

微细材料细晶处理方法及其研究发展

王广春，朱杰，刘闪

(山东大学 材料液固结构演变与加工教育部重点实验室，济南 250061)

摘要：近些年微成形技术的研究热度不断增高，金属薄板、箔材及丝材等可直接用于微型件制造的微细材料缺少专门性研究，微细材料的微观结构与性能直接影响微型件的成形质量。综合评述了大塑性变形细晶方法、电流辅助工艺和微观结构调控等方面的相关研究，着重介绍了适合于微细材料的反复折弯压直和限制模压变形 2 种反复折弯形变细晶的方法。分析了微细材料细晶处理存在的问题，提出了适合用于微细材料的细晶及增塑处理的研究方法，展望了微细材料电流辅助形变工艺和微观结构调控的研究方向。开展了微成形用微细材料预处理方法与相关技术研究，对促进微成形技术的发展具有重要的理论意义和应用价值。

关键词：微细材料；晶粒细化；微观结构调控；大塑性变形；电流辅助形变

DOI: 10.3969/j.issn.1674-6457.2017.05.002

中图分类号：TG14 文献标识码：A 文章编号：1674-6457(2017)05-0019-06

Grain Refining Methods and Its Research Development of Micro-size Materials

WANG Guang-chun, ZHU Jie, LIU Shan

(Key Laboratory for Liquid-Solid Structural Evolution & Processing of Materials, Ministry of Education,
Shandong University, Jinan 250061, China)

ABSTRACT: In recent years, the research interest of micro forming technology is increasing, but there is a lack of special research on the micro-size materials directly used for micro-forming, such as thin metal sheets, metal foils and metal wires. Deformation qualities of micro-parts are heavily relying on microstructures and properties of the micro-size materials. This article briefly summarized the methods of grain refinement by severe plastic deformation, electrically-assisted deformation and micro-structure controlling, emphatically introduced the repetitive corrugation and straightening (RCS) and constrained groove pressing(CGP), which were suitable for the repetitive roll bending and straightening of the micro-size materials. The problem of grain refinement of micro-size materials was analyzed. Research methods for grain refinement and enhanced ductility of micro-size materials were presented. The research direction of electrically-assisted deformation and microstructure controlling was prospected. The research on the pre-treatment methods and related technologies of micro-size materials is of great important theoretical significance and application value to promote the development of micro forming technologies.

KEY WORDS: micro-size materials; grain refinement; microstructure controlling; severe plastic deformation; electrically- assisted deformation

随着智能电子设备及人工智能的快速更新，在满足产品使用性能的同时，要求在更轻薄的机身内部容纳功能更多的电子元件，产品微型化成为重要发展趋势之一。采用传统的超精密机械加工、深反

应离子蚀刻、LIGA、准 LIGA 及分子装配等技术难以满足微型件产业化的需求，而微成形技术具有批量大、效率高、周期短、成本低、净成形等特点，具备产业化的优势，因此微成形技术在近年来得到了

收稿日期：2017-08-14

基金项目：国家自然科学基金（51775311）

作者简介：王广春（1966—），男，博士，教授，主要研究方向为金属塑性成形数值模拟与优化等。

快速发展^[1-2]。微成形件多应用于高端领域，如航空航天、微电子、军事、医学等领域，对零件的微观结构、力学性能、尺寸精度及表面质量等都有着十分苛刻的要求^[3-4]。由于微型件结构尺寸小，不便进行多工序成形或热成形及精整、处理和加工等，同时，微型件微细结构在成形时，参与的晶粒数目较少，其成形质量对晶粒尺寸及微观结构特征十分敏感，因此要求微成形微细坯料在成形前应具备较好的塑性及有利于提高微型件力学性能、质量和精度的微观结构。

金属薄板、箔材和丝材分别在厚度、直径尺度上已达到微米级别，适于作为微型件塑性成形常用的初始坯料，而且已经开始应用。现有的薄板、箔及丝等微细材料并非专门为微成形需要而生产的，成品的薄板、箔材及丝材因连续的多道次轧制或拉拔变形，而存在着晶粒形态差异过大和组织结构及其力学与成形性能等各向异性问题，直接进行微成形加工会导致

微型件成形过程中材料变形抗力大、流动不均匀、复杂结构充填困难、表面质量粗糙、局部开裂等质量问题以及尺寸精度难以控制的问题^[5]。可见，现有的薄板、箔及丝等微细材料，有必要进行细晶及微观结构调控处理，以满足微型件成形质量的要求。

1 微细材料细晶方法

对于粗晶材料而言，细化晶粒的方法主要为近些年研究较为活跃的大塑性变形法。该方法是采用多道次塑性变形，引入较大的应变量实现晶粒尺寸的逐渐细化，相比其他细晶处理方法，具有可适用范围广、样品空隙和污染少等优点。分析如图1所示的等通道弯角工艺(ECAP)、高压扭转工艺(HTP)、累积轧制连接工艺(ARB)等大塑性变形方法的工艺条件可知，这些方法都不便于进行薄板或箔、丝等微细材料的形变细晶处理。

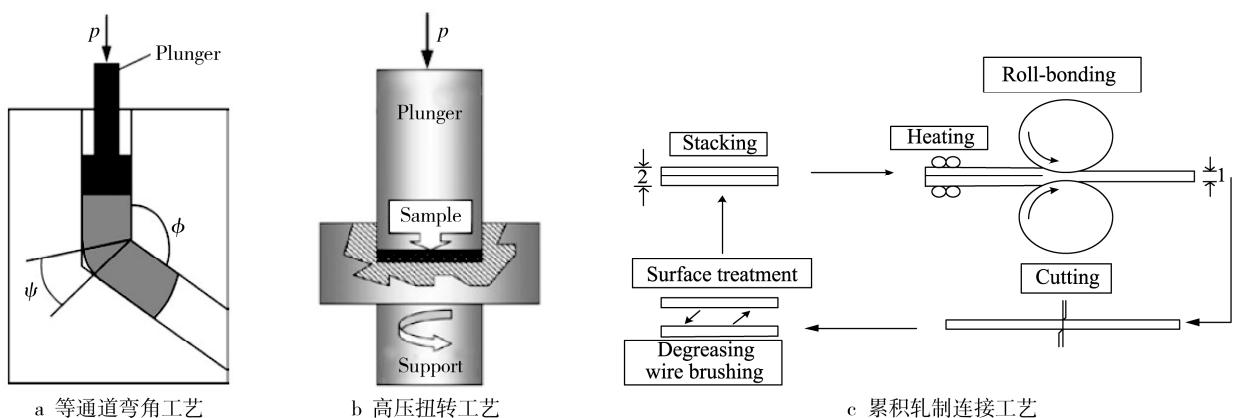


图 1 3 种大塑性变形细晶方法
Fig.1 Three methods of grain refinement by severe plastic deformation

2001 年，Huang 等^[6]提出了材料细晶化的反复折弯直方法(Repetitive Corrugation and Straightening, RCS)，反复折弯变形工艺见图 2，经过不断重复折弯—压直过程使试样累积足够的形变量，达到细化晶粒的目的。Huang 等采用该方法对高纯铜棒进行了 14 次折弯和压直循环，成功将铜的晶粒尺寸从退火态的 765 μm 细化至约 500 nm。

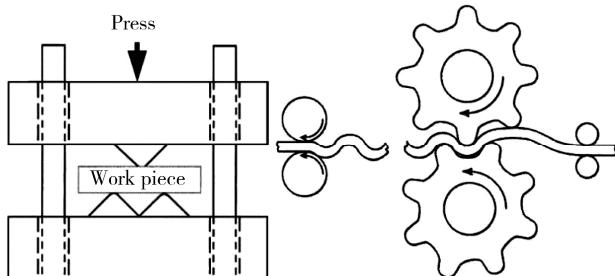


图 2 反复折弯变形工艺
Fig.2 Repetitive corrugation and straightening

由于样品只在上下方向有限制，变形过程中尺寸会产生一定变化，为此 Shin 等^[7]提出的限制模压变形工艺(Constrained Groove Pressing, CGP)解决了此问题。限制模压变形工艺见图 3，该工艺是将板材试样放置在周围有挡板的模具中（见图 3a），首先在导槽模具中进行压弯变形（见图 3b），使试样倾斜部分承受剪切变形，然后用平行平板模具将变形试样压平（见图 3c 和 3d），随后将试样旋转 180°再重复进行上述压弯-压平过程。通过多道次的 CGP 变形，达到细化晶粒的目的。Shin 等采用 CGP 工艺，使纯铝板的晶粒尺寸从退火态的 1.2 mm 细化到 0.5 μm。

Głuchowski 等^[8]采用平行或垂直于试样送给方向，对 CuCr0.6 和 CuZn30 进行反复折弯处理，变形后的 2 种合金晶粒尺寸都有显著变化，且产生亚晶粒导致材料的显微结构细化。Stobrawa 等^[9]以 0.8 mm 厚的 CuCr0.6 合金带为研究对象，采用连续反复折弯校直工艺对材料进行细晶处理，通过 TEM 观察到部

分晶粒或亚晶尺寸在 100 nm, 证实了 CRCS 的细晶能力。杨开怀等^[10]通过采用平行、180°和 90°这 3 种变形方式, 对 1060 纯铝进行限制模压变形试验, 90°

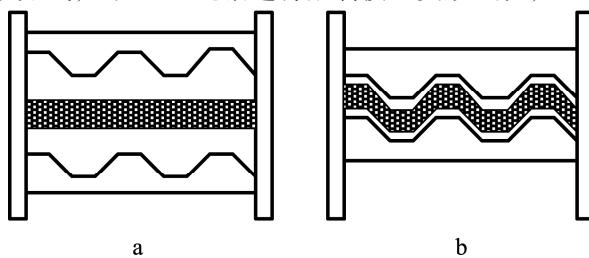


图 3 限制模压变形工艺
Fig.3 Constrained groove pressing

Lee 等^[11]、Mirab 等^[12]、Wang 等^[13]、Yang 等^[14]分别对 CGP 或 RCS 工艺中的变形道次、模具结构、变形方式等因素进行了有限元数值模拟, 分析了 CGP 变形过程中出现变形不均匀和压痕等问题以及变形方式对晶粒细化的影响, 优化了成形工艺参数, 为实验提供了理论指导。Yoon 等^[15]运用弹塑性有限元法, 模拟了铜试样的反复折弯校直变形, 发现塑性应变在剪切与平坦区之间的界面处较小, 应变集中程度随着变形道次的增加而增大。

2 微细材料细晶处理存在的问题

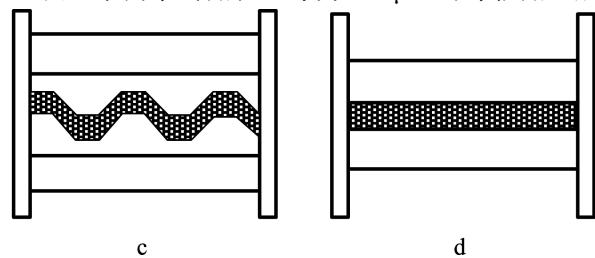
无论是 RCS 方法还是 CGP 方法, 都是针对宏观尺度材料提出并进行研究的反复折弯形变细晶方法。从变形条件看, 这 2 种反复折弯方法可用于微细材料的形变细晶, 但微细材料在反复折弯时对整体变形区域均匀形变的控制更加严格, 对多道次变形中影响连续塑性变形的加工硬化问题的处理需要更加及时与合理, 同时, 微细材料折弯后的校直还需注意失稳与起皱等问题。如何保证微细材料整体均匀细晶化, 并随着加工次数的增加, 持续保持塑性变形的能力, 仍需对上述适合于微细材料的反复折弯形变细晶方法进行进一步的研究开发, 并引入其他辅助成形措施以提高微细材料持续形变的能力及细晶效果。

此外, 由于微细材料变形过程中的流动存在尺寸效应, 表面晶粒对材料的整体形变和成形件的表面质量影响较为明显, 如何获得细小均匀分布的表面晶粒, 保持变形的稳定性及良好的表面质量也是尤为重要的。当晶粒细化到一定程度时, 晶粒内部可容纳位错能力有限, 导致材料塑性明显降低, 如何制备晶粒细小且塑性好的材料仍存在较大挑战^[16]。

3 微细材料细晶处理方法的研究展望

针对上述分析给出的微细材料细晶处理中存在的问题, 结合微成形对微细材料微观结构及其性能的

影响显著, 1060 纯铝经 4 道次 90°交叉模压变形后, 组织基本由平均晶粒尺寸为 0.8 μm 的等轴晶组成。



要求, 对微细材料细晶处理方法的研究方向展望如下。

3.1 微细材料细晶过程中的增塑

材料在冷态下塑性变形会导致一定程度的加工硬化。为提高其塑性, 超声振动、激光、电流等物理辅助成形工艺逐渐受到人们的重视并得到了快速发展。现有研究表明, 电流引起的电致塑性效应除了具备降低材料塑性变形抗力, 提升材料塑性变形均匀性等与超声振动及激光辅助成形共同的优点外, 还可起到细化晶粒的作用, 提高材料的综合力学性能。

Zimniak 等^[17]通过实验证明了脉冲电流可以降低铜丝冷拔过程中的拉拔力, 并显著增加材料的延伸率。清华大学的唐国翌和姚可夫等^[18—21]分别在轧制镁合金和拉拔不锈钢丝等方面进行了大量研究工作, 获得的实验结果表明, 电致塑性效应可以提高材料的塑性变形能力, 缓解加工硬化, 促进变形金属的动态再结晶, 并且提高了材料的表面质量。姚可夫等^[22]采用高密度脉冲电流处理冷拔 60Si2MnA 钢丝, 使得其强度显著降低, 塑性大幅提高, 200 Hz 的脉冲电流处理该冷拔弹簧钢丝 1 min 后, 其力学性能相当于该钢丝在 700 °C 退火 1 h 后的力学性能。Xu 等^[23]应用电塑性轧制 AZ31 镁合金带, 镁合金的延展性得到了显著提高, 去除或减少了材料退火时间, 且带材的表面质量较好。电塑性轧制在相对较低的温度发生动态再结晶现象, 可能是由于电脉冲引起的热效应和非热效应共同增强了位错的攀移。Fabregue 等^[24]通过观察电流辅助挤压纯 Cu 试样的显微组织发现, 电流可显著促进静态回复和再结晶。Kim 等^[25]通过 FWHM 值和 TEM 暗场像观测发现, 脉冲电流辅助拉伸试样的位错密度较热处理试样明显下降, 认为脉冲电流本身能够引起位错湮灭。

周亦胄等^[26—27]引入高密度脉冲电流对 Cu-Zn 合金进行细晶化处理, 分析指出电脉冲提高材料再结晶形核的原因主要有高效率的加热(快速升温降温), 增强了位错的移动性和原子的迁移, 推迟了再结晶晶

粒的长大。Xu 等^[28]应用电脉冲处理纯铜线，并与直流电处理和管式炉加热处理在机械性能和组织演化上作了对比分析，表明电脉冲处理的纯铜线机械性能更优异，且耗能较少。电脉冲处理的纯铜组织为细小的再结晶晶粒，其再结晶的机制是由于电脉冲热效应和非热效应的耦合作用。电脉冲引起的较大空位迁移率加速了位错攀移和湮灭，由此使得再结晶变得更加容易。

由此可见，将脉冲电流应用在微细材料大塑性变形过程中或直接处理微细材料，既能够减缓冷变形导致的加工硬化，提高材料塑性，又能够细化晶粒，改善材料的表面质量。

可从工艺和理论 2 方面研究微细材料的电流辅助形变工艺：① 分析微细材料的物性指标对脉冲电流热效应的影响，构建适用于微细材料变形的电流辅助系统；研究电流密度、脉冲频率、脉冲宽度、加载方式等电流辅助工艺参数对微细材料反复折弯形变增塑效果的影响规律；② 分析脉冲电流对微细材料形变细晶过程中位错滑移、攀移及湮灭的影响，研究电流辅助工艺对微细材料反复折弯形变细晶的促进机制及其增塑机理。

3.2 微细材料的微观结构调控

1984 年，Watanabe^[29]提出了“晶界设计与控制”的概念，随后发展为晶界工程(Grain Boundary Engineering, GBE)。晶界工程是指通过一定的形变与热处理工艺，提高材料的低重位点阵(Coincidence Site Lattice, CSL)晶界比例，优化晶界特征分布(Grain Boundary Character Distribution, GBCD)，来改善材料与晶界有关的多种性能，如晶界腐蚀、晶间开裂、延展性等。1991 年，Palumbo 等^[30]通过数学建模的方法定性指出，只有在特殊晶界占总晶界比例较高的情况下，晶界工程的作用才能明显体现出来；2004 年，Lehockey 等^[31]首次在晶界工程中引入“有效特殊晶界”的概念，并指出只有那些处在一般大角度晶界网络上的特殊晶界才能称为“有效特殊晶界”。随着晶界工程的逐步发展，周邦新院士团队(CAO W)^[32]采用更为严格的 Palumbo-Aust 标准 ($\theta_{\max}=15^\circ \Sigma^{-5/6}$)^[33]，判定镍基合金随机晶界的网络连通性，并对材料的初始微观结构和晶粒团簇机制进行了讨论，确立了形成大尺寸“互有 Σ_3n 取向关系的晶粒团簇”是提高镍基合金微观结构中有效特殊晶界比例的重要指标。

Kumar 等^[34]将晶界工程分为应变退火和应变再结晶 2 类。在应变退火晶界工程中，引入 6%~8% 的小变形量，然后在再结晶温度下加热适当的时间。Shekhar 等^[35]利用楔横轧制工艺优化 304 不锈钢中的 GBCD，研究表明，经过低应变短时间退火后，不锈钢中低 Σ CSL 晶界比例增加；王春举教授等^[36]对纯镍

丝材进行微压缩实验，并在不同温度下进行长时间退火，最终获得了有利于成形质量的微观结构。在应变再结晶晶界工程中，通常引入可达到 30% 的较大变形量，然后在高温下保温数分钟。Akhiani 等^[37]对 800H/HT 分别进行了楔横轧和单向轧制 2 种工艺，并在 1050 °C 退火后获得了 GBCD 优化的显微结构；杨森教授团队(GU Z Y)^[38]在 304 不锈钢的晶界调控中引入了激光冲击，即通过激光冲击联合退火处理的方法，获得了高比例的低 Σ CSL，并且有效打断了随机晶界的网络连通性，最终获得了性能优异的 304 不锈钢。

微型件及微成形所用的微细材料一般都为微量级，微细结构变形区域一般仅有少量的晶粒存在，晶粒大小及其取向、晶界特征及分布的均匀程度、各向异性等微观结构与性能都显著影响着微成形的尺寸精度及其质量的稳定性及成形后微型件的性能，因此，调控微成形用微细材料的晶界结构，改善晶界性质，优化晶粒取向，使之成为塑韧性好的细晶或超细晶连续体，是微成形技术对其微细坯料微观结构及其性能的理想所需。

对于微细材料的微观结构调控，可从以下几个方面进行研究：① 研究形变方式、变形程度及其与形变相协调的热处理工艺对微细材料的晶粒取向、晶界类型及其比例、晶界网络连通性等微观结构的影响规律；② 研究晶界结构及晶界特征分布对微细材料塑性的影响规律；③ 研究微观结构调控处理前后的晶粒内部、低 Σ CSL 晶界和随机晶界处位错的形态、分布以及晶界网络连通性等微观结构的变化，分析并揭示微尺度下晶界结构调控的增塑机理。

4 结语

微成形技术的研究热点主要集中在成形过程中的尺寸效应、摩擦行为、变形力学等方面，较少关注材料的状态，少有研究微细材料的微观结构及其性能对微成形过程及微型件质量的影响，因此，开展专门针对微成形用微细材料晶粒细化与微观结构调控进行处理的方法及其增塑相关技术研究对促进微塑性成形技术的发展具有重要理论意义和应用价值。

参考文献：

- [1] GEIGER M, KLEINER M, ECKSTEIN R, et al. Micro-forming[J]. CIRP Annals-Manufacturing Technology, 2001, 50(2): 445—462.
- [2] 董湘怀, 王倩, 章海明, 等. 微成形中尺寸效应的研究进展[J]. 中国科学: 技术科学, 2013(2): 115—130.
DONG Xiang-huai, WANG Qian, ZHANG Hai-ming, et al. Research Progress of Size Effects in Microforming[J]. Science China Press, 2013(2): 115—130.

- [3] WANG C J, SHAN D B, GUO B, et al. Key Problems in Microforming Process of Microparts[J]. *Journal of Materials Science and Technology*, 2007, 23(2): 283—288.
- [4] 张凯锋. 微成形制造技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008.
- ZHANG Kai-feng. Microforming Manufacturing Technology[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2008.
- [5] FU M W, WANG J L A, KORSUNSKY M. A Review of Geometrical and Microstructural Size Effects in Micro-scale Deformation Processing of Metallic Alloy Components[J]. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 2016, 109: 94—125.
- [6] HUANG J Y, ZHU Y T, JIANG H, et al. Microstructures and Dislocation Configurations in Nanostructured Cu Processed by Repetitive Corrugation and Straightening[J]. *Acta Materialia*, 2001, 49(9): 1497—1505.
- [7] SHIN D H, PARK J J, KIM Y S, et al. Constrained Groove Pressing and Its Application to Grain Refinement of Aluminum[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2002, 328(1/2): 98—103.
- [8] GLUCHOWSKI W, STOBRAWA J P, RDZAWSKI Z M. Microstructure Refinement of Selected Copper Alloys Strips Processed by SPD Method[J]. *Archives of Materials Science & Engineering*, 2011, 47(2): 103—109.
- [9] STOBRAWA J P, RDZAWSKI Z M, GLUCHOWSKI W, et al. Microstructure Evolution in CRCS Processed Strips of CuCr0.6 Alloy[J]. *Journal of Achievements in Materials & Manufacturing Engineering*, 2010, 38(2): 195—202.
- [10] 杨开怀, 彭开萍, 陈文哲. 限制模压变形 1060 纯铝的组织演化与晶粒细化[J]. 中国有色金属学报, 2011, 21(12): 3026—3032.
YANG Kai-huai, PENG Kai-ping, CHEN Wen-zhe. Microstructural Evolution and Grain Refinement of 1060 Pure Al Processed by Constrained Groove Pressing[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2011, 21(12): 3026—3032.
- [11] LEE J W, PARK J J. Numerical and Experimental Investigations of Constrained Groove Pressing and Rolling for Grain Refinement[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2002, 130(1): 208—213.
- [12] MIRAB S, AHMADABADI M N, KHAJEZADE A, et al. On the Deformation Analysis during RCSR Process Aided by Finite Element Modeling and Digital Image Correlation[J]. *Advanced Engineering Materials*, 2016, 18(8): 1434—1443.
- [13] WANG Z S, GUAN Y J, WANG G C, et al. Influences of Die Structure on Constrained Groove Pressing of Commercially Pure Ni Sheets[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2015, 215(1): 205—218.
- [14] 杨开怀, 陈文哲. 变形方式对模压变形 5052 铝合金影响的有限元模拟与试验研究[J]. 材料研究学报, 2011, 25(6): 625—629.
YANG Kai-huai, CHEN Wen-zhe. Finite Element Simulation and Experimental Research on the Influence of Pressing Mode on 5052 Aluminum Alloy Processed by Groove Pressing[J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2011, 25(6): 625—629.
- [15] YOON S C, KRISHNAIAH A, CHAKKINGAL U, et al. Severe Plastic Deformation and Strain Localization in Groove Pressing[J]. *Computational Materials Science*, 2008, 43(4): 641—645.
- [16] 陶乃熔, 卢柯. 纳米结构金属材料的塑性变形制备技术[J]. 金属学报, 2014, 50(2): 141—147.
TAO Nai-rong, LU Ke. Preparation Techniques for Nanostructured Metallic Materials Via Plastic Deformation[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2014, 50(2): 141—147.
- [17] ZIMNIAK Z, RADKIEWICZ G. The Electro-plastic Effect in the Cold-drawing of Copper Wires for the Automotive Industry[J]. *Archives of Civil & Mechanical Engineering*, 2008, 8(8): 173—179.
- [18] 姚可夫, 余鹏, 郑明新, 等. H0Cr17Ni6Mn3 钢丝电塑性拉拔的研究[J]. 金属学报, 2000, 36(6): 630—633.
YAO Ke-fu, YU Peng, ZHENG Ming-xin, et al. Research on Wire-drawing of a H0Cr17Ni6Mn3 Steel with High-density Current Pulses[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2000, 36(6): 630—633.
- [19] KUANG J, LI X, ZHANG R, et al. Enhanced Rollability of Mg, 3Al, 1Zn Alloy by Pulsed Electric Current: a Comparative Study[J]. *Materials & Design*, 2016, 100: 204—216.
- [20] TANG G Y, ZHANG J, YAN Y J, et al. The Engineering Application of the Electro-plastic Effect in the Cold-drawing of Stainless Steel Wire[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003, 137(1): 96—99.
- [21] 姚可夫, 余鹏, 郑明新. 脉冲电流对 H0Cr17Ni6Mn3 钢丝拉拔表面摩擦磨损的影响[J]. 摩擦学学报, 2002, 22(3): 202—205.
YAO Ke-fu, YU Peng, ZHENG Ming-xin. Influence of Electric Current Pulse on the Friction and Wear Behavior of H0Cr17Ni6Mn3 Steel Wire in Drawing [J]. *Tribology*, 2002, 22(3): 202—205.
- [22] 姚可夫, 吴海飞, 邱胜宝. 冷拔 60Si2MnA 钢丝的高强脉冲电流处理(英文)[J]. 材料热处理学报, 2010, 31(9): 18—21.
YAO Ke-fu, WU Hai-fei, QIU Sheng-bao. High-density Pulse Current Treatment of As-drawn 60Si2MnA Wires [J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2010, 31(9): 18—21.
- [23] XU Z H, TANG G Y, TIAN S Q, et al. Research of Electroplastic Rolling of AZ31 Mg Alloy Strip[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2007, 182(1): 128—133.
- [24] FABREGUE D, MOUAWAD B, HUTCHINSON C R. Enhanced Recovery and Recrystallization of Metals due to an Applied Current[J]. *Scripta Materialia*, 2014, 92: 3—6.
- [25] KIM M, LEE K, OH K H, et al. Electric Current-induced Annealing during Uniaxial Tension of Aluminum Alloy [J]. *Scripta Materialia*, 2014, 75: 58—61.

- [26] ZHOU Y Y, XIAO S H, GUO J D. Recrystallized Microstructure in Cold Worked Brass Produced by Electropulsing Treatment[J]. *Materials Letters*, 2004, 58(12): 1948—1951.
- [27] ZHOU Y Y, ZHANG W, WANG B Q, et al. Ultra-fine-grained Microstructure in a Cu-Zn Alloy Produced by Electropulsing Treatment[J]. *Journal of Materials Research*, 2003, 18(8): 1991—1997.
- [28] XU Z H, TANG G Y, TIAN S Q, et al. Research on the Engineering Application of Multiple Pulses Treatment for Recrystallization of Fine Copper Wire[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2006, 424(1): 300—306.
- [29] WATANABE T. An Approach to Grain Boundary Design of Strong and Ductile Polycrystals[J]. *Research Mechanica*, 1984, 11(1): 47—84.
- [30] PALUMBO G, KING P J, AUST K T, et al. Grain Boundary Design and Control for Intergranular Stress-corrosion Resistance[J]. *Scripta Metallurgica Et Materialia*, 1991, 25(8): 1775—1780.
- [31] LEHOCKEY E M, BRENNENSTUHL A M, THOMPSON I. On the Relationship between Grain Boundary Connectivity, Coincident Site Lattice Boundaries, and Intergranular Stress Corrosion Cracking[J]. *Corrosion Science*, 2004, 46(10): 2383—2404.
- [32] CAO W, XIA S, BAI Q, et al. Effects of Initial Microstructure on the Grain Boundary Network during Grain Boundary Engineering in Hastelloy N Alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 704: 724—733.
- [33] PALUMBO G, AUST K T, LEHOCKEY E M, et al. On a More Restrictive Geometric Criterion for “Special” CSL Grain Boundaries[J]. *Scripta Materialia*, 1998, 38(11): 1685—169.
- [34] KUMAR M, SCHWARTZ A J, KING W E. Microstructural Evolution during Grain Boundary Engineering of Low to Medium Stacking Fault Energy fcc Materials[J]. *Acta Materialia*, 2002, 50: 2599—2612.
- [35] JOHAM R, SHARMA N K, MONDAL K, et al. Low Temperature Cross-rolling to Modify Grain Boundary Character Distribution and Its Effect on Sensitization of SS304[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2017, 240: 324—331.
- [36] WANG C J, XU J, ZHANG P, et al. Plastic Deformation Size Effects in Micro-compression of Pure Nickel with a Few Grains Across Diameter[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2015, 636: 352—360.
- [37] AKHIANI H, NEZAKAT M, SANAYEI M, et al. The Effect of Thermo-mechanical Processing on Grain Boundary Character Distribution in Incoloy 800H/HT[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2015, 626: 51—60.
- [38] GU Z Y, XU X, FENG W, et al. Grain Boundary Engineering of SUS304 by Laser Shocking and Annealing[J]. *Proceedings of PRICM*, 2013: 2199—2204.