<100 nm)组织,并且有些纳米晶粒中也可形成孪晶片层组织,如图4d所示.由此可见,在FSP Cu-15Al中得到了由纳米孪晶片层和纳米晶组成的纳米结构组织.

## 2.2 FSP Cu-Al合金的力学性能

图5所示为粗晶及FSP Cu-Al合金的拉伸性能曲线.从图5a的工程应力-应变曲线中可以看出,粗晶Cu-0Al, Cu-10Al和Cu-15Al的屈服强度分别为50, 70和90 MPa,抗拉强度分别为180, 330和390 MPa.经过FSP处理后,Cu-0Al, Cu-10Al和Cu-15Al的屈服强度分别增至355, 610和980 MPa,抗拉强度分别增至410, 740和1180 MPa.显然,与粗晶态相比,FSP Cu-Al合金的强度明显提高,具有最低层错能的FSP Cu-15Al合金的屈服强度已高达粗晶态的11倍左右.

与粗晶态材料相比,FSP Cu-Al合金的延伸率明显降低,FSP Cu-0Al, Cu-10Al和Cu-15Al的均匀

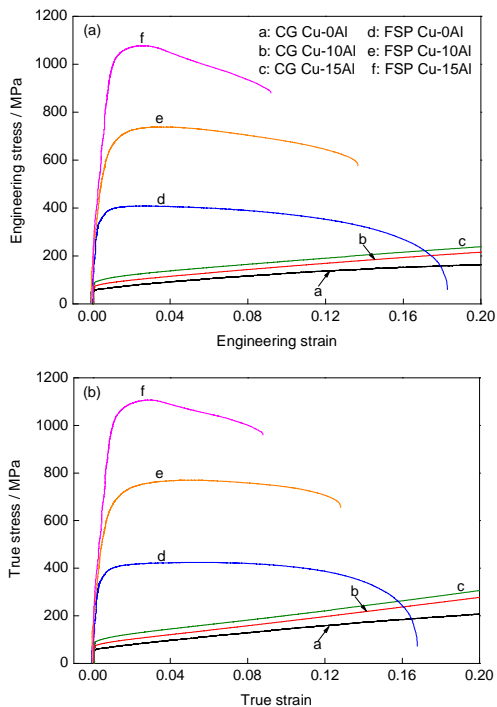


图5 粗晶(CG)及FSP Cu-Al合金的拉伸性能曲线

Fig.5 Tensile curves of coarse grained (CG) and FSP Cu-Al alloys

- (a) engineering stress-strain curves  
(b) true stress-strain curves

延伸率分别为3.1%, 4.2%和2.9%,总延伸率分别为18.2%, 13.2%和8.5%.与DPD及ECAP Cu-Al合金<sup>[6,17,20]</sup>相比,FSP Cu-Al合金的均匀延伸率有所增加,而与HPT Cu-Al合金的均匀延伸率类似<sup>[6,16]</sup>.从图5b的真应力-应变曲线可以看出,FSP Cu-0Al在屈服过后存在微弱的加工硬化,直至延伸率为7.5%左右,与ECAP超细晶中的加工软化相比,其加工硬化能力显著提高<sup>[21]</sup>.增加Al含量到10%时,加工硬化能力与Cu-0Al相比有所提高(即屈服过后曲线的斜率有所增加),加工硬化可持续至延伸率6%左右.然而,进一步增加Al含量到15%时,加工硬化仅维持到延伸率为3%左右,应力便开始下降,即出现加工软化现象.

## 3 分析讨论

### 3.1 FSP Cu-Al合金的晶粒细化机制

众所周知,位错滑移和变形孪生是金属材料发生塑性变形的2种最为重要的微观变形机制<sup>[22]</sup>.对于中高层错能的Cu, Al, Ni等fcc金属,SPD过程中晶粒细化一般是由塑性变形引入的位错及位错界面对大晶粒的分割所决定的,即位错分割机制<sup>[6]</sup>.然而对于低层错的金属材料,由于层错宽度较大抑制了交滑移,从而使孪生更容易发生<sup>[16-18]</sup>.此外,对于变形条件更为苛刻的DPD工艺,由于高速、低温等外部变形条件极大地限制了位错运动,即使在中等层错能的纯Cu中变形孪生也成为主要的微观变形机制<sup>[9]</sup>.在这两种情况下,通过孪晶的不断交割以及与剪切带和位错等的相互作用,得到超细晶及纳米晶组织.

FSP过程是在一定的温度下进行的,因此动态回复和动态再结晶很容易发生.一般认为,动态再结晶是搅拌区微观结构演化的基本特征,但对于具体的动态再结晶机制还没有统一的认识<sup>[23]</sup>.早期研究认为,由亚晶逐渐转变成晶粒的连续动态再结晶为主要机制<sup>[24]</sup>;随后基于搅拌区再结晶晶粒小于原始亚晶的实验现象,认为通过形核的非连续动态再结晶是主要的再结晶机制<sup>[25]</sup>.对于具有中等层错能的Cu-0Al来说,FSP过程中的大变形可将原始粗大晶粒破碎,通过破碎的亚晶界(位错胞结构)形核、长大的非连续动态再结晶可能是主要的再结晶机制.由于在FSP Cu-0Al中没有发现孪晶的存在,因此FSP Cu-0Al的晶粒细化过程还是由位错滑移主导的塑性变形来提供原始的再结晶核心.

层错能降低后,FSP Cu-Al合金的晶粒细化方式可能会有所转变.此时,由于塑性变形过程中孪

生变得非常容易,势必会对再结晶造成影响.除了位错胞结构作为再结晶核心外,形成的大量孪晶也可作为再结晶的核心,这应该与FSP镁合金中的孪晶再结晶现象类似<sup>[26]</sup>.此外,由SPD晶粒细化机制可知,随着层错能的降低,其平衡晶粒尺寸(能够细化的最小晶粒尺寸)逐步降低<sup>[6,17]</sup>.因此,在低层错能的FSP Cu-Al合金中,原始的再结晶核心会更为细小,同时由于孪生机制的大量开动,致使FSP Cu-10Al和Cu-15Al的组织更为细化,可得到纳米晶组织(图4d).

### 3.2 层错能对FSP Cu-Al合金微观组织的影响

由以上实验结果可知,层错能对FSP Cu-Al合金的微观组织产生了显著影响,这主要表现在晶粒尺寸和晶界取向差分布以及孪晶分布上.前已所述,与Cu-0Al相比,孪生在FSP Cu-10Al和Cu-15Al的晶粒细化过程中起着非常重要的作用,因此随着层错能的降低FSP Cu-Al合金的平均晶粒尺寸逐步降低,从Cu-0Al的550 nm减小到Cu-15Al合金的310 nm. FSP Cu-Al合金大角晶界的比例随层错能的降低明显增加,且均在80%以上.而对于ECAP Cu-Al合金,Al含量为8%时大角晶界的比例也仅为62%左右<sup>[17]</sup>.这应该与2种工艺的晶粒细化方式不同有关,ECAP及其它SPD晶粒细化过程中累积了高密度的位错,这些位错经过缠结和空间重组会形成大量的小角晶界.而FSP晶粒细化主要靠动态再结晶来完成,塑性变形中产生的高密度位错会在再结晶过程中作为形核核心并随着晶粒长大过程而逐渐减少,因此所形成的组织以大角晶界为主,大角晶界比例甚至可达到90%以上<sup>[8,10,12]</sup>.

FSP Cu-Al合金与SPD Cu-Al合金晶界取向差分布的另一个显著区别是,FSP Cu-Al合金在60°附近出现一个峰值<sup>[6,17]</sup>.前面已经指出,此峰值对应于 $\Sigma 3$ 孪晶界的取向差角度,这表明,随着层错能的降低,孪生变得更为容易,从而在FSP Cu-15Al的超细晶粒内部形成了丰富的纳米孪晶片层组织(图4c).许多研究结果<sup>[6,16-18]</sup>都表明,在SPD铜合金中也会形成丰富的孪晶,然而这些孪晶为变形孪晶,伴随着大量位错产生,孪晶所具有的共格关系有所破坏,且孪晶片层厚度非常细小,靠EBSD很难表征.而FSP Cu-Al合金的晶粒细化方式为动态再结晶,所形成的孪晶为退火态孪晶,能够保持很好的共格关系<sup>[12]</sup>,用EBSD可以很好地表征.然而,由于EBSD的分辨率局限在几十纳米,对FSP Cu-Al合金中非常细小的纳米孪晶片层结构也无法有效表征,因此

FSP Cu-Al合金中孪晶界所占的实际比例应该高于EBSD得到的结果.

### 3.3 层错能对FSP Cu-Al合金力学性能的影响

随着层错能的降低,FSP Cu-Al合金中微观组织的变化必然会引起力学性能的显著改变.与SPD铜合金的研究结果<sup>[6,16-18]</sup>相同,由于微观组织的不断细化,FSP Cu-Al合金的屈服强度和抗拉强度与粗晶态相比有了显著提高,而且随着层错能的降低不断增大.从粗晶Cu-Al合金的拉伸性能可以看出,固溶的Al原子对屈服强度的影响比较小,Cu-15Al的屈服强度与Cu-0Al相比仅仅提高了40 MPa(图5a).随着层错能的降低,FSP Cu-Al合金的屈服强度与粗晶Cu-Al合金相比增加的倍数逐步提高,分别为7,9和11倍左右.从前面微观组织的结果可以看出,随着层错能的降低,孪晶界尤其是纳米孪晶片层结构逐步增加,在Cu-15Al合金中,纳米孪晶片层结构已经非常普遍,而且还生成了许多纳米晶,因此其强度的提高最为显著,甚至超过了Al含量为16%的HPT和ECAP Cu-Al合金的强度<sup>[6,16,17]</sup>.

随着层错能的降低,FSP Cu-Al合金的断裂延伸率伴随着强度的提高而逐步降低,如图5所示.对于工程上更具意义的均匀延伸率,则呈现出先增加后减小的变化趋势.在Al含量为10%时得到最大的均匀延伸率为4.2%,随着Al含量增加到15%,均匀延伸率则降为2.9%,这一变化趋势与ECAP铜合金中随层错能降低一直增加的变化趋势不同,而与HPT铜合金的变化趋势相同<sup>[6,16,18]</sup>.对于层错能较低的Cu-10Al合金,孪晶片层组织不是很普遍,在拉伸变形过程中可能会继续生成变形孪晶来承担塑性变形<sup>[6,27]</sup>,因此使其均匀延伸率有所提高.然而对于Al含量为15%的FSP Cu-Al合金,极其细小的晶粒和丰富的纳米孪晶片层结构使其无法在后续的变形过程中继续累积、存储位错和形成孪晶,从而导致了塑性的降低.

## 4 结论

(1) 通过强制冷却的FSP技术,可以在Cu-Al合金中得到超细晶和纳米结构组织,FSP Cu-Al合金呈现出均匀、等轴的再结晶组织.

(2) 随着层错能的降低,FSP Cu-0Al, Cu-10Al和Cu-15Al的平均晶粒尺寸逐步减小,分别为550,320和310 nm,同时大角晶界和孪晶界的比例逐步提高.在低层错能的FSP Cu-Al合金中,超细晶粒内部生成了丰富的纳米孪晶片层组织,使微观组织进一

步细化.

(3) 由于微观组织的逐步细化, FSP Cu-0Al, Cu-10Al 和 Cu-15Al 的强度随层错能的降低而逐步提高, 屈服强度分别为 355, 610 和 980 MPa, 与粗晶态的屈服强度相比分别提高了 7, 9 和 11 倍; 而其均匀延伸率分别为 3.1%, 4.2% 和 2.9%, 呈现出先增加后减小的趋势.

### 参考文献

- [1] Valiev R. *Nat Mater*, 2004; 3: 511
- [2] Zhu Y T, Liao X Z. *Nat Mater*, 2004; 3: 351
- [3] Tao N R, Lu K. *J Mater Sci Technol*, 2007; 23: 771
- [4] Mughrabi H, Höppel H W. *Int J Fatigue*, 2010; 32: 1413
- [5] Goto M, Han S Z, Euh K, Kang J H, Kim S S. *Acta Mater*, 2010; 58: 6249
- [6] An X H. *PhD Dissertation*, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, 2012  
(安祥海. 中国科学院金属研究所博士学位论文, 沈阳, 2012)
- [7] Mishra R S, Mahoney M W, McFadden S X, Mara N A, Mukherjee A K. *Scr Mater*, 1999; 42: 163
- [8] Mishra R S, Ma Z Y. *Mater Sci Eng*, 2005; R50: 1
- [9] Ma Z Y. *Metall Mater Trans*, 2008; 39A: 642
- [10] Xue P, Xiao B L, Ma Z Y. *Mater Sci Eng*, 2012; A532: 106
- [11] Su J Q, Nelson T W, Sterling C J. *Scr Mater*, 2005; 52: 135
- [12] Xue P, Xiao B L, Ma Z Y. *Scr Mater*, 2013; 68: 751
- [13] Chang C I, Du X H, Huang J C. *Scr Mater*, 2007; 57: 209
- [14] Xue P, Xiao B L, Wang W G, Zhang Q, Wang D, Wang Q Z, Ma Z Y. *Mater Sci Eng*, 2013; A575: 30
- [15] Xue P, Xiao B L, Ma Z Y. *J Mater Sci Technol*, 2013; 29: 1111
- [16] An X H, Lin Q Y, Wu S D, Zhang Z F, Figueiredo R B, Gao N, Langdon T G. *Scr Mater*, 2011; 64: 954
- [17] Qu S, An X H, Yang H J, Huang C X, Yang G, Zang Q S, Wang Z G, Wu S D, Zhang Z F. *Acta Mater*, 2009; 57: 1586
- [18] Zhang P, An X H, Zhang Z J, Wu S D, Li S X, Zhang Z F, Figueiredo R B, Gao N, Langdon T G. *Scr Mater*, 2012; 67: 871
- [19] Murr L E. *Interfacial Phenomena in Metals and Alloys*. Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company, 1975: 142
- [20] Zhang Y, Tao N R, Lu K. *Acta Mater*, 2011; 59: 6048
- [21] Torre F D, Lapovok R, Sandlin J, Thomson P F, Davies C H J, Pereloma E V. *Acta Mater*, 2004; 52: 4819
- [22] Meyers M A, Chawla K K. *Mechanical Behavior of Materials*. 2nd Ed., Cambridge: Cambridge University Press, 2009: 337
- [23] McNelley T R, Swaminathan S, Su J Q. *Scr Mater*, 2008; 58: 349
- [24] Jata K V, Semiatin S L. *Scr Mater*, 2000; 43: 743
- [25] Su J Q, Nelson T W, Sterling C J. *J Mater Res*, 2003; 18: 1757
- [26] Feng A H, Ma Z Y. *Acta Mater*, 2009; 57: 4248
- [27] An X H, Wu S D, Zhang Z F, Figueiredo R B, Gao N, Langdon T G. *Scr Mater*, 2012; 66: 227

(责任编辑: 毕淑娟)