

热轧态与回火态 AH80DB 低碳贝氏体钢组织与冲击韧性

赵雷超¹⁾, 孙斌堂¹⁾, 黄运华²⁾, 张施琦³⁾, 丁一¹⁾, 闫小琴¹⁾✉, 张跃¹⁾

1) 北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083 2) 北京科技大学新材料技术研究院, 北京 100083

3) 长江大学机械工程学院, 荆州 434023

✉ 通信作者, E-mail: xqyan@mater.ustb.edu.cn

摘要 采用光学显微镜、扫描电子显微镜和透射电子显微镜对热轧态和回火态 AH80DB 低碳贝氏体钢的显微组织、马氏体/奥氏体(M/A)岛、第二相的析出行为以及晶界取向差、有效晶粒尺寸进行研究, 揭示回火后低碳贝氏体钢冲击韧性得到改善的原因。结果表明: 两种试样的组织均由板条状贝氏体、粒状贝氏体和针状铁素体组成, 其中回火态试样中针状铁素体组织较多。热轧态钢中存在较大尺寸 M/A 岛且呈方向性分布, 大角度晶界比例占 17.33%, 有效晶粒尺寸为 3.57 μm; 而回火态钢中 M/A 岛的尺寸较小, 大角度晶界比例增加 3.43%, 有效晶粒尺寸减小 0.56 μm。热轧态钢中析出相主要是(Nb, Ti) C, 尺寸在 50~150 nm 之间, 回火态试样中析出较多细小的球状(Nb, Ti) C 析出相, 尺寸在 10 nm 左右。

关键词 低碳钢; 贝氏体; 冲击韧性; 显微组织; 析出相

分类号 TG142.2

Microstructure and impact toughness of hot rolled and tempered low carbon bainitic steel AH80DB

ZHAO Lei-chao¹⁾, SUN Bin-tang¹⁾, HUANG Yun-hua²⁾, ZHANG Shi-qi³⁾, DING Yi¹⁾, YAN Xiao-qin¹⁾✉, ZHANG Yue¹⁾

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

2) Institute for Advanced Materials and Technology, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

3) College of Mechanical Engineering, Yangtze University, Jingzhou 434023, China

✉ Corresponding author, E-mail: xqyan@mater.ustb.edu.cn

ABSTRACT The microstructure, martensite/austenite (M/A) islands, precipitated phases, high-angle grain boundaries and effective grain size of hot rolled and tempered low carbon bainitic steel AH80DB were studied by scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM) and electron back-scattered diffraction (EBSD). The reason for the improvement in impact toughness of the low carbon bainitic steel after tempering was discovered. The results show that the microstructures of both the samples mainly consist of lath bainite, granular bainite and acicular ferrite. There is more acicular ferrite in the tempered steel. Coarse M/A islands are found in the hot rolled steel and its distribution is directional, the ratio of large-angle grain boundaries is 17.33%, and the average effective grain size is 3.57 μm. Nevertheless, the size of M/A islands decreases after tempering. Besides, the ratio of large-angle grain boundaries increases by 3.43% and the average effective grain size decreases by 0.56 μm after tempering. The precipitated phase of the hot rolled steel is (Nb, Ti) C with the size of 50—150 nm, while much small and spherical precipitates with the size of about 10 nm appear after tempering.

KEY WORDS low carbon steel; bainite; impact toughness; microstructure; precipitation

收稿日期: 2015—01—23

基金项目: 教育部创新团队和新世纪人才计划资助项目(IRT1106); 中央高校基本科研业务费资助项目(FRF-As-13-001A)

微合金低碳贝氏体钢具有高强度、高韧性、优良的焊接性能等优点,使其成为了一类新型钢种,在建筑、船舶、桥梁、矿井支架、输油管线等领域具有广泛应用前景。该钢种主要是通过碳、钛、铌、钒、铬、钼、硼等元素配合,既能在较宽的冷却速度范围内得到贝氏体组织,又能通过降低含碳量,使其具有较好的焊接性能^[1]。但仅仅适当的控轧控冷,并不能使其优良的性能充分发挥出来,往往要配合以相应的热处理工艺。例如,抗拉强度600 MPa以上的低碳贝氏体钢往往要经过回火处理,一方面可以消除内应力;另一方面可以促进第二相的析出,均匀热轧态的组织和稳定力学性能。目前,大多数学者针对不同的回火参数(回火温度、保温时间等)对低碳贝氏体钢组织和力学性能的影响研究较多^[2-3],但对回火前后低碳贝氏体钢冲击韧性改善的原因研究较少。

本文采用不同的实验手段,对热轧态和回火态低碳贝氏体钢 AH80DB 的冲击断口形貌、显微组织、第二相的析出行为以及大小角度晶界的变化规律等进行细致的研究,探究其回火前后冲击韧性显著改善的原因。

1 实验材料及方法

实验材料是在某钢厂大生产转炉上冶炼 AH80DB 低碳贝氏体钢,取自 30 mm 厚钢板。该实验钢的化学成分如表 1 所示。

表 1 实验钢化学成分(质量分数)
Table 1 Chemical composition of the studied steel

C	Si	Mn	Mo	Cu	B	Nb	Ti	V	Al + Ni + Cr	Fe	%
0.05	0.18	1.68	0.125	0.03	0.0015	<0.01	<0.01	0.004	0.44	97.43	

该实验钢的控轧控冷工艺如图 1 所示。首先将铸坯加热到 1240 °C,保温 2.5~3.5 h,确保在轧制前使合金元素充分回溶到奥氏体中。采用两阶段轧制对实验钢进行热轧:第 1 阶段主要是在再结晶区进行轧制,该阶段在 980 °C 以上完成;第 2 阶段轧制为非再结晶区轧制,轧制开始温度 859 °C。总共分为 13 道次,累计压下量为 63.8%,终轧温度在 780 °C。轧制完成后弛豫一段时间,水淬,冷至 450 °C 时,空冷至室温,最后经过 480 °C、105 min 回火处理。

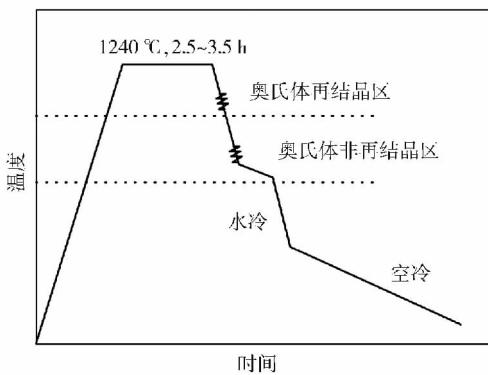


图 1 控轧控冷工艺

Fig. 1 Schematic diagram of the experimental program for thermo mechanical control

在热轧钢板以及回火处理后的钢板上切取标准冲击试样,冲击试验所用试样为 Charp V 型缺口试样,尺寸为 55 mm × 10 mm × 10 mm,测试温度为 -20 °C。将线切割后的试样,经过镶嵌、打磨和抛光后,经 4% 硝酸乙醇溶液侵蚀,在 Carl ZEISS Imager m2m 型光学显微镜上进行金相组织观察;在 JEOL-6490 型扫描电镜上,观察 M/A 岛的组织、形态及分布;取 0.3 mm 的金

属薄片预减薄至 50 μm 左右,冲出 φ3 mm 的小圆片,用电解双喷制备透射电镜样品,在 Tecnai 30 型透射电镜对第二相粒子的析出物行为进行分析;沿轧制方向取 10 mm × 5 mm × 1.2 mm 的长方体小片,经过打磨、抛光后,在高氯酸乙醇溶液中进行电解抛光,最后利用配备的电子背散射衍射探头的 ZEISS ULTRA55 场发射扫描电镜对两种试样的晶界取向差和有效晶粒尺寸进行研究,选取步长为 0.5 μm,扫描范围为 100 μm × 125 μm,利用 Channel 5.0 软件对数据进行分析。

实验选取热轧态冲击功为 26.2 J 和回火态冲击功为 230 J 的两试样进行对比研究。

2 实验结果

2.1 冲击断口形貌

在 -20 °C 条件下进行冲击试验,断口形貌如图 2 所示。由图 2(a) 可以看出:整个断面大部分区域出现沿晶断裂,基体表面有许多小片组成,小片成顺序排列流向 V 型缺口的裂纹部位,没有出现明显的撕裂痕迹。从图 2(c) 可以看出热轧态试样大部分区域为解理河流状花样。从图 2(b) 中可以看出,整个断口的四周以及中间区域均出现明显塑性变形的撕裂痕迹,该断口试样上大部分区域为韧窝断裂,仅在中间圆圈框内出现脆性断裂标志的解理花样,成为裂纹的快速扩展区。从图 2(d) 中可以看出,韧窝细小且分布均匀,呈现明显的延性断裂。

2.2 显微组织观察

为了研究热轧态与回火态试样冲击韧性存在显著差异的微观机理,对两种试样金相组织进行观察,如图 3 所示。从图中可知,两种试样的组织主要为粒状贝氏体、板条状贝氏体和针状铁素体。回火态试样中

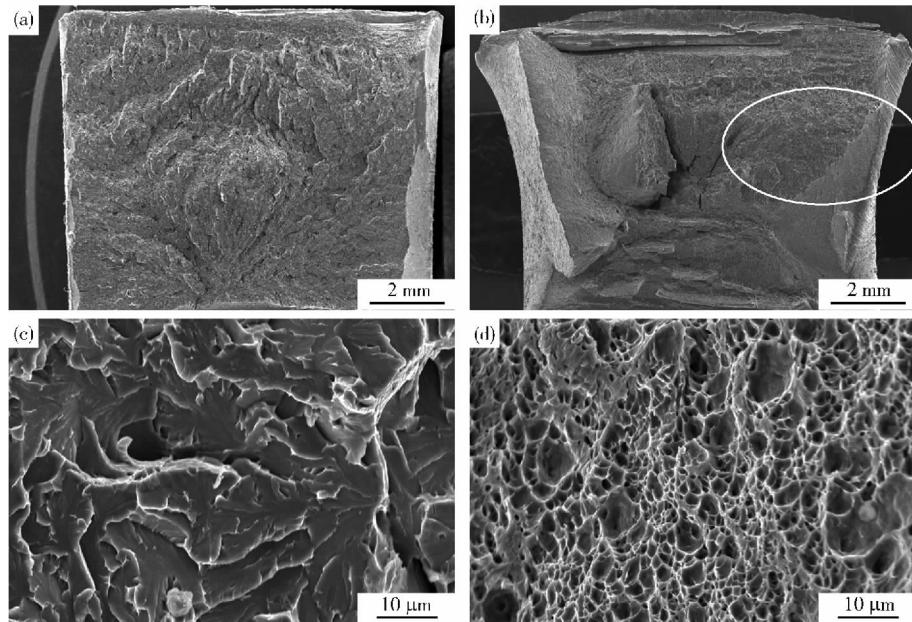


图2 不同实验钢的冲击断口形貌. (a, c) 热轧态; (b, d) 回火态

Fig. 2 Impact fracture morphology of the tested steels: (a, c) hot rolled steel; (b, d) tempered steel

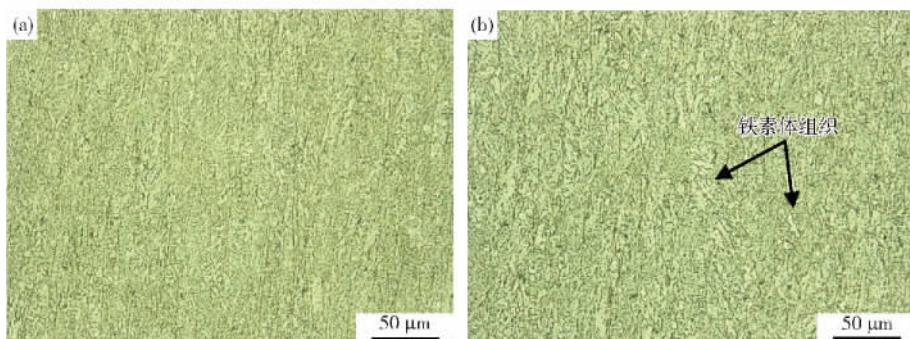


图3 热轧态(a) 和回火态(b) 实验钢显微组织

Fig. 3 Microstructures of the hot rolled (a) and tempered (b) steels

针状铁素体组织较多。这是因为经过回火处理后,热轧态试样中残留富碳奥氏体组织可以部分或全部分解为铁素体和碳化物,使得回火后试样中针状铁素体组织增多。热轧态与回火态实验钢中粒状 M/A 岛组织

和板条状贝氏体组织典型形貌,如图 4 所示。

由图 5 扫描电镜可以看出:热轧态试样板条间距约为 5 μm 左右,分布较均匀,在晶界与晶内均发现较多的 M/A 岛且呈方向性分布,尺寸最大可达到

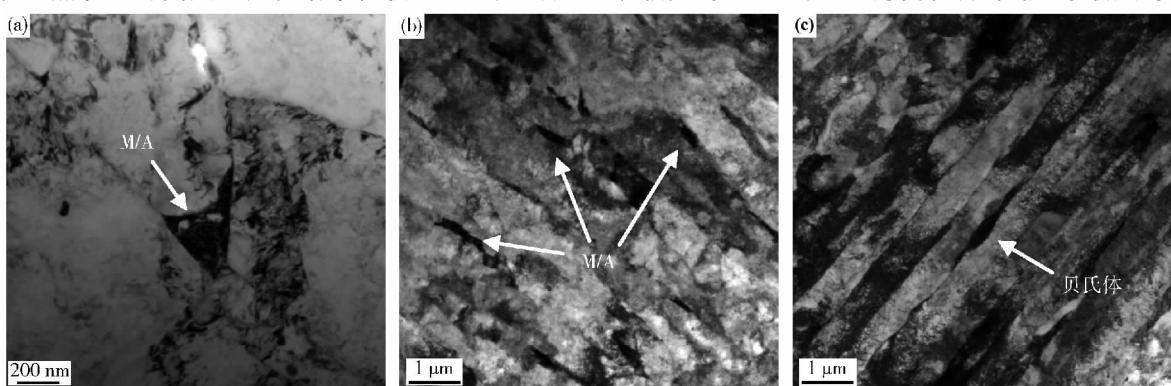


图4 实验钢中粒状 M/A 岛组织(a, b) 和板条状贝氏体组织(c)

Fig. 4 Granular M/A islands (a, b) and lath bainite (c) in the studied steels

2.44 μm ; 经回火处理后, 回火态试样中贝氏体板条间距增大, 热轧态试样中残余奥氏体组织发生全部或部分分解, 使M/A岛组织细化, M/A尺寸为1.52 μm 左

右, 板条间的部分小角度晶界消失, 晶粒间出现融合长大现象^[4]。在热轧态和回火态实验钢中均存在纳米级析出, 如图5(c)和(d)所示。

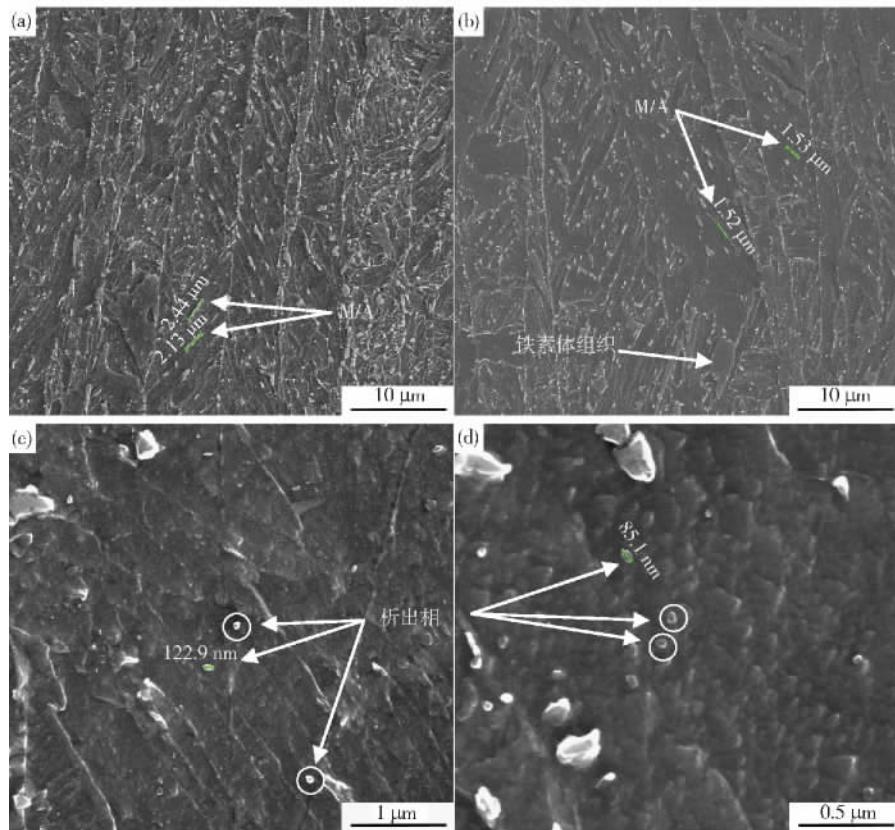


图5 热轧态(a, c)和回火态(b, d)实验钢扫描电镜形貌
Fig.5 SEM images of the hot rolled (a, c) and tempered (b, d) steels

2.3 晶粒取向分布

图6(a, b)为实验钢轧向晶粒取向成像图, 其中绿线、蓝线、红线和黑线分别表示晶界取向差在 $2^\circ \sim 5^\circ$ 、 $5^\circ \sim 10^\circ$ 、 $10^\circ \sim 15^\circ$ 及大于 15° 范围内晶界分布情况。由图可知: 在热轧态试样中, 原始奥氏体晶粒沿轧制方向被拉长, 部分原奥氏体晶界依旧清晰可见。在晶粒内部和晶界上分布着许多细小亚结构, 将晶粒分割细化, 同时混晶现象较严重; 经过回火处理后, 板条间的部分小角度晶界消失, 晶粒间出现融合长大现象, 晶粒尺寸变得更加均匀以及细化。图6(c, d)为实验钢的取向差分布图, 小于 2° 的小角度晶界定率较低忽略不计。由图6(c, d)可知: 回火态和热轧态试样大角度晶界比例为20.76%和17.33%, 小角度晶界比例分别为40.6%和44%。有效晶粒是指经轧制后试样中晶界取向差大于 15° 的晶粒。经计算得出: 回火和热轧态试样平均有效晶粒尺寸分别为3.01 μm 和3.57 μm 。

2.4 物相分析

在热轧态和回火态试样中均发现100 nm左右的较大尺寸析出相(图5(c, d))。一般情况下, 在低碳钢中添加适当的V、Ti、Nb等微合金元素, 通过适当的控

轧控冷得到均匀贝氏体组织的同时, 可以进一步控制钢中碳氮化物的析出行为。它们可以钉扎位错和细化晶粒, 获得显著的沉淀强化效果^[5], 有效地改善钢材的强度和冲击韧性。为进一步确定析出相形貌、尺寸等, 对其进行透射电镜观察。

图7所示为热轧态实验钢中晶界附近的析出物, 尺寸基本上在50~150 nm左右, 形状以球形或方形居多。图7(a)中A点析出相尺寸为67.8 nm, 通过能谱分析其化学成分主要为Ti和Nb元素, 经析出相的衍射花样计算确定析出相为(Nb, Ti)C, 没有观察到20 nm以下的细小析出物。

如图8所示, 在经过480 $^\circ\text{C}$ 、105 min回火后试样中位错密度显著降低, 除原来50~150 nm较大尺寸的析出物外, 在铁素体基体上析出较多5~15 nm细小的球状或类球状的析出相, 大部分沿晶界析出, 少量出现在晶粒内部。经能谱分析发现主要化学成分为Nb、Ti和C三种元素。经高分辨观察发现析出相尺寸大概在10 nm左右, 条纹间距在0.258 nm。经过查找PDF卡片发现NbC的(111)晶面间距为0.258 nm, TiC的(111)晶面间距为0.251 nm, 与测量值基本吻合。析出相主要

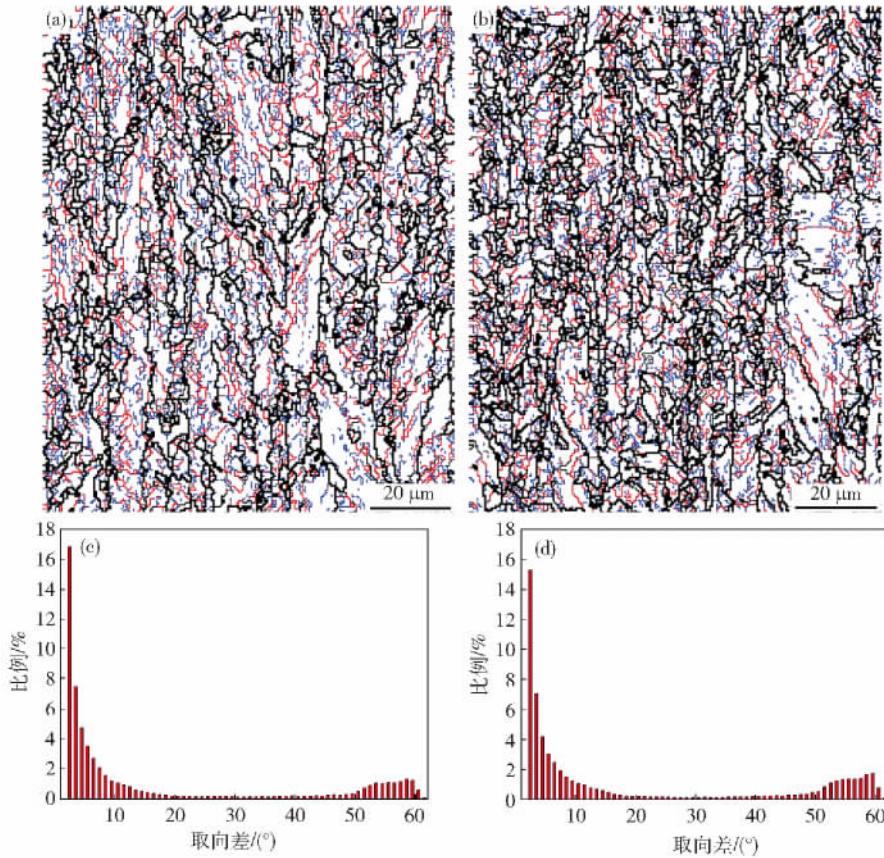


图6 试样的取向成像图和取向差分布图. (a) 热轧态 取向成像图; (b) 回火态 取向成像图; (c) 热轧态 取向差分布图; (d) 回火态 取向差分布图

Fig. 6 Misorientation maps and misorientation distributions of the samples: (a) rolled steel , misorientation map; (b) tempered steel , misorientation map; (c) rolled steel , misorientation distribution; (d) tempered steel , misorientation distribution

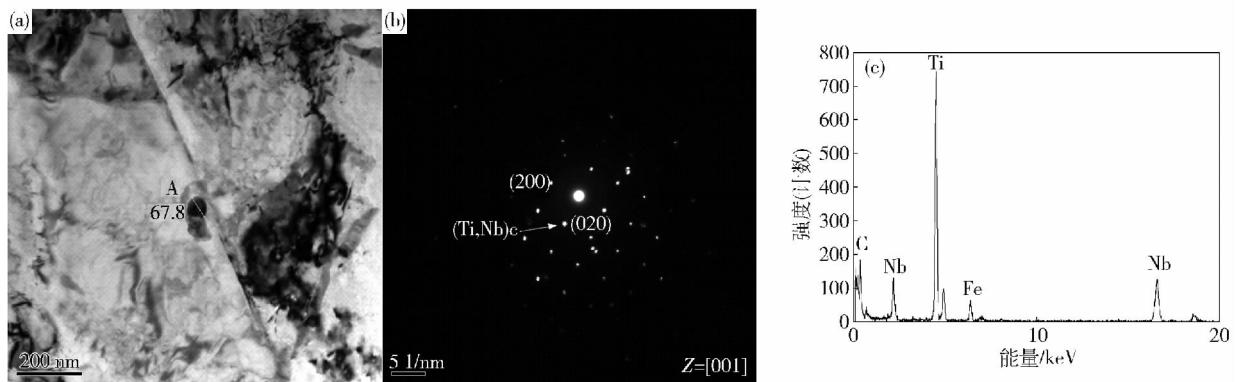


图7 热轧态钢透射电镜观察. (a) 析出相形貌及尺寸; (b) 衍射斑; (c) 能谱分析

Fig. 7 TEM observation of the hot rolled steel: (a) morphology and size of the second phase; (b) SAED pattern; (c) EDS spectrum

为(Nb ,Ti) C.

3 分析讨论

在实验条件一定的情况下,冲击断口上纤维区和剪切唇所占比例越大则试样的韧性越好^[6]. 由图2的断口形貌分析可知:热轧态试样冲击断口主要是解理断裂,纤维区和剪切唇所占的比例很小;回火态试样冲击断口上仅中间圆圈出现了解理断裂,其他部分均为

细小且均匀韧窝组成,纤维区和剪切唇所占比例较大并且出现明显的塑性变形. 因此,回火试样比热轧态试样韧性好. 通过金相组织观察可发现: 经过回火后出现更多的针状铁素体组织,它们彼此咬合和相互交错,可以对裂纹的扩展起到强烈的阻滞作用^[7]. 有研究发现^[8]针状铁素体的优良韧性主要与其组织中高密度大角度晶界的出现有关. 这是因为当裂纹扩展经过大角度晶界时,晶界能是稳定不变,它会迫使解理裂纹

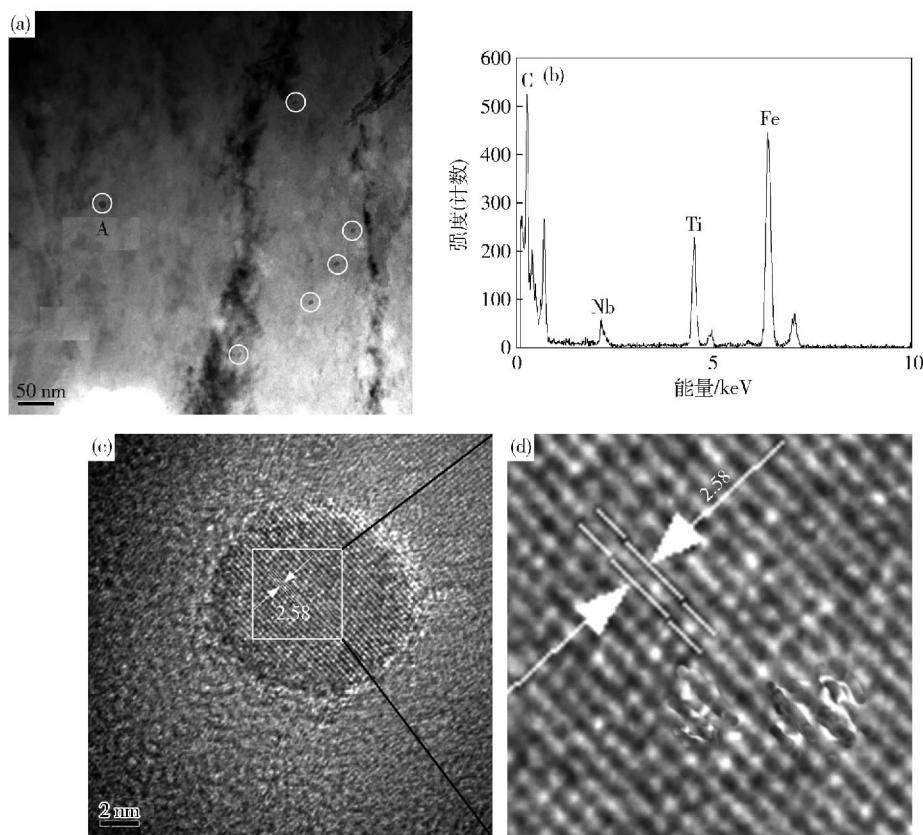


图8 回火态钢析出物透射电镜表征。(a)形貌及分布;(b)能谱分析;(c)(d)高分辨透射电镜分析

Fig. 8 TEM characterization of precipitates in the tempered steel: (a) morphology and distribution; (b) EDS spectrum; (c, d) HRTEM analysis results

改变原来的扩展路径,消耗更多的能量。小角度晶界的晶界能随取向差的变化而变化,只有当取向差 $\geq 15^\circ$ 时,晶界能达到最大值,才能保持不变^[9],所以小角度晶界不能有效阻止裂纹的扩展。在轧制试样中,晶界取向差 $\geq 15^\circ$ 的组织单元可以作为有效阻碍裂纹扩展的晶粒,有效晶粒尺寸越小,大角度晶界比例越高,裂纹扩展时改变方向次数越多,对冲击功的消耗越大^[10]。试样经过回火处理后,具有更多的针状铁素体组织,大角度晶界比例增加3.43%,有效晶粒尺寸降低0.56 μm ,使其具有更好冲击韧性。

在低碳高强度贝氏体钢中,粗大的岛状组织是降低板材韧性的一个重要原因。M/A岛主要是在奥氏体向铁素体转变过程中形成的,当奥氏体向铁素体转变时,碳和合金元素向奥氏体中扩散聚集,使奥氏体相更加稳定。经过随后的快速冷却,仅部分残余奥氏体转变为马氏体组织,从而构成残余奥氏体与马氏体组织的混合组织。尽管M/A岛的存在可以起到一定的强化作用,但它也破坏基体的连续性,在M/A的周围或多或少存在一些晶格畸变而产生应力集中。当这些M/A岛尺寸较大时,在相界面处的晶格畸变严重,因塑性变形诱发形成的裂纹尺寸极易超过裂纹失稳扩展的临界尺寸,在外力作用下将迅速扩展降低韧性。细小弥散

的M/A岛组织则不易形成裂纹,对裂纹的扩展有强烈的阻滞作用^[11],因此贝氏体中M/A岛以数量少、尺寸小、分布均匀和形状为类球形为最佳^[12]。热轧态试样相对于回火态试样具有较多粗大的M/A岛和粒状贝氏体,是冲击韧性偏低的原因之一^[13]。

在微合金钢中同时存在几种微合金沉淀相时,各沉淀相的沉淀析出具有一定的次序,一般情况下,析出相与基体之间更容易满足新析出相形核所需要的条件^[14]。因此,试样中往往存在复合析出相。TiC和NbC这两种化合物均为面心立方结构,且晶格常数相近(0.4328 nm和0.447 nm),它们的碳氮化物可以相互作用形成复合析出相^[15],而TiC的完全溶解温度在1350 $^\circ\text{C}$ 以上比NbC的溶解温度高,所以往往是NbC依附TiC形核析出。第二相的形核—长大过程主要受到碳元素与合金元素的扩散控制^[16]。经过480 $^\circ\text{C}$ 回火处理后,虽然试样中位错密度降低,减少元素的扩散通道,但却增加碳与合金元素的扩散系数,析出新的第二相。由于回火温度较低,不利于溶质原子的长程扩散,使得这些析出物来不及聚集长大,而保持细小弥散的分布状态。一方面这些细小的析出相将钉扎位错以及晶界,保证微合金低碳贝氏体钢的回火稳定性^[17],增强析出强化作用;另一方面,由于钢铁材料中的析出相

均较硬, 通常位错均以绕过机制通过析出相, 在析出相周围留下多层次位错环, 可以提高材料的应变硬化速率^[18], 改善材料的均匀塑性。因此, 析出相的尺寸以及分布是影响钢材塑韧性的重要原因之一。

4 结论

(1) AH80DB 钢的热轧态试样以脆性断裂为主, 冲击断口形貌中大部分区域为放射区, 对材料冲击韧性不利; 回火态试样则以韧性断裂为主, 断口上的纤维区和剪切唇所占比例较高。

(2) 热轧态与回火态 AH80DB 钢试样的组织均为针状铁素体、粒状贝氏体以及板条状贝氏体; 而热轧态试样中 M/A 岛呈方向性分布且尺寸较大, 经过回火处理后, 针状铁素体组织增多, M/A 岛尺寸较小, 有效减少裂纹扩展路径, 提高试样冲击功。

(3) AH80DB 热轧钢经过回火处理后, 板条间的部分小角度晶界消失, 晶粒间融合长大, 大角度晶界比例由 17.33% 增加到 20.76%, 平均有效晶粒尺寸减小。

(4) AH80DB 钢热轧态和回火态试样中析出相均为 (Nb, Ti) C。热轧试样中析出相尺寸较大, 在 50~150 nm 之间, 数量较少; 经过回火处理后, 试样中析出较多 10 nm 球状或类球状的细小析出相, 增强析出强化作用的同时也改善了材料的均匀塑性。

参 考 文 献

- [1] Wang K L, Lu S Q, Li X, et al. Strengthening factors of microalloyed high strength low carbon bainitic steel. *Mater Mech Eng*, 2009, 33(12): 27
(王克鲁, 鲁世强, 李鑫, 等. 微合金高强度低碳贝氏体钢中不同强化方式的作用. 机械工程材料, 2009, 33(12): 27)
- [2] Krauss G, Thompson T W. Ferritic microstructure in continuously cooled low and ultralow carbon steels. *ISIJ Int*, 1995, 35: 937
- [3] Sun M X, Wang M, Yi H L, et al. Effect of tempering temperatures on microstructure and properties of low carbon high strength bainitic steels. *J Northeast Univ Nat Sci*, 2013, 34(12): 1725
(孙明雪, 王猛, 衣海龙, 等. 回火温度对低碳贝氏体高强度钢组织性能的影响. 东北大学学报(自然科学版), 2013, 34(12): 1725)
- [4] Zhang S, Ren Y, Wang S, et al. Effect of tempering process on the structure property of high strength pipeline steel. *Angang Technol*, 2009(1): 18
(张帅, 任毅, 王爽, 等. 回火工艺对高强度管线钢组织性能的影响. 鞍钢技术, 2009(1): 18)
- [5] Wu B P, Huang Y H, Zhang Y, et al. Precipitating behavior of secondary phases in high performance bridge steel. *Spec Steel*, 2011, 32(3): 54
(吴保平, 黄运华, 张跃, 等. 高性能桥梁钢第二相的析出行为. 特殊钢, 2011, 32(3): 54)
- [6] Wang X J. Charpy impact toughness and fracture appearance of ship structural steels. *Dev Appl Mater*, 1995, 10(01): 44
(王献钩. 舰船结构钢的夏比冲击韧性与断口形貌. 材料开发与应用, 1995, 10(01): 44)
- [7] Díaz M, Madariaga I, Rodriguez-Íbabe J M, et al. Improvement of mechanical properties in structural steels by development of acicular ferrite microstructures. *J Constr Steel Res*, 1988, 16(1): 413
- [8] Gourgues A F, Flower H M, Lindley T C. Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures. *Mater Sci Technol*, 2000, 16(1): 26
- [9] Li B, Gao S, Zhang C Y. Influence of microstructure on low temperature impact toughness of a high strength ship plate. *Baosteel Technol*, 2012(5): 23
(李冰, 高珊, 张才毅. 微观组织对一种高强度船板用钢低温冲击韧性的影响. 宝钢技术, 2012(5): 23)
- [10] Gao G H, Zhang H, Bai B Z. Effect of tempering temperature on low temperature impact toughness of a low carbon Mn-series bainitic steel. *Acta Metall Sin*, 2011, 47(5): 513
(高古辉, 张寒, 白秉哲. 回火温度对 Mn 系低碳贝氏体钢的低温韧性的影响. 金属学报, 2011, 47(5): 513)
- [11] Chen L H, Kang Y L, Li X H, et al. Effect of processing parameters on microstructures and properties of low-carbon bainitic high strength steels produced by CSP. *J Mater Eng*, 2009(9): 47
(陈林恒, 康永林, 黎先浩, 等. 轧制工艺对 CSP 生产低碳贝氏体高强钢组织和性能的影响. 材料工程, 2009(9): 47)
- [12] Yu Q B, Wang B, Sun Y, et al. Development of 700 MPa grade steel plate with high strength and toughness by Steckel mill. *Mater Sci Technol*, 2009, 17(5): 701
(于庆波, 王斌, 孙莹, 等. 应用炉卷轧机开发 700 MPa 级高强度钢板. 材料科学与工艺, 2009, 17(5): 701)
- [13] Kong J H, Wu L X, Xie C S. Effect of hot-rolling process on microstructure and properties of low carbon microalloyed steel. *Hot Work Technol*, 2004(11): 43
(孔君华, 吴力新, 谢长生. 热轧工艺对低碳微合金钢组织与性能的影响. 热加工工艺, 2004(11): 43)
- [14] Qi J J, Huang Y H, Zhang Y. *Microalloyed Steel*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006
(齐俊杰, 黄运华, 张跃. 微合金化钢. 北京: 冶金工业出版社, 2006)
- [15] Drian H A, Pickering F B. Effect of Ti additions on austenite grain growth kinetics of medium carbon V-Nb steels containing 0.008~0.18% N. *Mater Sci Technol*, 1991, 7(2): 176
- [16] Maugis P, Gouné M. Kinetics of vanadium carbonitride precipitation in steel: a computer model. *Acta Mater*, 2005, 53(12): 3359
- [17] Zhao M, Yang K. Strengthening and improvement of sulfide stress cracking resistance in acicular ferrite pipeline steels by nano-sized carbonitrides. *Scripta Mater*, 2005, 52: 881
- [18] Wang C J, Sun X J, Yong Q L, et al. Effect of bainitic transformation temperature on the microstructures and mechanical properties of the hot rolled TRIP steel containing Ti and Mo and its precipitation characteristics. *Acta Metall Sin*, 2013, 49(4): 399
(王长军, 孙新军, 雍岐龙, 等. 贝氏体相变温度对含 Ti 和 Mo 低碳热轧 TRIP 钢的组织与力学性能影响及析出相的微观结构表征. 金属学报, 2013, 49(4): 399)