DOI:10.11918/j.issn.0367-6234.201507037

冷变形 MP35N 合金的时效强化机理

陈雨来1,杨东艳1,李静媛2,张 源2

(1.北京科技大学 冶金工程研究院, 100083 北京; 2.北京科技大学 材料科学与工程学院, 100083 北京)

摘 要:为研究 MP35N 合金时效强化规律及机制,对 MP35N 合金进行 84.18%的冷轧变形后,进行时效处理研究. 在万能拉伸机上进行力学性能测试,用 OM、SEM、TEM 和 EDS 进行组织分析和微观成分测试. 实验结果表明:在 500 ℃时效 4 h 时,显 微硬度达到最大值 704.26 HV,抗拉强度为 2641.16 MPa,与冷轧态相比,分别提高了 30.44%和 37.41%;该合金经时效后冷轧 撕裂孔洞愈合,在 400 ℃时效后出现了由 3~4 个厚度为 3 nm 左右的细小孪晶组成的"孪晶簇";温度升高到 500 ℃,孪晶尺寸 变大、交错,"孪晶簇"消失. 未发现 Mo 原子在孪晶处处偏聚,时效过程中形成的纳米级片状孪晶起到主要的强化作用. 关键词: Co-Ni 合金;冷轧;时效;强化机制

中图分类号: TG135.1 文献标志码: A

文章编号:0367-6234(2017)05-0148-06

Strengthening mechanisms of cold worked MP35N alloy during aging treatment

CHEN Yulai¹, YANG Dongyan¹, LI Jingyuan², ZHANG Yuan²

(1. Engineering Research Institute, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China;

2. School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

Abstract: The strengthening mechanism during aging treatment after 84.18% cold rolling of MP35N alloy was performed in this study. Mechanical properties were tested on universal tensile testing machine and the microstructures were analyzed by OM, SEM, TEM and EDS. The results show that the maximum micro-hardness, 704.26 HV, was obtained when MP35N alloy was aged at 500 \degree for 4 h, at which state the tensile strength was 2641.16 MPa. The two values increased by 30.44% and 37.41% over cold rolling state respectively. Tear holes which formed during cold forming healed after aging and the TEM result revealed that the thin "twin cluster" consisting of 3 to 4 fine twins which thickness about 3 nm appeared after aged at 400 \degree . When the temperature increased to 500 \degree , twin size became larger, staggered and then "twin cluster" disappeared. The EDS results shows there is no obvious concentration of Mo atom occurred in the twins. Nano flake twins formed during aging treatment play a major role in strengthening.

Keywords: Co-Ni alloy; cold rolling; aging; strengthening mechanisms

MP35N(Co-35Ni-20Cr-10Mo)作为一种 Co-Ni 基超合金,自 1968 年被 Smith 发现以来,以其特超 高的强度、极强的耐腐蚀性以及良好的耐疲劳性,广 泛应用于航天紧固件、骨科植入物、石化工业的水下 钻井等装备中^[1-3].研究已经发现,MP35N 合金的 强化来源于两个方面:一个是冷变形强化,其强度比 固溶态提高 3~5 倍^[4];另一个是时效热处理,可使 强度进一步提高 20%以上^[5-6],但是对于其强化机 制却至今仍未统一.

对于 MP35N 合金冷加工强化机制的分歧主要 在于是否形成了马氏体. Graham 等^[2] 将包括 MP35N 合金在内的 Co-Ni 复相合金的线性加工硬 化归结于形变诱导发生的马氏体相(HCP),第二阶 段的加工硬化来自于交错分布的 HCP 相与面心立 方结构(FCC)基体之间形成的机械孪晶. Raghavan 等^[7]则认为,由于应变诱发马氏体转变的温度低于 室温(~77 K),因此 MP35N 室温变形强化与马氏体 无关,仅是因为产生了形变孪晶. Singh 等^[8]通过 X 射线衍射(XRD)和透射电镜(TEM)分析了 MP35N 合金中冷加工形成的片层状结构, XRD 结果只显示 了面心立方基体相,没有发现第二相的存在,然而透 射电镜结果表明同时包含了孪晶和 HCP 相. Prasad 等^[9]对直径为 100μm 的 MP35N 线材,研究了拉伸 前后的由表层到中心层的微观组织,并通过 TEM 进 行详细分析,认为起强化作用的片层结构是厚度 1 nm~1 μm的孪晶,并非 HCP 相.

对于 MP35N 时效二次强化, Graham 等^[10]认为 是由于应力诱导生成的 HCP 相和基体 FCC 相之间 的界面上出现了 Mo 原子偏析,并进一步生成六角 形结构的金属间化合物 Co₃Mo,其在时效过程中片 状组织阻碍了位错运动,起到强化作用. 基于无

收稿日期: 2015-07-10

基金项目:国家自然科学基金(U1660114);

国家高技术研究发展计划(2015AA03A502)

作者简介:陈雨来(1970—),男,副研究员

通信作者:李静媛,lijy@ustb.edu.cn

HCP 相析出、仅有形变孪晶形成的研究者 Ishmaku 等^[11]和 Sorensen 等^[12-13]认为,时效引起了 Mo 原子 向堆垛层错和孪晶的偏聚,和形变孪晶共同起到了 强化作用.

中国在 Co 合金尤其是 Co-Ni 合金方面的研究 较少. 例如常用的 3J21 合金带材或线材其强度最高 仅 1 865 MPa^[14-16]. 虽有个别专利通过双真空熔炼、 冷拉丝、冷轧、合金合成、时效处理工艺使强度甚至 超过了 3 GPa,但是工艺繁琐、成本较高^[17]. 本文结 合国内外研究情况,自行熔炼 MP35N 合金^[18],通过 工艺改进提高强度,同时探究其强化机制.

1 实 验

实验用 MP35N 合金由 Co、Cr、Ni、Mo 四种纯金 属按 Co35%、Ni35%、Cr20%、Mo10%的比例混合,经 真空感应熔炼浇铸成 100 mm×100 mm×60 mm 方形 锭坯,其实测成分见表 1. 锭坯在加热炉中升温至 1 250 ℃保温 2 h,通过 350 热轧实验机进行 6 道次 轧制,轧至 5.5 mm 后进行水冷,终轧温度为 950 ℃. 将热轧板在 1 000 ℃保温 2 h 固溶淬火后,在四辊冷 轧机上按照表 2 所示的工艺轧至 0.87 mm,冷轧总 变形量为 84.18%. 对冷轧试样进行 400~700 ℃每 隔 50 ℃ 等温时效 4 h. 时效试样在 HXD-1000TM 数 字显微式硬度仪上进行显微硬度测试,试验载荷为 500 gf,加载时间为 10 s,均匀测试 12 个点. 去掉最 大最小值后取平均值进行统计分析,对硬度最大的 时效温度改变保温时间,确定硬度最高的保温时间, 然后进行强度测试. 强度测试所用拉伸试样按照 GB/T 228.1-2010 制取,在 CMT5605 型万能拉伸机 上进行拉伸试验,每组平行试样3根.用于组织观 察的试样经研磨、抛光、侵蚀(HNO₃: HCl=1:2) 后,在AX10 金相显微镜下进行金相组织观察,利用 ZEISS ULTRA 55 热场发射扫描电镜进行拉伸断口 分析,利用 D8 Advance X 射线衍射仪对试样进行物 相分析.利用 TF20 透射电子显微镜(TEM)进行孪 晶、位错、析出物分析,同时利用其配套的能谱分析设 备(EDS)进行成分分析.透射试样采用机械减薄至 30 µm,后用 19%H,SO4+76%甲醇+5%H,PO4的双喷 液穿孔,电流控制在 25~32 mA,温度为-15~5 ℃.

表1 MP35N 实验合金的化学成分

Tab.1 Chemical compositions of tested MP35N alloy %

Co	Cr	Ni	Mo	С	Р	Si
33.80	21.10	35.47	9.44	0.01	0.01	0.17

表 2 MP35N 实验合金的冷轧工艺

Tab.2	Cold rolling	processing	of tested	MP35N	alloy
-------	--------------	------------	-----------	-------	-------

_									
	道次	厚度 h/mm	压下量	道次	厚度 h/mm	压下量	道次	厚度 h/mm	压下量
	0	5.60	0.00	8	3.41	0.20	16	1.59	0.19
	1	5.16	0.44	9	3.20	0.21	17	1.47	0.12
	2	4.83	0.33	10	2.92	0.18	18	1.32	0.15
	3	4.41	0.42	11	2.64	0.28	19	1.14	0.18
	4	4.39	0.02	12	2.42	0.22	20	1.04	0.10
	5	4.14	0.25	13	2.18	0.24	21	0.92	0.12
	6	3.91	0.23	14	1.95	0.23	22	0.87	0.05
	7	3.61	0.30	15	1.78	0.17			

2 热力学相图模拟

图 1 为利用 Thermo-Calc 热力学软件计算含 21.1%Cr-9.44%Mo-0.013%C-0.17%Si 的 Co-Ni 伪 二元平衡相图. 从图 1 可以看出,对于 MP35N 实验 合金来说,当温度处于室温至 270 ℃之间时,有 Co₇ Mo₆、Co₃Mo 和 CoCr 析出相产生,但高于 270 ℃ 直至 熔点 1470 ℃之间均处于面心立方结构(FCC)单相 区,既没有析出物也不发生相变. 因此按照金属学 理论,实验合金强化只能通过加工硬化,难以通过热 处理强化. 但是众多研究结果表明,Co-Ni 合金在冷 轧后的时效过程中,强硬度均进一步提高. 对这一 矛盾现象,国内外学者一直未能统一认识.



Fig.1 Pseudo-binary equilibrium phase diagram of Co-Ni alloy

3 结果及分析

3.1 力学性能变化规律

MP35N 合金冷轧实验板经不同时效温度处理 后硬度先上升后下降,曲线变化见图 2(a).对比冷 轧态的显微硬度 528.16 HV,在 400~500 ℃等温时 效 4 h 时,其显微硬度增加至 578.77~704.6 HV,比 冷轧态最高可提高 30.44%;当时效温度高于 500 ℃ 以后,显微硬度值开始逐步降低,在 700 ℃时,急剧 下降至 479.02 HV,低于冷轧态硬度值.

在最佳时效温度 500 ℃进行了不同时间的等温 时效热处理实验,其硬度指标变化如图 2(b)所示. 可以看出,时效时间为 4 h 时,合金显微硬度值最 高,进一步延长时间,硬度随着时效时间的延长反而 呈下降趋势.由于强度和硬度具有正相关的关 系^[19],可以推测出该合金在 500 ℃等温时效 4 h 时 抗拉强度达到最大值.对比冷轧态的抗拉强度 1 922.04 MPa、延伸率 2.99%,该时效态抗拉强度达 到 2641.16 MPa,提高 37.41%,但延伸率降至1.26%. 其冷轧和 500 ℃时效态的拉伸曲线如图 3 所示.这 种时效之后强度、硬度上升现象与平衡相图存在矛 盾,其机理应与 FCC 基体内部的变化有关.



图 2 实验合金的显微硬度变化曲线





Fig.3 Tensile curve of tested alloy at different states

3.2 断口分析

对 MP35N 实验合金冷轧态和 500 C,4 h 时效 态的试样进行了拉伸断口的 SEM 观察,结果如图 4 所示.从图 4(a)可以看出,MP35N 冷轧板的拉伸断 口呈现明显的撕裂孔洞特征,孔洞位置大小不统一, 尺寸从 1 µm 到 50 µm 不等.这些断裂孔洞说明冷 轧板中已存在由于应力集中造成的孔隙缺陷,这些 小的孔隙在拉伸应力作用下不断变大、汇聚,最终在 断裂过程中形成大的相连孔洞,造成断裂前的延伸 率较低(2.99%),为脆性断裂.从图 4(b)可以看出, 在冷轧板经 500 C,4 h 时效后进行的拉断实验中, 虽然延伸率降到更低(1.26%),但是试样内部未发 现任何孔洞,断口表现为均匀的脆性解理断裂.同 时,抗拉强度提升 37.41%,说明时效应力回复、显微 孔洞修复有利于强度提高.



(a)冷轧态



图 4 实验合金的拉伸断口 SEM 形貌 Fig.4 SEM morphology of tensile fracture of tested alloy

3.3 XRD 物相分析

为了明确 MP375N 实验合金在不同状态下的组 织是否为单一的 FCC 组织,并探明冷轧及时效过程 中有无发生析出或相变,对实验合金进行了 XRD 物 相分析,结果如图 5 所示.根据布拉格角可以确定, 实验合金在固溶态、冷轧态和时效态均为单相 FCC 结构组织,其晶格常数为 a = b = c = 3.575 Å. 在所有 试样的衍射图谱中均没有发现其他物相的衍射峰. 虽然在图 1 平衡相图中显示,该合金在室温下有 Co₇Mo₆、Co₃Mo 和 CoCr 析出相,在 XRD 检测范围内 并没有发现任何析出相.



图 5 实验合金不同状态的 X-ray 物相分析

Fig.5 X-ray phase analysis of tested alloy at different states

同时可以发现,实验合金在冷轧态及时效态的 XRD 峰宽明显大于1 000 ℃固溶态,如(200)晶面衍 射锋在固溶态的半高宽 FWHM (full width at half maximum)为 0.410,冷轧后上升至 0.743,继续在 400~500 ℃时效之后一直保持此宽度.按照谢乐公 式 $D = K\lambda/\beta \cos\theta$ 可知,衍射峰半峰宽间与晶粒之间 有对应关系,也就是说冷轧变形使合金明显细化,并 且在随后的时效过程中晶粒没有粗化.

另外,由图 5 还可以看出,固溶态的晶面峰较 多,说明再结晶过程中形成的择优取向不明显,织构 较弱.固溶、冷轧及不同条件时效态的衍射峰强度 如表 3 所示,可以发现冷轧后形成明显的择优取向 (100)和(200),说明形成较强的冷轧织构,在时效 过程中,织构强度相对降低,种类没有发生变化.

表 3 图 5 中不同衍射峰的强度变化

Tab.3 Values of diffraction peak intensity in Fig.5

晶面指数	(100)	(020)	(200)	(112)	(002)	(220)
固溶	3 108	888	186	63	499	60
冷轧	10 001	146	4243	205	175	576
400 °C,4 h	7 819	130	3 518	155	182	513
500 ℃,1 h	7 646	127	3 348	113	149	437
500 ℃,4 h	5 748	100	2 592	114	106	333
500 ℃,7 h	8 299	65	3 729	154	100	520

3.4 TEM 微观组织和成分分析

Co-Ni 合金在冷变形和时效处理过程中生成的 薄片状组织,对其强化起着重要作用,是目前研究结 果中获得肯定的结论. 但是对其类型的判定,即 HCP 相、孪晶还是 HCP 与孪晶混合体,尚未达成一 致认识. 为明确 MP35N 合金的强化机制,对实验合 金的冷轧态和时效态进行了 TEM 形貌及衍射花样 分析,结果如图 6 所示.

MP35N 实验合金经 84.18% 冷轧变形后的 TEM 微观组织如图 6(a) 所示. 由图 6(a) 可知: 冷轧变形 使合金形成大量高密度位错区,并进而形成位错墙, 将基体分割成位错胞结构(图中箭头所示):试样中 未观察到明显的片层状组织,经衍射光斑分析,试样 为单相面心立方组织,组织中不含孪晶,层错数量较 少. 经400 ℃、500 ℃时效后,在试样中均发现明显 的片层状组织,片层厚度仅约为1~25 nm,间距约 100~200 nm,并且随着时效温度的升高,片层厚度 不断增加.400 ℃时效时(图 6(b)),出现了由数条 较细孪晶排列在一起组成的"孪晶簇",说明在时效 过程中,不同区域的部分位错达到动力学条件分解 成层错,并以此为核心形成细小孪晶,形貌上形成由 3~4个厚度为3 nm 左右的细孪晶组成的"孪晶 簇",且不同"孪晶簇"间的距离为 100~200 nm 不 等. 这一组织的出现无疑为合金强度的提高起到一 定作用,当时效温度升高至 500 ℃时,"孪晶簇"组 织消失,此时出现大量清晰、厚度不等的孪晶,在较 厚孪晶组织中可以看到高密度位错,如图 6(c) 所 示.同时在此时效温度下形成了二次孪晶(见图7), 这也很好解释了 500 ℃时效 4 h 时强硬度值达到最 高的原因,即当时效条件达到最佳时,大量全位错分 解形成层错,进而形成大量孪晶,反过来孪晶的形成 对位错运动的阻碍、孪晶界本身的强化、二次孪晶与 一次孪晶的相互交错使合金的强硬度达到最高 值^[20-22].从实验合金不同状态对应的衍射斑点可以 明显的看出,冷轧态的衍射斑点之间几乎看不到暗线,层错密度较低,在400 ℃、500 ℃时效4h时衍射斑点明显被拉长,斑点之间有暗线,说明时效过程中确实有大量位错分解成层错.



(b)400 ℃时效4h 图 6 实验合金不同状态下的 TEM 明场像

Fig.6 TEM bright field images of tested alloy at different states



(a)冷轧态

图 7 500 ℃时效 4 h 后实验合金内部相互交错的孪晶 Fig.7 Interlaced twins in tested alloy after aged at 500 ℃ for 4 h

对于有无 Mo 原子在 MP35N 合金的孪晶处偏 聚,亦是存在争论. 通常认为,固溶原子易在畸变能 较高的晶界处偏聚,而不会在能量较低的孪晶界面 处偏聚^[23]. 但是, Nie 等^[24]在镁合金退火板材的研 究中,发现了溶质原子 Al、Zn 在孪晶面处呈周期性 偏析. 另外, Jin 等^[25]在奥氏体不锈钢的孪晶中也发 现一些合金原子的辐照诱导偏聚现象,即Ni、Cr原 子在较薄的孪晶带上偏析,而 Mo 原子无明显变化. 对 MP35N 合金, Prasad 等^[9]在研究含低 Ti MP35N 合金极细线材(直径约100 μm)时,对经600 ℃时效 30 min 的试样在层错、孪晶以及基体处的成分进行 统计分析,发现 Mo 原子在层错和孪晶处发生了聚 集,并且认为 Mo 原子的偏聚是强化机制之一:对于 不含 Ti 的 MP35N 合金在时效过程是否有原子偏聚 现象,本实验对 500 ℃保温 4h 时效后的 MP35N 实 验合金,在透射电镜下的同一视野下对其基体及孪 晶处的 Mo 元素进行了 EDS 分析,结果见图 8. 由图 8中6个点的 Mo 原子含量可以明显看出,孪晶上的 Mo原子(点1和点4)含量分别为9.5%和10.2%,而 基体上 Mo 原子(点 2,3,5 和 6)含量平均约为 12.1%,高于孪晶处. 这说明合金时效处理未促进

Mo 原子在孪晶处的偏析,且在实验过程中并没有发现任何例如 Co₇Mo₆、Co₃Mo 和 CoCr 的析出相.

(c)500 ℃时效4h





Fig.8 EDS analysis results of Mo distribution in tested alloy

4 结 论

1)实验合金经冷轧变形 84.18%后,最佳时效条件为 500 ℃时效 4 h,此时其抗拉强度由冷轧态的1 922.04 MPa提高到2 641.16 MPa,抗拉强度值提高37.41%,相应时效后的显微硬度达到最大值704.26 HV,提高 30.44%.

2)冷轧后的断口存在大量大小不一的撕裂孔 洞,经500℃时效后,孔洞完全消失,有利于合金强 度的提高;XRD 物相分析表明实验合金冷轧及时效 后和固溶态的结构相同,均为 FCC 结构,无 HCP 相 或金属化合物 Co₃Mo 的形成.

3) TEM 及 EDS 分析表明,实验合金在时效过程 中形成了纳米级孪晶,在 400 ℃时效后出现了由3~ 4 个厚度为 3 nm 左右的细孪晶组成的"孪晶簇",温 度升高到 500 ℃,孪晶尺寸变大、交错,"孪晶簇"消 失. 孪晶界对位错运动的阻碍以及孪晶界的强化作 用,是时效强化的主要机制,同时在本实验合金成分 和试验条件下并未发现 Mo 原子在孪晶面的偏聚.

参考文献

- SINGH R P, DOHERTY R D. Strengthening in multiphase (MP35N) alloy: Part I. ambient temperature deformation and recrystallization[J]. Metallurgical Transactions A, 1992, 23(1):307–319.
- [2] GRAHAM A H, YOUNGBLOOD J L. Work strengthening by a deformation-induced phase transformation in "MP alloys" [J]. Metallurgical and Materials Transactions B, 1970, 1(2): 423-430.
- [3] SHAJI E M, KALIDINDI S R, DOHERTY R D, et al. Fracture properties of multiphase alloy MP35N [J]. Materials Science and Engineering A, 2003, 349(1): 313-317.
- [4] ASSEFPOUR-DEZFULY M, BONFIELD W. Strengthening mechanisms inElgiloy [J]. Journal of Materials Science, 1984, 19(9): 2815-2836.
- [5] 杜赵新. 新型高强 β 钛合金的热处理和微合金化以及高温变形 行为研究[D].哈尔滨:哈尔滨工业大学,2014.
 DU Zhaoxin. Heat treatment and microalloying and high temperature deformation behavior of new beta high strength titanium alloy [D].
 Harbin: Harbin Institute of Technology, 2014.
- [6]姚洪瀚.7050 铝合金一种新型形变热处理工艺研究[D].哈尔滨:哈尔滨工业大学,2013.

YAO Honghan. A new thermo-mechanical treatment of 7050 aluminum alloy [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2013.

- [7] RAGHAVAN M, BERKOWITZ B J, KANE R D. A transmission electron microscopic investigation of phase transformations in MP35N
 [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1980, 11(1): 203-207.
- [8] SINGH R P, DOHERTY R D. Strengthening in MULTIPHASE (MP35N) alloy: Part II. elevated temperature tensile and creep deformation[J]. Metallurgical Transactions A, 1992, 23(1): 321-334.
- [9] PRASAD M, REITERER M W, KUMAR K S. Microstructure and mechanical behavior of an as-drawn MP35N alloy wire [J]. Materials Science and Engineering A, 2014, 610: 326-337.
- [10]GRAHAM A H. Strengthening of "MP Alloys" during aging at elevated temperatures [J]. Trans. of the ASM, 1969,62:930-935.
- [11] ISHMAKU A, HAN K. Characterization of cold-rolled and aged MP35N alloys [J]. Materials characterization, 2001, 47(2): 139– 148.
- [12] SHAJI E M, KALIDINDI S R, DOHERTY R D. Influence of coldwork and aging heat treatment on strength and ductility of MP35N
 [J]. Materials Science and Engineering A, 1999, 272(2): 371–379.
- [13] SORENSEN D, LI B Q, GERBERICH WW, et al. Investigation of

secondary hardening in Co-35Ni-20Cr-10Mo alloy using analytical scanning transmission electron microscopy [J]. Acta Materialia, 2014, 63: 63-72.

- [14]金晓鸥,王正君,金晓男,等. 室温大气环境下 450 ℃时效态 3J21 合金拉伸性能 [J]. 钢铁研究学报,2010,22(4):27-30. JIN Xiaoou, WANG Zhengjun, JIN Xiaonan, et al. Tensile properties of 450 ℃ aged state 3J21 alloy at room temperature under atmospheric conditions [J]. Journal of Iron and steel research, 2010, 22(4):27-30.
- [15]金晓鸥,王正君,何世禹,等. 室温大气环境下欠时效态 3J21 合金的拉伸性能[J]. 钢铁研究,2010,38(3):17-19.
 JIN Xiaoou, WANG Zhengjun, HE Shiyu, et al. Tensile properties in under-aged state 3J21 alloy at room temperature in atmospheric conditions [J]. Research on Iron and steel, 2010,38(3): 17-19.
- [16]金晓鸥,金晓男,何世禹,等.室温大气环境下过时效态 3J21 合金疲劳行为[J].材料开发与应用,2009(5):25-28.
 JIN Xiaoou, JIN Xiaonan, HE Shiyu, et al. Tensile properties of over-aged state 3J21 alloy at room temperature under atmospheric conditions [J]. Development and Application of Materials, 2009 (5):25-28.
- [17] ASGARI S, EL-DANAF E, SHAJI E, et al. The secondary hardening phenomenon in strain-hardened MP35N alloy [J]. Acta Materialia, 1998, 46(16): 5795-5806.
- [18]黄平云,郭生武,王伟,等.冷轧变形 Co40NiCrMo 微观组织和 力学性能[J].长安大学学报(自然科学版),2011,31 (5): 106-110.
 - HUANG Pingyun, GUO Shengwu, WANG Wei, et al. Microstructure and mechanical property of Co40NiCrMo alloy deformed with cold rolling [J]. Journal of Changan University (Natural Science Edition), 2011, 31(5):106-110.
- [19] ZHANG P, LI S X, ZHANG Z F. General relationship between strength and hardness [J]. Materials Science and Engineering A, 2011,529(1):62-73.
- [20] ZHANG Y, TAO N R, LU K. Effect of stacking-fault energy on deformation twin thickness in Cu-Al alloys [J]. Scripta Materialia, 2009, 60(4): 211-213.
- [21] 卢磊, 卢柯. 纳米孪晶金属材料[J]. 金属学报, 2010, 46(11): 1422-1427.

LU Lei, LU Ke. Metallic materials with nano-scale twins [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2010, (46)11: 1422-1427.

 [22] 卢磊, 尤泽升. 纳米孪晶金属塑性变形机制[J]. 金属学报, 2014,50(2):129-136.
 LU Lei, YOU Zesheng. Plastic deformation mechanisms in

nanotwinned metals [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2014, 50(2): 129–136.

 [23]周孝军. AZ31 镁合金的复合孪晶结构设计与强韧化机制[D]. 重庆:重庆大学, 2014.
 ZHOU Xiaojun. The design and strengthening mechanisms of composite twin structure in magnesium alloy AZ31 [D]. Chongqing: Chongqing University. 2014.

- [24] NIE J F, ZHU Y M, LIU J Z, et al. Periodic segregation of solute atoms in fully coherent twin boundaries [J]. Science, 2013, 340 (6135): 957–960.
- [25] JIN H H, LEE G G, KWON J, et al. The formation of radiation-induced segregation at twin bands in ion-irradiated austenitic stainless steel [J]. Journal of Nuclear Materials, 2014, 454(1): 28–36.

(编辑 王小唯, 苗秀芝)