

钴含量对电沉积纳米晶镍钴合金组织与力学性能的影响

许伟长¹, 戴品强^{1,2}, 郑耀东¹

(1. 福州大学 材料科学与工程学院, 福州 350108;

2. 福建工程学院 材料科学与工程系, 福州 350108)

摘 要: 采用脉冲电沉积技术制备钴含量在 2.4%~59.3%范围内的镍钴合金。利用 XRD 与 TEM 技术对纳米晶镍钴合金的组织结构进行表征。结果表明: 所有成分的纳米晶镍钴合金均为面心立方结构的单相固溶体, 平均晶粒尺寸为 11~24 nm, 且平均晶粒尺寸随钴含量的增加而减小, 镍钴合金镀态下 TEM 组织中观察到的晶粒尺寸与 XRD 测量结果一致; 纳米晶镍钴合金抗拉强度为 1 300~1 650 MPa, 断裂伸长率为 10.5%~14.5%, 镍钴合金的抗拉强度与断裂伸长率均随钴含量的增加而提高; 随着钴含量的不断增加, 镍钴合金在单向拉伸过程中的应力诱发晶粒长大被逐渐抑制, 提高加工硬化率, 塑性失稳被延迟, 从而提高塑性。

关键词: 镍钴合金; 纳米晶; 力学性能; 晶粒长大; 变形机制

中图分类号: TG 174.441

文献标识码: A

Effect of Co content on structures and mechanical properties of electrodeposited nanocrystalline Ni-Co alloys

XU Wei-chang¹, DAI Pin-qiang^{1,2}, ZHENG Yao-dong¹

(1. College of Materials Science and Engineering, Fuzhou University, Fuzhou 350108, China;

2. Department of Materials Science and Engineering, College of Fujian Engineering, Fuzhou 350108, China)

Abstract: Ni-Co alloys with Co content varying from 2.4% to 59.3% were prepared by pulse electrodeposition nanocrystalline. The microstructures of the nanocrystalline Ni-Co alloys were characterized by XRD and TEM. The analysis of XRD indicates that nanocrystalline Ni-Co alloys are all face-centered cubic structure, single-phase solid solution with an average grain size in the range of 11–24 nm, and the average grain size decreases with increasing Co content. The grain size observed in the TEM structures of as-deposited Ni-Co alloys is consistent with that measured by XRD. For nanocrystalline Ni-Co alloys, the ultimate tension strength is in the range of 1 300–1 650 MPa and the elongation to failure is in the range of 10.5%–14.5%. Both the ultimate tension strength and the elongation to failure increase with increasing Co content. With increasing Co content, the grain growth in the process of tension deformation is gradually suppressed leading to improved work hardening rate and delayed plasticity instability, which aids to obtain enhanced ductility.

Key words: Ni-Co alloy; nanocrystalline; mechanical property; grain growth; deformation mechanism

纳米晶金属材料具有非常高的强度, 但是其拉伸伸长率通常只有 5%左右^[1-5], 远远不及同类粗晶材料。提高纳米晶金属材料的塑性, 使之能够成为理想的工程材料, 是近年来该领域研究的热点。在具备高强度

的同时兼备高塑性(断裂伸长率在 10%以上)对于纳米晶金属材料是可能的。但是, 目前还仅限于少数的几种纳米晶金属材料中, 如电沉积获得的具有纳米尺度孪晶的超细晶铜^[6]、由铜粉真空加压固体化得到的

基金项目: 福建省自然科学基金资助项目(E0810006); 福州大学创新计划资助项目

收稿日期: 2009-03-09; 修订日期: 2009-08-25

通信作者: 戴品强, 教授, 博士; 电话: 0591-83376719; E-mail: pqdai@126.com

纳米晶铜^[7]和通过等径角挤压、冷轧、低温退火等工序后获得的双晶粒尺寸分布的纳米晶铜^[8]。MA 等^[9]提出提高加工硬化率($d\sigma/d\varepsilon$),抑制塑性失稳(使 $d\sigma/d\varepsilon > \sigma$)是提高纳米晶金属材料拉伸塑性的根本途径。而这种观点也在上述3种高塑性纳米晶纯金属材料中得到证实。

近十年来,纳米晶材料的塑性研究集中在纯金属,而对合金的塑性研究相对较少。通常纳米晶合金,如 Ni-Fe^[10-11]与 Ni-Co^[12]合金,较纯金属显示出更高的强度,同时伸长率有所下降。但这样的研究几乎都只关注某一成分的合金的性能,因而目前对于纳米晶合金体系中化学成分与力学性能的关系了解还甚少,对纳米晶合金塑性变形微观机制的探索也有待深入。本文作者以纳米晶镍钴合金为对象,研究钴含量对拉伸强度和塑性的影响,并通过 XRD、TEM 等测试手段分析合金塑性变形前后微观组织的变化,揭示纳米晶合金塑性变形的微观机制。

1 实验

采用方波脉冲电沉积技术制备晶粒尺寸为纳米尺度的二元镍钴合金。所使用的镀液的基本组成包括氨基磺酸镍、氨基磺酸钴、氯化钴、氯化镍、硼酸、十二烷基硫酸钠和糖精。通过调整镀液中的 $[\text{Ni}^{2+}]$ 与 $[\text{Co}^{2+}]$ 之比改变镍钴合金中的钴含量。电沉积工艺如下:平均电流密度 10 A/dm^2 , 占空比 50%, 导通时间 50 ms, 镀液的 pH 3.5, 镀液温度 60°C , 沉积过程始终采用磁力搅拌。阳极选用高纯低硫镍板(纯度 $> 99.9\%$), 阴极选用电解抛光的不锈钢片, 浸液阴阳极面积比为 1:4。电沉积过程中使用氨基磺酸溶液和碱式碳酸镍溶液稳定镀液的 pH 值。沉积 3 h 后, 制备的镍钴合金镀层厚度为 $180\sim 200 \mu\text{m}$, 采用机械法剥离镀层。

采用荷兰 Philips-FEI 公司生产的 XL30ESEM-TMP 型环境扫描电镜自带的能谱仪测量镍钴合金的成分。采用日本岛津的 XD-SA 型 X 射线衍射仪分析镍钴合金镀层的微观结构, 衍射条件为铜靶, 运用 Jade 5.0 软件根据 XRD 谱计算晶粒尺寸, 计算前采用经退火处理的标准粗晶硅样品的 XRD 谱扣除衍射仪的仪器宽化。用线切割机从镍钴合金镀层上切割拉伸试样。试样标距区长 10 mm , 宽 6 mm , 厚 $180\sim 200 \mu\text{m}$ 。在微机控制的电子万能试验机(CMT-6104)上进行室温下的单向拉伸试验, 应变速率为 10^{-3} s^{-1} 。采用上述的环境扫描电镜观察拉伸断口形貌。采用 Tecnai G2 F20 型场发射透射电镜对镍钴合金的微观组织进行观察,

电子加速电压为 200 kV 。透镜样品采用双喷电解仪进行减薄, 所用的电解液为 15 mL 高氯酸+ 285 mL 乙醇溶液, 电解电压为 50 V , 电解温度为 $-20\sim -30^\circ\text{C}$ 。利用 TEM 暗场像并结合绘图软件 Photoshop 7.0 统计晶粒尺寸分布。

2 结果与分析

2.1 镍钴合金的组织结构

所研究的镍钴合金成分如下: Ni-2.4%Co、Ni-5.7%Co、Ni-10.6%Co、Ni-15.4%Co、Ni-32.0%Co、Ni-49.4%Co、Ni-59.3%Co(质量分数)。

图1所示为不同成分电沉积镍钴合金的 XRD 谱。从图1中可以看出, 7种成分镍钴合金的衍射峰均为类似纯镍的射线峰, 并未观察到其他相的衍射峰, 说明 Co 原子只是以置换固溶的形式进入 Ni 原子的晶格点阵中形成单相固溶体。从图1中还可观察到随着钴含量的逐渐增加, (111)晶面的衍射峰逐渐增强, 同时 (200)晶面的衍射峰逐渐减弱, 高钴含量合金的 XRD 分布与标准 Ni(无织构镍)的 XRD 分布非常接近, 表明随着钴含量的升高, 合金组织将趋近于理想的无织构单相固溶体。同时, XRD 谱上还观察到随着钴含量的增加, (111)和(200)峰逐渐宽化, 表明晶粒尺寸随钴含量的增加逐渐减小。

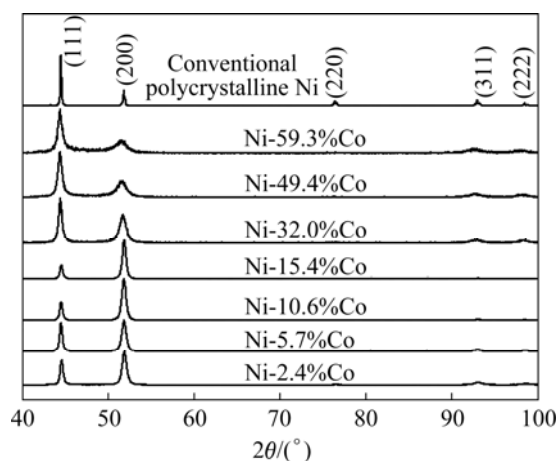


图1 不同钴含量镍钴合金的 XRD 谱

Fig.1 XRD patterns of Ni-Co alloys with various Co contents

图2所示为电沉积镍钴合金晶粒尺寸随钴含量的变化曲线。从图2中可见, 电沉积镍钴合金的平均晶粒尺寸为纳米尺度, 位于 $11\sim 24 \text{ nm}$ 之间, 且随钴含量的增加而单调地减小。这种晶粒尺寸强烈地依赖于

合金成分的规律,也同样地存在于其他的电沉积合金系中,如 Ni-P^[13], Ni-W^[14], Ni-Fe^[15]等。在热力学方面,纳米合金的结构稳定性通常可用 Gibbs 自由能 G 的变化量 dG 来表示:

$$dG = \gamma dA \quad (1)$$

式中: A 为晶界面积, γ 为晶界能。对于纯金属 γ 为正值,所以纳米晶粒具有自发长大,减小 A 以达到最低能量的倾向。对于二元合金, γ 可表示为^[14]

$$\gamma = \gamma_0 - \Gamma(G_{\text{seg}} + RT \ln X) \quad (2)$$

式中: γ_0 为纯金属的晶界能, Γ 为晶界上溶质的过剩含量, G_{seg} 为偏聚能, R 为理想气体常数, T 为温度, X 为合金中溶质的含量。对于本研究的 Ni-Co 合金,由于沉积工艺完全相同,Co 含量对 Ni-Co 合金晶粒尺寸的影响可通过式(2)加以讨论。由于室温下 Ni、Co 原子之间可以完全互溶, Co 原子的晶界偏聚较小,可忽略。这样, Γ 、 G_{seg} 为常数,纯镍的 γ_0 为常数,则室温下 γ 随溶质 Co 含量 X 的增加而减小。因此,与纯镍相比,镍钴合金中钴含量越高,具有的 γ 越低,室温允许越大的 A 介稳存在,即允许越细小的晶粒尺寸介稳地存在于室温。

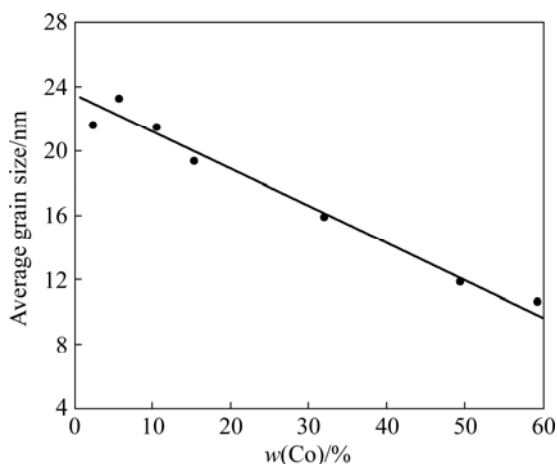


图2 镍钴合金平均晶粒尺寸随钴含量的变化

Fig.2 Average grain size as function of Co content in Ni-Co alloys

图 3(a)、(b)、(c)所示分别为 Ni-15.4%Co、Ni-32.0%Co、Ni-59.3%Co 在镀态下的 TEM 明场像。从图 3 中可观察到,随着合金中钴含量的增加,晶粒尺寸减小,这与 XRD 的测量结果一致。图 3(a)、(b)、(c)右上角的选区电子衍射花样均呈现连续的环状,进一步证实了电沉积镍钴合金的晶粒为纳米晶。图 3(a)、(b)、(c)所示分别为以上 3 种纳米晶 Ni-Co 合金的晶

粒尺寸统计分布。对于 Ni-15.4%Co,图 3(a)显示的晶粒尺寸分布的下限为 10 nm,上限为 50 nm,晶粒百分数的峰值为 18 nm;对于 Ni-32.0%Co,图 3(b)显示的晶粒尺寸分布下限为 8 nm,上限为 42 nm,晶粒百分数的峰值为 14~16 nm;对于 Ni-59.3%Co,图 3(c)显示的晶粒尺寸分布下限为 6 nm,上限为 36 nm,晶粒百分数的峰值为 12 nm。由晶粒尺寸统计结果计算出的 Ni-15.4%Co、Ni-32.0%Co、Ni-59.3%Co 的平均晶粒尺寸分别为 21.6、17.3、14.3 nm,这些数值都稍微大于相同成分下本研究中采用 XRD 方法对晶粒尺寸的计算值(约 2~4 nm)。晶粒尺寸统计分布显示:随着合金中钴含量的增加,镍钴合金除了平均晶粒尺寸减小外,晶粒尺寸的分布范围也在缩小,钴含量越高,获得的晶粒尺寸越接近于一致。

2.2 纳米晶镍钴合金的力学性能

图 4 所示为电沉积纳米晶镍钴合金的工程应力—应变曲线及合金中钴含量对抗拉强度与断裂伸长率的影响。在每种镍钴合金成分下进行至少 3 次的拉伸实验,取不同成分下断裂伸长率最高的两条曲线作为无缺陷纳米晶镍钴合金的本征力学性能。图 4(a)所示为不同成分时断裂伸长率最高的拉伸曲线。从图 4(a)中可见,在本研究的钴含量范围内,纳米晶镍钴合金均表现出高强度并兼具良好的塑性,强度在 1 300~1 650 MPa 之间,断裂伸长率均在 10%以上。所有成分的镍钴合金的拉伸曲线上均出现 3 个明显的特征阶段:1) 在屈服之后出现明显的加工硬化;2) 加工硬化随应变的增加而减小,在曲线上出现大约应变量为 1%~2% 的恒定流变应力下的塑性变形;3) 均在出现塑性失稳 ($d\sigma/d\varepsilon < \sigma$) 后发生断裂,塑性失稳应变量为 2%~3%。根据文献[6, 10~11]中报道的无缺陷的纳米晶金属材料的拉伸曲线,这些曲线上均出现上述 3 个特征,据此可以排除纳米晶材料因制备工艺引入的缺陷造成的对本征力学性能的掩盖,因此本实验中制备的纳米晶镍钴合金可认为是无缺陷的。图 4(b)所示为纳米晶镍钴合金抗拉强度随钴含量的变化曲线。从图 4(b)可见,对于本研究的纳米晶镍钴合金,当钴含量低于 15.4% 时,抗拉强度随合金钴含量的增加而增加;当钴含量在 15.4%~59.3% 范围内时,抗拉强度几乎不随钴含量的增加而变化,保持在 1.550 GPa 左右。图 4(c)所示为纳米晶镍钴合金断裂伸长率随钴含量的变化曲线。从图 4(c)可见,当钴含量低于 15.4% 时,断裂伸长率几乎保持在 11% 左右;当钴含量超过 15.4% 并增加至

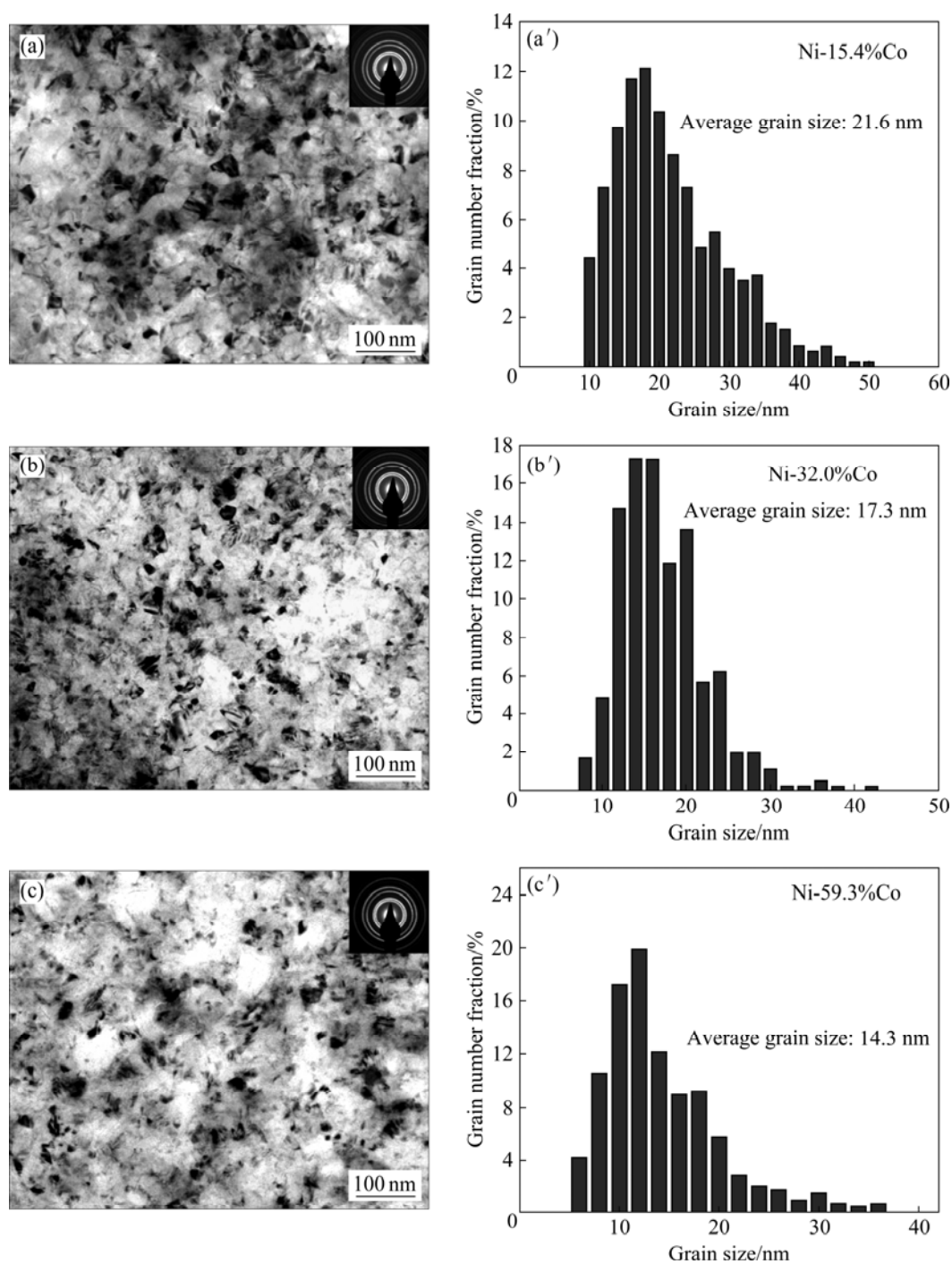


图 3 镀态纳米晶 Ni-Co 合金的 TEM 明场像和晶粒尺寸统计分布

Fig.3 TEM bright field images for as-deposited Ni-15.4%Co (a), Ni-32.0%Co (b), Ni-59.3%Co (c) and statistical distribution of grain size for Ni-15.4%Co (a'), Ni-32.0%Co (b') and Ni-59.3%Co (c')

59.3%时, 断裂伸长率增加并保持在 14.5%左右, 表现出中、高钴含量合金的塑性明显地高于低钴含量合金的塑性。

2.3 纳米晶镍钴合金拉伸断口表面形貌

图 5 所示为纳米晶镍钴合金拉伸断口的 SEM 形

貌。由图 5 可见, 随着合金中钴含量的增加, 韧窝尺寸由大变小, 由深变浅。韧窝尺寸与晶粒尺寸有关, 随晶粒尺寸减小而减小^[16]。纳米晶在尺寸上存在临界值, 当晶粒尺寸减小至临界值之下, 变形机制由“晶界发射不全位错”方式转变为“晶界滑移”方式^[17]。LI 等^[11]在临界尺寸以下的 Ni-Fe 合金中观察到一种平

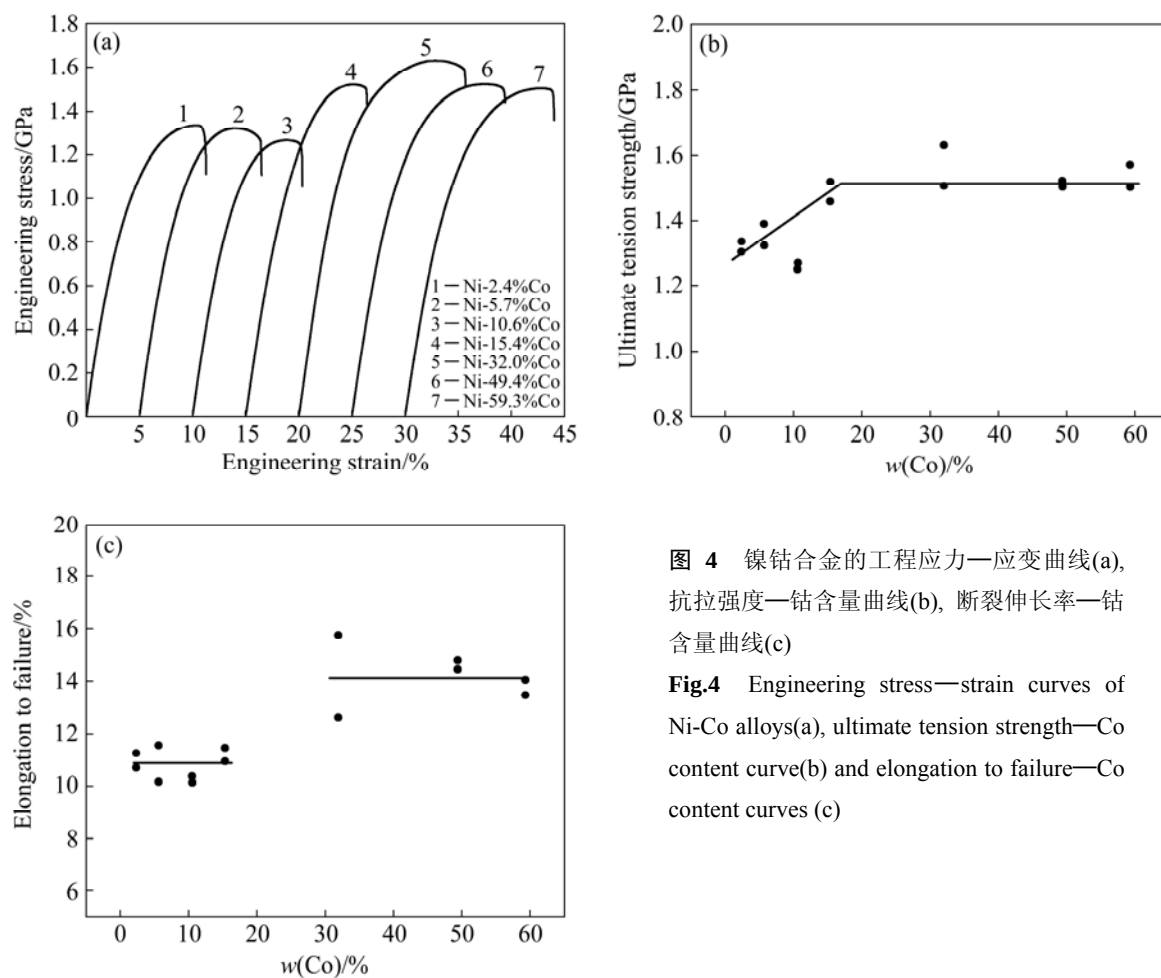


图 4 镍钴合金的工程应力—应变曲线(a), 抗拉强度—钴含量曲线(b), 断裂伸长率—钴含量曲线(c)

Fig.4 Engineering stress—strain curves of Ni-Co alloys(a), ultimate tensile strength—Co content curve(b) and elongation to failure—Co content curves (c)

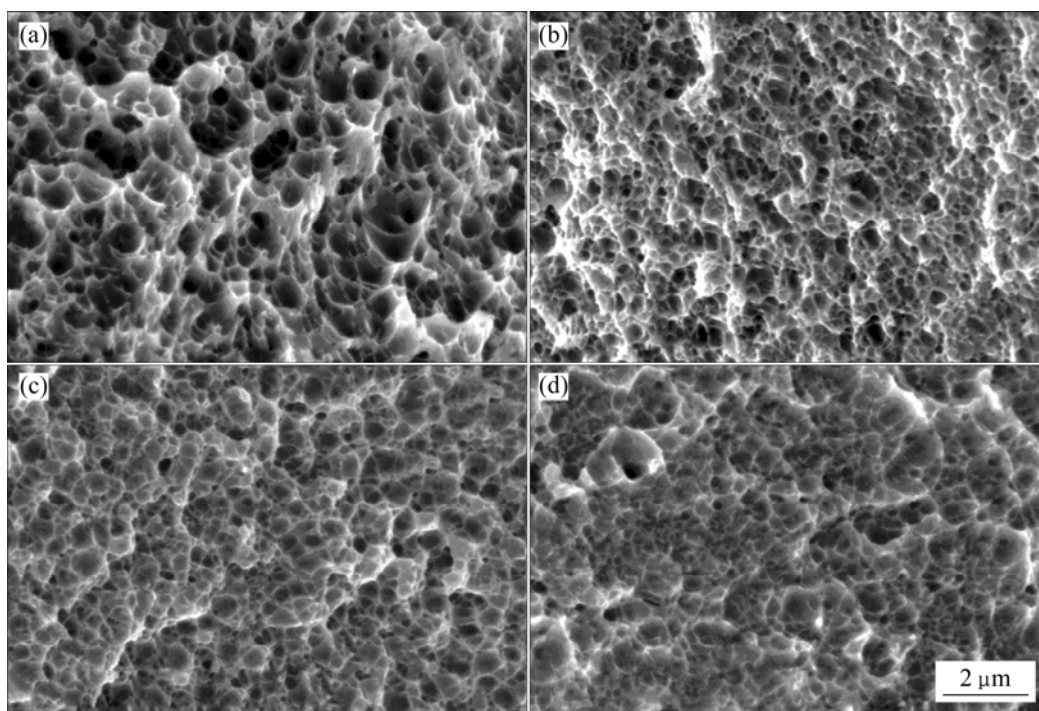


图 5 纳米晶镍钴合金拉伸断口的 SEM 形貌

Fig.5 SEM images of tension fracture: (a) Ni-2.4%Co; (b) Ni-15.4%Co; (c) Ni-32.0%Co; (d) Ni-59.3%Co

坦的韧窝, 深度非常浅。对于镍钴纳米金属的临界晶粒尺寸无确切的报道。因此, 从不同晶粒尺寸镍钴合金韧窝深浅来看, 本研究的纳米镍钴合金在钴含量增加晶粒尺寸减小的时候晶粒尺寸可能经过临界值, 特别是对于晶粒尺寸为 11 nm 的 Ni-59.3%Co 合金, 晶粒尺寸可能位于临界值以下。

2.4 纳米晶镍钴合金拉伸断口附近的 TEM 组织

图 6 所示为纳米晶 Ni-15.4%Co 与 Ni-59.3%Co 合金在拉伸断口附近的 TEM 明场像。从图 6(a)可见, 在 Ni-15.4%Co 合金拉伸断口 TEM 组织中, 40~50 nm 的晶粒占了相当大的比例, 组织中甚至还能观察到一些尺寸为 70~80 nm 的晶粒, 明显大于镀态的晶粒尺寸(见图 3(a))。这表明拉伸变形中许多晶粒在应力作用下发生了显著的长大, 小晶粒通过转动、晶界迁移合并成为大晶粒。由图 6(b)可见, 在 Ni-59.3%Co 合金拉伸断口附近的 TEM 组织中, 几乎没有观察到尺寸超过 30 nm 的晶粒。相比于该合金镀态下的组织(图 3(c)), 断口附近的组织与镀态下的差别仅在断口处 20~30 nm 的晶粒数量明显地增多了, 这表明在拉伸过程中,

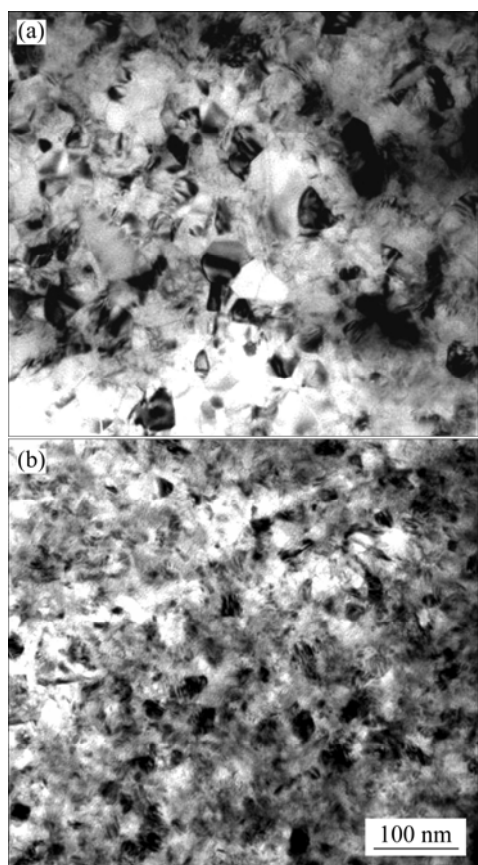


图 6 拉伸断口附近的 TEM 明场像

Fig.6 TEM bright field images of tension fracture: (a) Ni-15.4%Co; (b) Ni-59.3%Co

10 nm 左右的小晶粒发生了长大, 但也只是长大至 20~30 nm。对比图 6(a)和 6(b)可以看出, 高钴含量的纳米晶镍钴合金在应力作用下抵抗晶粒长大的能力明显地高于低钴含量的纳米晶镍钴合金。

2.5 分析与讨论

分子动力学模拟预测, 对于纳米晶纯金属, 在拉伸应力作用下发生显著的应力诱发晶粒长大^[18-19]。在单向拉伸^[20]或压缩^[21]、高压扭转(High pressure torsion)^[22]、压痕(Indentation)^[23]等受力状态下的纳米晶金属的 TEM 组织中, 均证实纳米晶金属中存在应力诱发晶粒长大, 而且受力过程中的晶粒长大与热扩散无关^[23]。但是, 对于纳米晶金属在拉伸应力状态下导致晶粒长大对塑性的影响一直未被关注。

纳米晶金属因组织中具有细小且近似完整晶体结构的晶粒, 在应力作用下发生晶界滑移、迁移或位错先在晶界处形核然后晶界以发射不全位错的方式协调塑性变形^[17, 24]。晶界上不全位错的形核、发射所需的应力相对于粗晶材料晶内全位错滑移要高得多。因此, 纳米晶金属材料具有较高的流变应力。但是, 如果晶粒从几十纳米长大至几百纳米, 以晶界滑移、晶界发射不全位错为主的塑性变形方式将可能转变为以晶内全位错滑移、增殖(如 Frank-Read 源)为主导, 由此将导致塑性变形阶段加工硬化率降低, 增大塑性失稳的可能性, 降低塑性。而这在一些分子动力学模拟和试验方面都已有相关的报道。例如, SCHIOTZ 等^[17]模拟的 4~50 nm 纳米晶 Cu 的拉伸曲线, 当应变进行到塑性阶段时, 曲线上流变应力随应变的增加而减小, 表现出塑性失稳, 而该阶段在 FARKAS 等^[18]的模拟过程中正对应着应力作用下晶粒的长大过程。ZHANG 等^[23]在进行纳米压痕实验时, 发现纳米铜的硬度随加载时间呈线性减小关系, 原因在于压头附近的纳米晶组织在加载过程中发生了显著的晶粒长大。这些发现支持应力诱发晶粒长大将导致纳米晶材料失去原先的高硬度、高强度性能的论点。

对于低钴含量的纳米晶 Ni-15.4%Co 合金, 在拉伸过程中发生了晶粒长大, 主要是 20 nm 左右的晶粒长大至 50~60 nm, 晶粒长大的程度较为明显, 但晶粒长大的幅度相对于纯金属在纳米压痕、高压扭转受力状态下要小得多(这两种情况下长大的晶粒尺寸最大可达几百纳米)^[22-23]。这可能有两个方面的原因: 1) 拉伸状态下的应力要明显地低于纳米压痕和高压扭转状态下的应力; 2) 纳米晶 Ni-15.4%Co 合金中含有一定量的 Co 原子, 微观晶界结构不同于纯金属中的情况, 因而应力状态下晶界的滑移、迁移性质也将发生改变。

采用分子动力学模拟纳米尺度双相 Al-Pb 合金塑性变形过程中,发现 Pb 原子偏聚在晶界上可以强烈地抑制应力诱发晶粒长大^[25]。而且, SORE 等^[26]分别对比了超细晶纯 Al 和超细晶 Al-Mg 合金在原位拉伸前后的 TEM 组织变化,发现溶质 Mg 原子具有钉扎位错、阻碍晶界迁移的作用,抑制了应力作用下晶粒的长大。根据这些结果可知, Ni-15.4%Co 合金中 Co 原子可能起到类似的作用,对于 Co 原子在组织中的分布及对晶界结构的影响有待进一步研究。

对于本研究中高钴含量的纳米晶 Ni-59.3%Co 合金,拉伸断口处的 TEM 组织表明拉伸过程中也存在着晶粒长大,但仅仅是镀态组织中 10 nm 左右的晶粒长大到 20~30 nm,相对于低钴的 Ni-15.4%Co 合金,拉伸应力状态下晶粒长大的程度要小得多。这表明在本研究中仅获得单相固溶体的钴含量范围内,随着钴含量的增加,变形过程中抑制应力诱发晶粒长大的能力增强。结合 2.2 节中的拉伸数据,表明随着钴含量的增加,应力诱发晶粒长大逐渐被抑制,塑性失稳被延迟,从而纳米晶中、高钴合金获得的塑性明显地高于纳米晶低钴合金,中、高钴合金的断裂伸长率高达 14.5%,比低钴合金高 3%。

在本研究中获得单相固溶体的钴含量范围内,钴含量的增加将造成晶粒尺寸减小、变形机制转变,造成微观晶界结构发生改变,同时也造成固溶 Co 原子对晶界的钉扎作用、不全位错运动等方面产生不同影响。这些都有待于进一步的研究。但是,从纯金属的动力学模拟和纳米压痕等实验结果来看,晶粒尺寸对应力诱发晶粒长大的倾向无明显的影响。在几纳米的小晶粒和几十纳米的大晶粒中都可观察到应力诱发晶粒长大^[17-19, 23],因此,虽然 2.3 节中提到在 11 nm 的晶粒中可能存在变形机制的转变,但这不影响纳米晶粒在应力作用下的长大。

综上所述可知,增加固溶合金含量能够阻碍纳米晶金属在应力作用下的晶粒长大,推迟塑性失稳,从而显著地提高纳米晶金属的塑性。

3 结论

1) 在氨基磺酸盐体系中,通过脉冲电沉积制备出平均晶粒尺寸为 11~24 nm、钴含量范围为 2.4%~59.3% 的纳米晶镍钴合金。镍钴合金的平均晶粒尺寸随钴含量的增加而减小。

2) 纳米晶镍钴合金的强度、塑性均随钴含量的增加而增加,抗拉强度范围为 1 300~1 650 MPa,断裂伸

长率范围为 10.5%~14.5%。

3) 随着钴含量不断增加,镍钴合金的晶粒在单向拉伸过程中的应力诱发晶粒长大被逐渐抑制,加工硬化率提高,塑性失稳被延迟,从而获得高塑性。

REFERENCES

- [1] WANG N, WANG Z, AUST K T, ERB U. Room temperature creep behavior of nanocrystalline nickel produced by an electrodeposition technique[J]. *Mater Sci Eng A*, 1997, 237(2): 150-158.
- [2] DALLA T F, van SWYGENHOVEN H, VICTORIA M. Nanocrystalline electrodeposited Ni: Microstructure and tensile properties[J]. *Acta Materialia*, 2002, 50(15): 3957-3970.
- [3] LEGROS M, ELLIOTT B R, RITTNER M N, WEERTMAN J R, HEMKER K J. Microsample tensile testing of nanocrystalline metals[J]. *Philosophical Magazine A*, 2000, 80(4): 1017-1026.
- [4] WANG Y M, CHENG S, WEI Q M, MA E, NIEH T G, HAMZA A. Effects of annealing and impurities on tensile properties of electrodeposited nanocrystalline Ni[J]. *Scripta Materialia*, 2004, 51(11): 1023-1028.
- [5] YIM T H, YOON S C, KIM H S. Tensile properties of electrodeposited nanocrystalline nickel[J]. *Mater Sci Eng A*, 2007, 449/451: 836-840.
- [6] SHEN Y F, LU L, LU Q H, JIN Z H, LU K. Tensile properties of copper with nano-scale twins[J]. *Scripta Materialia*, 2005, 52(10): 989-994.
- [7] YOUSSEF K M, SCATTERGOOD R O, LINGA MURTY K, HORTON J A, KOCH C C. Ultrahigh strength and high ductility of bulk nanocrystalline copper[J]. *Applied Physics Letters*, 2005, 87(9): 091904-1-3.
- [8] WANG Y M, CHEN M W, ZHOU F H, MA E. High tensile ductility in a nanostructured metal[J]. *Nature*, 2002, 419: 912-915.
- [9] WANG Y M, MA E. Strain hardening, strain rate sensitivity, and ductility of nanostructured metals[J]. *Mater Sci Eng A*, 2004, 375/377: 46-52.
- [10] WEI H, HIBBARD G D, PALUMBO G, ERB U. The effect of gauge volume on the tensile properties of nanocrystalline electrodeposits[J]. *Scripta Materialia*, 2007, 57(11): 996-999.
- [11] LI H, EBRAHIMI F. Transition of deformation and fracture behaviors in nanostructured face-centered-cubic metals[J]. *Applied Physics Letters*, 2004, 84(12): 4307-4309.
- [12] GU C, LIAN J, JIANG Q, JIANG Z. Ductile-brittle-ductile transition in an electrodeposited 13 nanometer grain sized Ni-8.6 wt.% Co alloy[J]. *Mater Sci Eng A*, 2007, 459(1/2): 75-81.
- [13] JEONG D H, ERB U, AUST K T, PALUMBO G. The relationship between hardness and abrasive wear resistance of electrodeposited nanocrystalline Ni-P coatings[J]. *Scripta*

- Materialia, 2003, 48(8): 1067–1072.
- [14] DETOR A J, SCHUH C A. Tailoring and patterning the grain size of nanocrystalline alloys[J]. *Acta Materialia*, 2007, 55(1): 371–379.
- [15] LI H, EBRAHIMI F. Synthesis and characterization of electrodeposited nanocrystalline nickel-iron alloys[J]. *Mater Sci Eng A*, 2003, 347(1/2): 93–101.
- [16] KUMAR K S, SURESH S, CHISHOLM M F, HORTON J A, WANG P. Deformation of electrodeposited nanocrystalline nickel[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(2): 387–405.
- [17] SCHIOTZ J, JACOBSEN K W. A maximum in the strength of nanocrystalline copper[J]. *Science*, 2003, 301(5638): 1357–1359.
- [18] FARKAS D, FROSETH A, van SWYGENHOVEN H. Grain boundary migration during room temperature of nanocrystalline Ni[J]. *Scripta Materialia*, 2006, 55(8): 695–698.
- [19] FARKAS D, MOHANTY S, MONK J. Strain-driven grain boundary motion in nanocrystalline materials[J]. *Mater Sci Eng A*, 2008, 493(1/2): 33–40.
- [20] SHAN Z W, STACH E A, WIEZOREK J M K, KNAPP J A, FOLLSTAEDT D M, MAO S X. Grain boundary-mediated plasticity in nanocrystalline nickel[J]. *Science*, 2004, 305(5684): 654–657.
- [21] BRANDSTETTER S, ZHANG K, ESCUADRO A, WEERTMAN J R, van SWYGENHOVEN H. Grain coarsening during compression of bulk nanocrystalline nickel and copper[J]. *Scripta Materialia*, 2008, 58(1): 61–64.
- [22] LIAO X Z, KILMAMETOV A R, VALIEV R Z, GAO H, LI X, MUKHERJEE A K, BINGERT J F, ZHU Y T. High-pressure torsion-induced grain growth in electrodeposited nanocrystalline Ni[J]. *Applied Physics Letters*, 2006, 88(2): 021909–1–3.
- [23] ZHANG K, WEERTMAN J R, EASTMAN J A. The influence of time, temperature, and grain size on indentation creep in high-purity nanocrystalline and ultrafine grain copper[J]. *Applied Physics Letters*, 2004, 85(22): 5197–5199.
- [24] FROSETH A D, DERLET P M, van SWYGENHOVEN H. Twinning in nanocrystalline fcc metals[J]. *Advanced Materials and Engineering*, 2005, 7(1/2): 16–20.
- [25] JANG S, PUROHIT Y, IRVING D, PADGETT C, BRENNER D, SCATTERGOOD R O. Molecular dynamics simulations of deformation in nanocrystalline Al-Pb alloys[J]. *Mater Sci Eng A*, 2008, 493(1/2): 53–57.
- [26] SOER W A, de HOSSON J Th M, MINOR A M, MORRIS J M Jr, STACH E A. Effects of solute Mg on grain boundary and dislocation dynamics during nanoindentation of Al-Mg thin films[J]. *Acta Materialia*, 2004, 52(20): 5783–5790.

(编辑 李向群)