

强变形诱导形成的 Al-Cu 合金过饱和固溶体在继续变形时的再析出行为

张孜昭¹, 许晓嫦^{1,2}, 刘志义^{1,2}, 夏卿坤^{1,3}, 曾苏民¹

- (1. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;
2. 中南大学 有色金属材料与工程教育部重点实验室, 长沙 410083;
3. 长沙大学 机电工程学院, 长沙 410003)

摘要: 利用 X 射线衍射分析及透射电镜观察, 研究含析出相的 Al-Cu 合金经多向压缩变形诱导析出相回溶后形成的过饱和固溶体在继续变形过程中的再析出行为。结果表明: Al-Cu 合金中的析出相经强塑性变形诱导形成过饱和固溶体; 在继续变形过程中, 当变形量增大到一定程度后过饱和固溶体将分解析出相, 此时析出相的析出顺序与常规态过饱和固溶体分解的析出顺序不同, 过渡相析出被抑制, 直接形成稳定相。当过饱和固溶体在继续变形过程中析出稳定相后, 稳定相的回溶和再析出交替进行。

关键词: Al-Cu 合金; 强塑性变形; 析出相回溶; 再析出

中图分类号: TG 146.2

文献标识码: A

Re-precipitate behavior of supersaturated solid solution of Al-Cu alloy caused by severe plastic deformation during subsequent deformation

ZHANG Zi-zhao¹, XU Xiao-chang^{1,2}, LIU Zhi-yi^{1,2}, XIA Qing-kun^{1,3}, ZENG Su-min¹

- (1. School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China;
2. Key Laboratory of Nonferrous Metal Materials Science and Engineering, Ministry of Education, Central South University, Changsha 410083, China;
3. School of Mechatronics Engineering, Changsha University, Changsha 410003, China)

Abstract: The supersaturated solid solution is formed by re-dissolution of precipitated phases during multi-axial compression in aged Al-Cu alloy. The re-precipitation behavior of strain-induced supersaturated solid solution during subsequent deformation was investigated by X-ray diffraction and transmission electron microscopy. The results show that new precipitated phases will precipitate from the strain-induced solid solution when the total strain increases to a certain degree during subsequent deformation; and the precipitation sequence is directly forming stable phases instead of metastable phases, which is different from that of the conventional supersaturated solid solution formed by heat treatment. After that, the stable phases will re-dissolve and re-precipitate alternately.

Key words: Al-Cu alloy; severe plastic deformation; re-dissolution of precipitated phase; re-precipitate

目前采用强塑性变形方法直接制备超细晶粒材料已成为国内外材料学界的研究热点^[1-6]。强塑性变形在诱导材料获得大角度晶界等轴细晶粒时, 其组织结构

及性能演变规律与常规塑性变形不同, 如出现合金中第二相低温回溶、基体重新成为过饱和固溶体等新现象^[7-9]。强变形诱导析出相低温回溶是一个重要微观现

象, 它相当于一个固溶过程, 并同时能够保持强变形组织。将这一现象应用于强变形和热处理过程, 可最大限度地发挥形变强化和弥散强化的作用。因此, 开发提高合金性能或简化热处理工艺的新的强变形与热处理技术原型是强变形诱导析出相低温回溶现象应用基础研究的趋势。有少量文献报道了由强塑性变形诱导形成的过饱和固溶体再时效时不遵守热处理的相变规律^[10], 并发现将 ECAP 变形与随后时效处理相结合能够使析出强化型铝合金获得更高的强度与良好的塑性^[5, 11]。许晓嫦等^[12-13]在研究 Al-Cu 合金强变形诱导析出相低温回溶的现象时发现, 强塑性变形诱导析出相回溶后形成的过饱和固溶态存在两种相析出行为: 一是强塑性变形继续进行过程中的再析出, 二是强塑性变形停止后加热时效过程中的再析出。目前关于强变形诱导形成的过饱和固溶体在继续变形过程中的再析出研究很少, 仅有在强变形研究过程中观察到平衡相的报道。MURAYAMA 等^[8]在研究 Al-Cu 合金 2024 时指出, 未变形时由 GP 区和 S'相组成的峰时效状态试样, 在 ECAP 变形 8 道次后, GP 区和 S'相已全部消失, 但观察到有 θ 相出现; 未变形时含 S'相的过时效状态试样, 经 8 道次 ECAP 后晶内的 S'相全部回溶, 细晶界上仍残留 S'相的颗粒, 但未发现 θ 相。这一研究结果表明, 峰时效态的 Al-Cu 合金在析出相回溶后继续变形时存在再析出现象, 而在过时效态试样中却没有出现此现象。为了对 Al-Cu 合金在强变形过程中的演变有更全面的了解, 本文作者利用 X 射线衍射谱分析及透射电镜观察, 探讨含析出相的 Al-Cu 合金经多向压缩变形诱导析出相回溶后形成的过饱和固溶体在继续变形过程中的再析出行为。

1 实验

试样材料是以工业纯 Al(99.9%)和 Al-49.3%Cu 中间合金为原料, 在石墨坩埚中精炼, 铁模铸造。铸锭经过 485 °C、12 h 均匀化处理, 在 470 °C 下预热 1 h 后热轧成厚 12 mm 的板材, 加工成 10 mm × 10 mm × 15 mm 的长方形试样, 其化学成分如表 1 所列。

表 1 Al-Cu 合金试样的化学成分

Table 1 Chemical composition of tested Al-Cu alloy (mass fraction, %)

Si	Fe	Cu	Mn	Al
0.018	0.059	4.11-4.13	0.005	Bal.

为了获得实验所需的含 θ'' 、 θ' 和 θ 3 种析出相的试样, 采用表 2 所列热处理制度处理试样。

表 2 试样的热处理工艺及析出相

Table 2 Phases and heat-treatment processes of Al-Cu alloy

Solution	Aging	Precipitated phase
540 °C, 1 h	190 °C, 16 h	θ''
540 °C, 1 h	200 °C, 96 h	θ'
540 °C, 1 h	420 °C, 2 h	θ

多向压缩变形(Multi-axial compression, MAC)在自行设计的多向压缩模具上进行, 模具采用 Cr12 模具钢制备, 如图 1 所示。

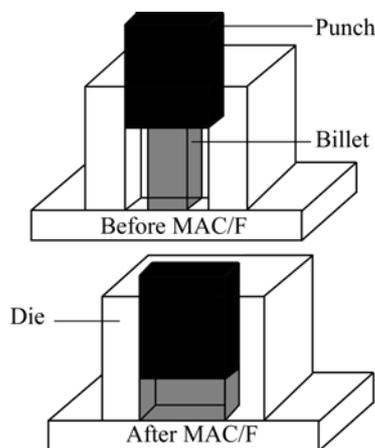


图 1 MAC 模具示意图

Fig.1 Schematic diagram of MAC

采用型号为 WE60、最大负荷 60 t 的液压式万能材料试验机, 按应变轴 X-Y-Z-X 进行换方向压缩, 其等效应变根据公式 $\epsilon = \ln(h_0/h)$ 计算, 其中 h_0 为原始高度, h 为变形后高度。每次挤压的应变 ϵ 约为 0.4, 变形速率为 5~10 mm/s。

Al-Cu 合金在多向压缩变形后, 采用透射电子显微镜观察其析出相的演变。透射电子显微镜观察试样在 MAC 变形后垂直于压缩方向取样, 试样先机械减薄到 0.1 mm, 随后在 MTP-1 电解双喷仪上进行减薄, 电解温度为 -25 °C。电解液为 30% HNO_3 +70% CH_3OH (体积分数)。在飞利浦 TECNAI-G2 透射电镜下观察试样, 其加速电压为 200 kV。在日本理学 D/max-2550/PC 型 X 射线衍射仪上进行 X 射线衍射分析测试。实验条件为: $\text{Cu K}\alpha$ 辐射, 加速电压 36 kV, 电流 28 mA, 石墨单色器。通过对析出相衍射峰的变化定性分析析出相在强变形过程中的变化。

2 实验结果

2.1 含 θ'' 相试样继续变形过程的再析出

图 2(a)~(c)所示分别为含 θ'' 相试样在 MAC 变形不同道次后的 TEM 像。

从图 2(a)中可观察到,在 MAC 变形 10 道次后已观察不到明显的 θ'' 相,可以看到大量位错的存在,少量已经聚集成位错胞。但变形 16 道次和 22 道次后,从图 2(b)、2(c)中又可明显观察到颗粒状的析出相,且

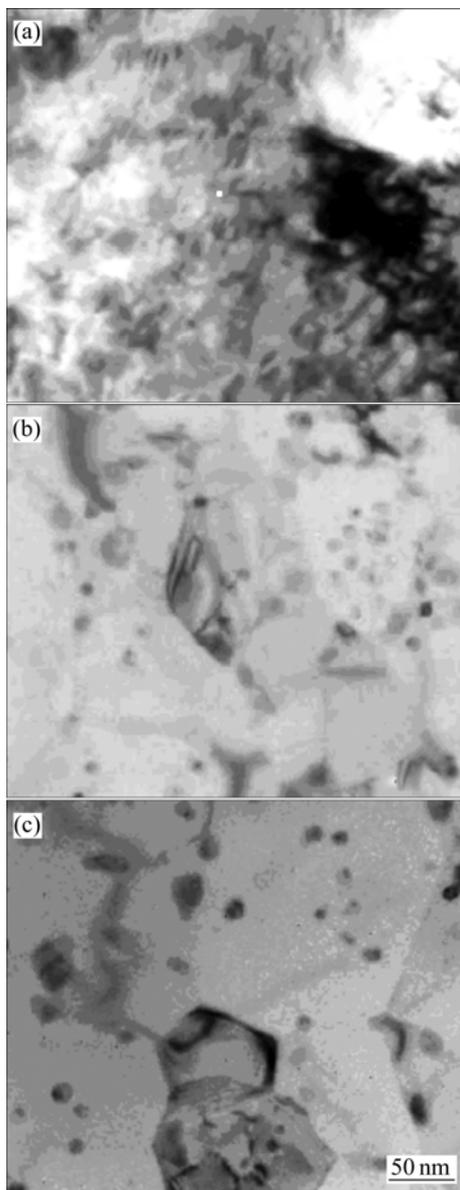


图 2 含 θ'' 相试样在 MAC 变形不同道次后的 TEM 像
Fig.2 TEM images of sample containing θ'' phase after different MAC deformations: (a) 10 passes ($\epsilon=4.0$); (b) 16 passes ($\epsilon=6.4$); (c) 22 passes ($\epsilon=8.8$)

图 2(b)与 2(c)中的析出相大小与数量没有明显的变化。

图 3(a)~(c)所示分别为含 θ'' 相试样在 MAC 变形不同道次后的 XRD 谱。从图 3 可观察到,含 θ'' 相试样在 MAC 变形 10 道次后析出相的衍射峰已经消失,但变形 16 道次与 22 道次后又出现明显的析出相衍射峰,22 道次后的析出相衍射峰比 16 道次时略有下降。上述实验结果说明,含 θ'' 相试样在继续变形过程中存在析出相的再析出,再析出相的形貌与 θ 平衡相的相同^[14-15]。

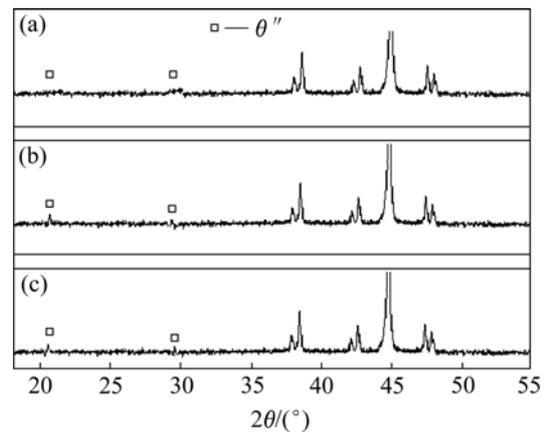


图 3 含 θ'' 相试样在 MAC 变形不同道次后的 XRD 谱

Fig.3 XRD patterns of samples containing θ'' phase after different MAC deformations: (a) 10 passes ($\epsilon=4.0$); (b) 16 passes ($\epsilon=6.4$); (c) 22 passes ($\epsilon=8.8$)

2.2 含 θ'' 相试样继续变形过程中的再析出

在实验中,含 θ'' 相试样强塑性变形继续进行过程中的再析出规律与含 θ'' 相试样的再析出规律相同。图 4 所示为含 θ'' 相试样在 MAC 变形不同道次后的 TEM 像。

从图 4(a)中可观察到,MAC 变形 8 道次后, θ' 相大部分回溶,在 TEM 像中可观察到极少量的针状析出相已破碎成小尺寸的颗粒状,此时针状析出相的边界轮廓仍明显。但变形 14 道次的试样,在与图 4(a)相同倍率的 TEM 像中没有观察到针状析出相的边界轮廓(图 4(b)),只观察到尺寸更小的颗粒状析出相。从图 4(c)和 4(d)中同样可明显观察到变形 22 道次和 30 道次后颗粒状的析出相,尺寸比变形 14 道次的更小,且图 4(c)与 4(d)中的析出相大小与数量没有明显变化。

图 5 所示为含 θ'' 相试样在 MAC 变形不同道次后的 XRD 谱。从图 5 可观察到,变形 8 道次后可以观察到析出相的衍射峰,变形 14 道次后已观察不到析出相的衍射峰。但在变形 22 道次和 30 道次后又出现明显的析出相衍射峰。变形 30 道次后的析出相衍射峰比

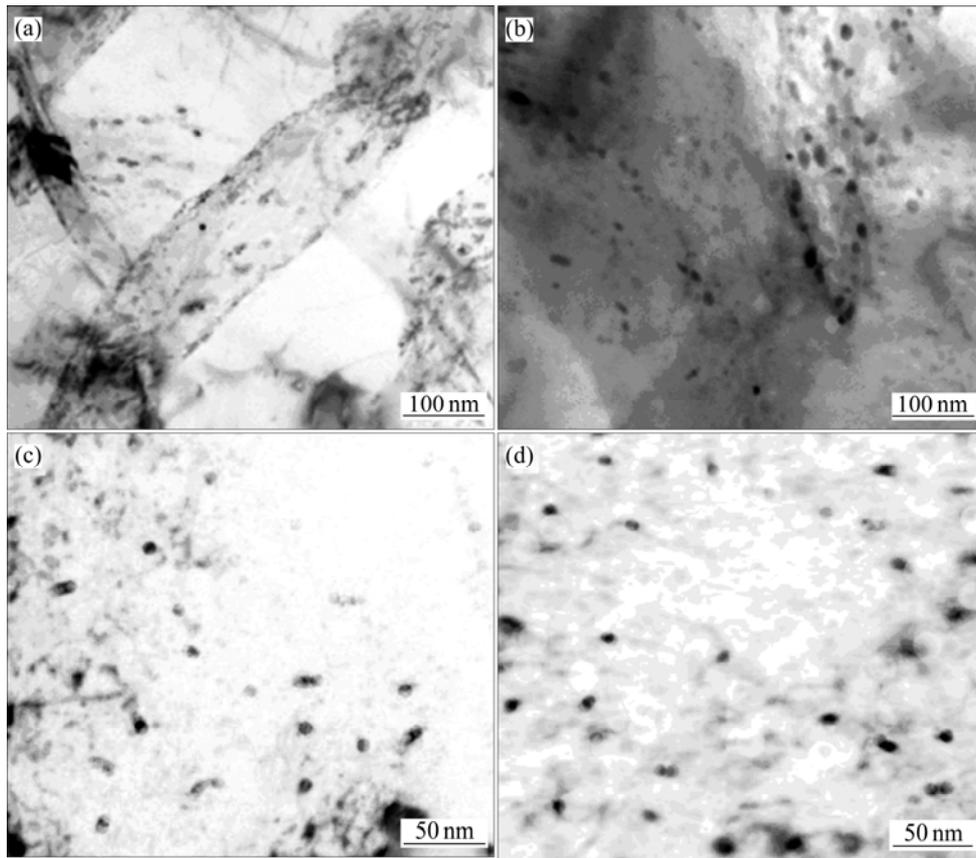


图 4 含 θ' 相试样在 MAC 变形不同道次后的 TEM 像

Fig.4 TEM images of sample containing θ' phase after different MAC deformations: (a) 8 passes ($\epsilon=3.2$); (b) 14 passes ($\epsilon=5.6$); (c) 22 passes ($\epsilon=8.8$); (d) 30 passes ($\epsilon=12$)

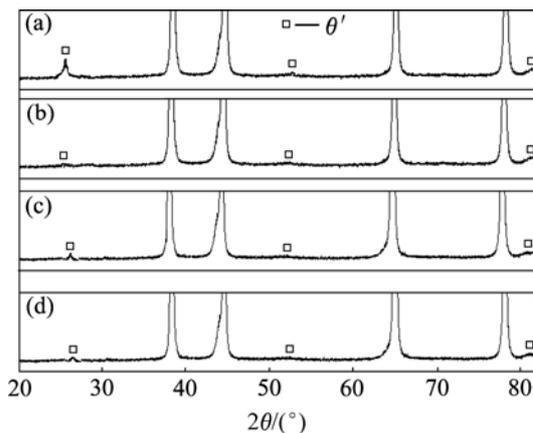


图 5 MAC 变形不同道次后 θ' 相样品的 XRD 谱

Fig.5 XRD patterns of samples containing θ' phase after different MAC deformations: (a) 8 passes ($\epsilon=3.2$); (b) 14 passes ($\epsilon=5.6$); (c) 22 passes ($\epsilon=8.8$); (d) 30 passes ($\epsilon=12$)

变形 22 道次后的略有下降。上述实验结果说明, 含 θ' 相试样在强塑性变形继续进行过程中有析出相的再析出存在, 再析出相的形貌与 θ 平衡相的相同^[14-15]。

2.3 含 θ 相试样继续变形过程中的再析出

图 6 所示为含 θ 相试样在 MAC 变形不同道次后的 TEM 像。从图 6 可观察到, 含 θ 相试样 MAC 变形 16 道次至 30 道次后都有颗粒状析出相存在。从图 6(a) 可观察到, 变形 16 道次后存在的析出相明显是回溶破碎后呈颗粒状的未溶 θ 相; 从图 6(b) 可观察到, 变形 22 道次后存在的析出相颗粒大小有明显区别: 较大颗粒的析出相特征与破碎后呈颗粒状的未溶 θ 相相同 (图中箭头所指), 小颗粒析出相具有与含 θ'' 相和 θ' 相试样在强塑性变形继续进行过程中的再析出相相同的特征; 而如图 6(c) 所示, 变形 30 道次后, 试样中出现细小的颗粒状析出相, 其形貌与图 6(b) 中的小颗粒析出相相同, 大颗粒为未溶的 θ 相。

图 7 所示为含 θ 相试样在 MAC 变形不同道次后的 XRD 谱。从图 7 可观察到, 含 θ 相试样在 MAC 变形 30 道次后(图 7(c))仍有析出相衍射峰, 变形 30 道次后的析出相衍射峰强度略高于变形 22 道次后(图 7(b))的析出相衍射峰强度。从上述实验结果可推断, 当强塑性变形诱导析出相回溶达到一定程度后, 即使原有

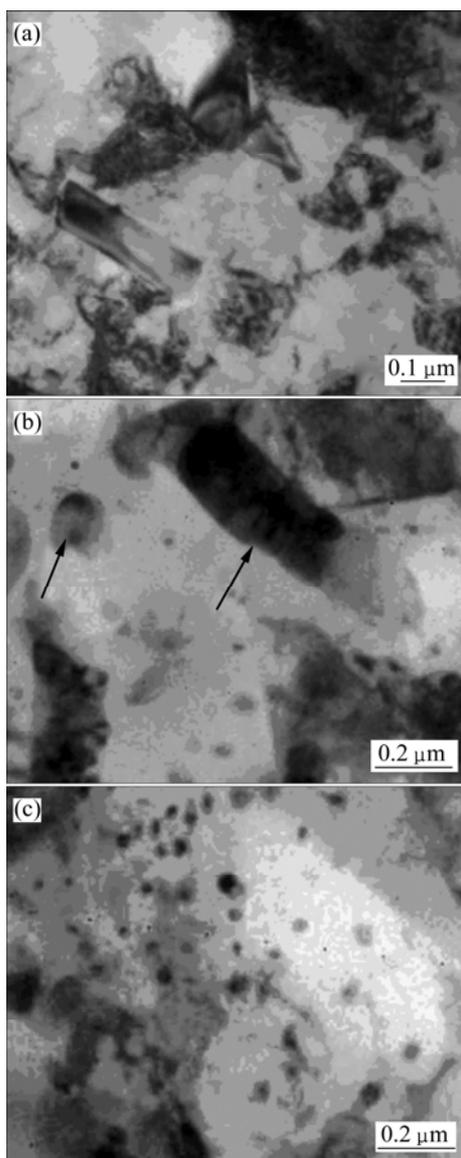


图6 含 θ 相试样在MAC变形不同道次后的TEM像

Fig.6 TEM images of sample containing θ phase after different MAC deformations: (a) 16 passes ($\epsilon=6.4$); (b) 22 passes ($\epsilon=8.8$); (c) 30 passes ($\epsilon=12$)

析出相没有完全溶解,继续进行强塑性变形时,也存在析出相的再析出,再析出的析出相形貌仍然与 θ 平衡相的相同。

3 讨论与分析

根据上述实验结果可发现:含析出相的Al-Cu合金在强塑性变形诱导析出相回溶后,如果变形继续进行,则存在再析出行为,析出相为非常细小的颗粒状形貌。由文献[15]可知,在Al-Cu合金的析出相中, θ''

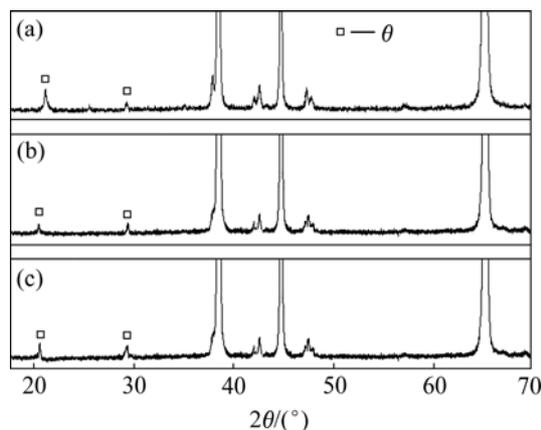


图7 含 θ 相试样在MAC变形不同道次后的XRD谱

Fig.7 XRD patterns of samples containing θ phase after different MAC deformations: (a) 16 passes ($\epsilon=6.4$); (b) 22 passes ($\epsilon=8.8$); (c) 30 passes ($\epsilon=12$)

相与基体是共格关系,其析出形态是平行分布; θ' 相与基体是半共格关系,其析出形态呈针状,只有平衡相 θ 与基体非共格,其形态为颗粒状。文献[9-10]在研究固溶处理形成的过饱和固溶体在强塑性变形中的演变时指出:强变形可诱导析出相析出,且析出相不是介稳相(θ'' 和 θ'),而是平衡相(θ),且只在晶界上析出。本文的实验结果与文献[9-10]一致,在位错密度高的地方和晶界上形核,如图2(b)、2(c),图4(c)、4(d)和图6(c)、6(d)所示。因此,含析出相的Al-Cu合金在强塑性变形诱导析出相回溶后,变形继续时存在再析出行为,再析出规律与过饱和固溶体在强塑性变形诱导下的析出规律相同。变形继续过程中的再析出顺序发生变化,过渡相 θ'' 和 θ' 在析出时受抑制,直接在高位错密度处和晶界上形核生成 θ 平衡相。变形过程中再析出现象产生后,析出的 θ 平衡相数量与大小几乎不随变形程度的增大而发生改变,从图2(b)与图2(c)、图4(c)与图4(d)的TEM像都可观察到相同的结果。

根据相变理论,相变的驱动力是各相的自由能,高自由能相自发向低自由能相转变。根据文献[15-16]对合金系的沉淀析出研究可知,成份为 x_0 的Al-Cu合金中过饱和固溶体时效处理时,可能同时存在下列3个反应:1) 沉淀序列:SSS \rightarrow θ 相;2) 沉淀序列:SSS \rightarrow GP区 \rightarrow θ'' 相 \rightarrow θ' 相 \rightarrow θ 相;3) 沉淀序列:SSS \rightarrow θ' 相 \rightarrow θ 相(SSS代表过饱和固溶体)。3种析出物也可能重新回溶于基体中,具体方式由时效处理过程中各相自由能曲线决定。第一个反应因所需的能量起伏和成分起伏都比较大,因此发生的几率较低;第二个反应是合金的主要反应;第三个反应也很常见。分析认

为, 强变形过程中, 由于形变能的储存及析出相破碎粒子造成的表面能的提高导致析出相的自由能提高, 当达到所需的临界能量以上时, 则出现回溶现象。由于析出相的回溶, 使基体重新出现过饱和, 导致合金在外界能量的作用下仍要发生溶质原子的偏聚及析出相的重新形核析出。含析出相的 Al-Cu 合金在强塑性变形诱导析出相回溶后, 变形继续过程中的再析出是由于强烈塑性变形使材料内部各相的原子间距变大^[17]、析出相产生大量位错^[18-19]和晶格畸变^[20], 从而使它们的畸变能剧增, 强变形诱导析出相回溶后形成有一定过饱和度的基体处于高能态, 因此发生再析出现象, 向自由能低的相态进行转变。再析出的驱动力是形变能。变形继续过程中的再析出发生时过渡相 θ'' 和 θ' 的析出受抑制, 直接在高位错密度处和晶界上形核生成 θ 平衡相。其原因是: 强塑性变形诱导析出相回溶后形成的过饱和固溶体在继续变形过程中的再析出是在低温、高应力状态下进行, 此时已经产生严重晶格畸变的母相内部无法自发产生溶质原子偏集, 生成具有共格和半共格关系的 GP 区和过渡相; 由于过渡相与基体的界面关系会引起母相内的应变能进一步增大, 导致自由能变高, 使过渡相析出不能自发进行; 在晶界形成与母相没有共格关系的平衡相有利于减少母相内的应变, 降低自由能, 因此, 基本上不存在应变的平衡相, 可以直接在晶界上自发析出。

从已有的研究可知, 强塑性形变能导致析出相的回溶, 同时对析出相回溶后形成的过饱和固溶体又有促进脱溶的作用。因此, 当析出物被碎化到一定尺寸, 产生回溶后, 基体过饱和度增大。当大到一定值时, 在进一步的强变形下发生脱溶, 形成稳定相的颗粒。因新析出的稳定相颗粒都很细小, 在随后的强塑性变形中, 由于强大的剪切应力使稳定相产生晶格应变而显著增大其自由能, 当其自由能高于基体自由能后, 促使这些颗粒再次回溶。如果试样中所含的析出相是过渡相, 强变形过程中一旦出现了过渡相的回溶, 以后的继续变形中, 将存在以下过程: 一是原有过渡相的不断回溶; 二是过渡相的回溶使基体达到一定的过饱和度后, 出现强变形诱导平衡相的析出; 三是继续强变形导致再析出的平衡相自由能高于基体自由能后, 平衡相回溶于基体。可见, 在继续变形中存在再析出产生的平衡相析出、溶解的动态过程。因此, 出现变形过程中再析出 θ 平衡相数量与颗粒大小几乎不随变形程度的增大而发生改变。

综上所述, Al-Cu 合金在强变形诱导析出相回溶后, 所形成的过饱和固溶体在强塑性变形继续进行

存在再析出, 其再析出相为稳定相 θ 。这是因为在基体点阵产生了强烈畸变的情况下, 析出共格或半共格的介稳相(GP 区、 θ'' 相和 θ' 相)将导致析出相的点阵发生畸变, 使整个系统内的体积和表面应变能都升高, 甚至超过介稳相的形成驱动力, 因而介稳相析出速度低于稳定相的析出速度, 只有颗粒状稳定相在位错多的地方和晶界上析出。

4 结论

- 1) 经强塑性变形诱导, Al-Cu 合金中的析出相回溶形成的过饱和固溶体, 在继续变形过程中, 当变形量增大到一定程度后过饱和固溶体将分解析出析出相。
- 2) 过饱和固溶体在继续变形过程中的析出相析出顺序与常规态过饱和固溶体的不同, 过渡相析出被抑制, 直接析出稳定相。
- 3) 新析出的稳定相存在回溶和再析出过程。

REFERENCES

- [1] CHERUKURI B, SRINIVASAN R. Properties of AA6061 processed by multi-axial compressions/forging (MAC/F)[J]. *Materials and Manufacturing Processes*, 2006, 21(5/6): 512-518.
- [2] FURUKAWA M, HORITA Z, ZHILYAEV A P, LANGDON T G. Developing ultrafine-grained microstructures through the use of severe plastic deformation[J]. *Mater Sci Forum*, 2003, 426/432(3): 2631-2636.
- [3] GAO N, STARINK M J, FURUKAWA M, HORITA Z. Evolution of microstructure and precipitation in heat-treatable aluminium alloys during ECA pressing and subsequent heat treatment[J]. *Mater Sci Forum*, 2006, 503/504: 275-280.
- [4] VALIEV R Z, LANGDON T G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement[J]. *Progress in Materials Science*, 2006, 51: 881-981.
- [5] MAO J, KANG S B, PARK J O. Grain refinement, thermal stability and tensile properties of 2024 aluminum alloy after equal-channel angular pressing[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2005, 159: 314-320.
- [6] GUBICZA J, SCHILLER I, CHINH N Q, ILLY J, HORITA Z, LANGDON T G. The effect of severe plastic deformation on precipitation in supersaturated Al-Zn-Mg alloys[J]. *Mater Sci Eng A*, 2007, 460/461: 77-85.
- [7] XU X C, LIU Z Y, LI Y T, DANG P, ZENG S M. Evolution of precipitates of Al-Cu alloy during equal-channel angular pressing at room temperature[J]. *Trans Nonferrous Met Society China*, 2008, 18(5): 1047-1052.
- [8] MURAYAMA M, HORITA Z, HONO K. Microstructure of

- two-phase Al-1.7at% Cu Alloy deformed by equal-channel angular pressing[J]. *Acta Mater*, 2001, 49(1): 21–29.
- [9] KANG S B, LIM C Y, KIM H W, MAO J F. Microstructure evolution and hardening behavior of 2024 aluminum alloy processed by severe plastic deformation[J]. *Materials Science Forum*, 2002, 396/402(2): 1163–1168.
- [10] XU Y, UMEMOTO M, TSUCHIYA K. Comparison of the characteristics of nanocrystalline ferrite in Fe-0.89C steels with pearlite and spheroidite structure produce by ball milling[J]. *Mater Trans*, 2002, 43(9): 2205–2212.
- [11] ZHENG L J, LI H X, HASHMI M F, CHEN C Q, ZHANG Y, ZENG M G. Evolution of microstructure and strengthening of 7050 Al alloy by ECAP combined with heat-treatment[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2006, 171: 100–107.
- [12] 许晓嫦, 刘志义, 张 坤, 郑青春, 叶呈武. 强变形诱导析出相回归后的再时效行为[J]. *中国有色金属学报*, 2004, 14(5): 759–769.
- XU Xiao-chang, LIU Zhi-yi, ZHANG Kun, ZHENG Qing-chun, YE Cheng-wu. Re-ageing behavior of retrogressive precipitated phase caused by severe plastic deformation[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2004, 14(5): 759–769.
- [13] 许晓嫦, 刘志义, 党 朋, 谭曼玲. 室温强塑性变形下回溶和再析出的机理研究[J]. *材料科学与工艺*, 2005, 13(2): 178–181.
- XU Xiao-chang, LIU Zhi-yi, DANG Peng, TAN Man-ling. Mechanism of re-dissolution and re-precipitation of second phases in Al-Zn-Mg-Cu alloy under severe plastic deformation[J]. *Materials Science and Technology*, 2005, 13(2): 178–182.
- [14] NOBUHIRO T, TAKU I, MASAHIDE S, SHINJI F, YORITOSHI M. Aging behavior of ultrafine grained Al-2%Cu alloy severely deformed by accumulative roll bonding[J]. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2004, 5: 173–180.
- [15] 郑子樵. 材料科学基础[M]. 长沙: 中南大学出版社, 2005: 403–406.
- ZHENG Zi-qiao. *Fundamental of material science*[M]. Changsha: Central South University Press, 2005: 403–406.
- [16] 西泽泰二. 微观组织热力学[M]. 郝士明, 译. 北京: 化学工业出版社, 2006.
- NISHIZAWA T. *Microstructure thermodynamics*[M]. HAO Shi-ming, transl. Beijing: Chemical Industry Press, 2006.
- [17] ALEXANDROV I V, ZHANG K, KILMAMETOV A R, LU K, VALIEV R Z. The X-ray characterization of the ultrafine-grained Cu processed by different methods of severe plastic deformation[J]. *Mater Sci Eng A*, 1997, 234/236(8): 331–334.
- [18] FATAY D, ASTARASH E, NYILAS K, DOBATKIN S, GUBICZA J, UNGAR T. X-ray diffraction study on the microstructure of an Al-Mg-Sc-Zr alloy deformed by high-pressure torsion[J]. *Materials Research and Advanced Techniques*, 2003, 94(7): 842–847.
- [19] CUI Qi, OHORI Koichi. Grain refinement of a 6061 aluminum alloy by asymmetric warm-rolling[J]. *Light Metals*, 2002, 52(4): 185–189. (in Japanese)
- [20] HORITA Z, FUJINAMI T, NEMOTO M, LANGDON T G. Improvement of mechanical properties for Al alloy using equal-channel angular pressing[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, 117(3): 288–292.

(编辑 李向群)