



冷拔<110>单晶铜的形变织构和微观组织演变

陈建^{①②}, 严文^{①②*}, 李炳^①, 马晓光^①, 杜新智^①, 范新会^①

① 西安工业大学材料与化工学院, 西安 710032;

② 西北工业大学应用物理系, 西安 710072

* E-mail: yanwen@xatu.edu.cn

收稿日期: 2010-10-30; 接受日期: 2011-01-01

国家自然科学基金(批准号: 50901055, 50771076)和陕西省教育厅科研专项(批准号: 07JK274)资助

摘要 采用电子背散射衍射(EBSD)和透射电子显微镜(TEM)对冷拔<110>单晶铜的织构和微观组织进行了分析. 为了考察初始取向对冷拔铜线材形变组织和织构的影响, <110>试验结果并与冷拔<100>和<111>单晶铜的结果进行了对比. 发现与<100>和<110>单晶铜相比, <110>单晶铜晶粒分裂更加明显, 在冷拔过程中迅速形成<100> + <111>织构. 但高应变下, 由于剪切应力的影响, <100>和<111>织构组分沿线材径向的分布并不均匀, <100>织构绝大部分分布在试样表面, <111>则主要分布于试样中心. 冷拔<110>单晶铜的微观组织研究结果表明, 在低应变情况下, 可表征为两类非晶体学几何必须位错界面, 随变形量的增加, 大量 S 带开始出现, 高应变时, 绝大部分位错界面已与冷拔方向平行, 形成薄片状组织. 与<100>和<111>单晶铜相比, 冷拔<110>单晶铜的几何必须位错界面的平均失配角和平均间距更大. 由于<110>单晶铜中同一织构组分内仍能形成高角度界面, 在位错界面失配角分布图中很快形成双峰分布.

关键词

单晶铜

冷拔

形变织构

变形微观组织

OCC (ohno continues casting)技术是定向凝固与连续铸造技术的结合^[1~4]. 采用 OCC 技术可制备长度不受限制的单晶金属线材. 由于没有晶界, 单晶铜线材具有优异的塑性变形能力和信号传输性能. 因此, 单晶铜线材的制备受到广泛关注.

目前, 采用 OCC 技术制备单晶铜线材的工艺参数已基本成熟. 但 OCC 技术制备的单晶铜其直径较粗, 必须经过多次冷拔才能应用. OCC 技术制备单晶金属线材主要通过控制固液界面形状和位置来实现^[3, 4]. 在凸向液相的固液界面情况下, 引晶阶段形成的多个晶粒通过晶粒竞争生长机制可逐渐演变成单晶体. 晶粒竞争生长过程中, <100>与热流方向, 即线材轴向夹角小的晶粒将吞并夹角大的晶粒. 因此, OCC 技术制备的单晶铜其轴向晶体学方向为<100>^[3, 4]. 但是,

Soda 等人^[5]采用 X 射线衍射以及电子通道等分析技术研究单晶铜时发现, 凝固速度等工艺参数会影响 OCC 技术制备的单晶铜轴向晶体学方向, 并已证实存在<110>, <111>等其他初始取向. 为了最大限度发挥 OCC 技术制备单晶铜的优势, 有必要研究初始取向对冷拔单晶铜的形变织构和微观组织的影响.

冷拔面心立方金属已有研究结果^[6, 7]表明, 冷拔线材中将形成<111> + <100>织构. 对于铜及铜合金, Hibbard^[8]发现, 随变形量的增加, <111>织构组分的强度将增加. 因而得出, <111>是冷拔铜线材中最稳定的取向. 对于<100>织构组分, McHargue^[9]以及 Ahlborn^[10]等人认为其形成机制有冷拔变形过程中的再结晶或孪生等, 并观察到 77, 196 或 373 K 温度下冷拔变形获得的<100>织构组分与<111>之比大于室温. 但 Stout 等人^[11]

发现, 具有<100>织构的冷拔金属线材中并未出现再结晶和大量的孪晶, 指出<100>织构可能来自于未变形的金属线材. English 和 Chin^[12]则关注堆垛层错能对冷拔面心立方金属<111>织构的体积分数与<100>之比的影响, 发现当堆垛层错能低于 Ag 的堆垛层错能时, 随堆垛层错能的增加<100>织构组分强度将增加, 当堆垛层错能大于 Ag 的堆垛层错能时, <100>随层错能的增加而减小.

尽管金属线材的冷拔变形已有大量文献报道^[6~12], 但已有的研究绝大部分都是针对多晶金属线材, 多晶在冷拔过程中无法确定晶粒的初始取向, 因而很难讨论初始取向对冷拔金属线材织构的影响. 另外, 冷拔多晶铜线材的研究主要针对形变织构的演化, 很少有文献涉及微观组织的演变. 因此, 为了揭示 OCC 技术制备单晶铜线材的性能以及分析初始取向对冷拔铜线材的影响规律, 很有必要系统研究初始取向对冷拔单晶铜形变织构和微观组织的影响. 为此, 在文献[13~15]中, 我们已分别表征了冷拔<100>和<111>单晶铜线材的形变织构及微观组织. 本文则采用透射电镜(transmission electron microscopy, 简称 TEM)以及电子背散射衍射(electron backscattering diffraction, 简称 EBSD)系统研究了冷拔<110>单晶铜的微观组织和形变织构, 并与冷拔<100>和<111>单晶铜的分析结果进行了对比.

1 实验方法

直径 $\Phi 8$ mm 的<110>单晶铜线材在定向凝固设备上采用籽晶法制备, 如图 1 所示. 籽晶从 Bridgman 法制备的单晶中切取, 定向凝固采用液态金属冷却, 温度梯度约 100 K/cm. 为了消除籽晶与坩埚之间的杂质对最终单晶质量的影响, 籽晶室上端的坩埚内径需小于籽晶的直径, 这样坩埚可阻挡籽晶表面的杂质进入最终制备的单晶. 籽晶法制备的单晶长度有限, 约 200 mm, 因而还不能直接用于冷拔变形, 于是通过区域熔化将单晶与直径相同的多晶金属线材连接起来. 连接过程中, 为了消除加热重熔对单晶的影响, 单晶需用水冷却. 铜线材冷拔变形在室温下进行, 且不进行任何退火处理. 为了消除冷拔方向对形变组织和织构的影响, 每次冷拔的冷拔方向保持一致. 冷拔过程中, 每道次冷拔变形量小于 15%, 模具锥角约 9°. 为了减小模具与线材间的摩擦力, 冷拔

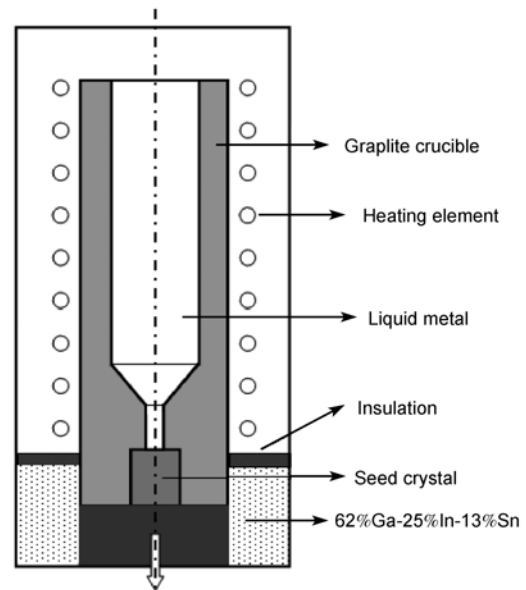


图 1 籽晶法制备单晶铜的示意图

过程中要添加润滑油. 单晶铜经过冷拔变形后其变形量采用下式计算:

$$\varepsilon = 2 \ln \frac{d_0}{d}, \quad (1)$$

式中, ε 为真应变, d_0 和 d 分别表示冷拔前线材的直径 ($\Phi 8$ mm) 以及冷拔后线材的直径.

EBSD 分析试样从线材的纵截面上截取. EBSD 试样先用砂纸打磨, 再进行机械抛光, 机械抛光之后, 再在 500 mL 蒸馏水+250 mL HPO_3 +250 mL 乙醇+50 mL 丙醇+5 g 尿素的溶液中进行电解抛光. 电解抛光的电压为 4 V, 温度 -15°C , 抛光时间 4 min 左右.

籽晶法制备的单晶铜在 LabX XRD-6000 X 射线衍射(X-ray Diffraction, 简称 XRD)仪上检测. 冷拔金属线材的 EBSD 分析在安装有 HKL Channel 5 的 FEI Quanta-400F 热场发射扫描电镜上进行, 主要考察形变织构和微观组织. 分析时采用的加速电压为 20 kV, 试样转角为 70° . 在织构分析过程中, 为了研究形变织构沿线材径向的分布, 分析对象包含冷拔线材中心到表面的整个区域. EBSD 织构分析采用的步长为 $0.3\sim 2\ \mu\text{m}$, 采集数据的标定率在 65% 以上, 绝大部分情况在 75% 以上. EBSD 微观组织分析的步长为 $0.04\sim 0.2\ \mu\text{m}$, 每个试样至少分析 3 个区域, 采集数据的标定率都在 75% 以上, 绝大部分情况在 85% 以上. 不能标定的点采用 Channel 5 软件修复. TEM 试样制备采用双喷电解抛光, TEM 观察在 JEM-2010 透射电镜下

进行, 分析时采用的加速电压为 200 kV.

2 结果与讨论

2.1 变形带与形变组织的演化

图 2 为单晶铜横截面的 XRD 分析结果. 由图 2 可见, XRD 分析结果中仅出现一个(220)衍射峰, 表明制备的<110>单晶试样无明显杂晶. 图 3 为不同变形量的冷拔<110>单晶铜相对于线材轴向的反极图成像. 在图 3 中, 不同颜色表示晶体在线材轴向上具有不同的取向, 每种颜色代表的晶体学方向如图 3(g)所示.

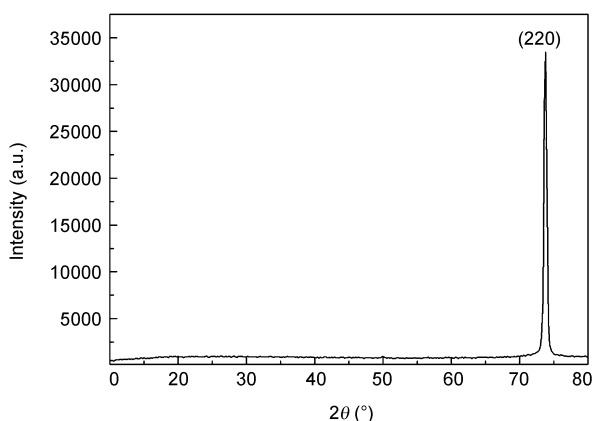


图 2 籽晶法制备的单晶铜 XRD 分析结果

从图 3 可以看出, <110>单晶铜在冷拔过程中发生了明显的晶粒分裂现象, 能够观察到变形形成的变形带. 当真应变为 0.28 时, 变形带与线材轴向间的夹角约为 70°, 如图 3(a)所示. 随变形量的进一步增加, 变形带与线材轴向间的夹角减小. 当真应变大于 0.94 时, 变形带几乎已与线材轴向平行, 形成纤维状组织, 如图 3(c)~(f)所示.

EBSD 采集的数据可用于冷拔<110>单晶铜纤维组织组分的计算, 其计算结果如图 4(a)所示. 为了分析初始取向对冷拔铜线材形变组织演化的影响, 图 4(b)和 (c)分别给出冷拔<100>和<111>单晶铜线材形变组织组分的体积分数. 多晶铜线材形变组织的研究结果表明^[8, 10~12], 在冷拔变形过程中, 晶体的<111>或<100>会转至线材轴向, 形成<111>+<100>组织. 因此, <111>和<100>可认为是冷拔铜线材的稳定取向. 但是, 冷拔<111>和<100>单晶铜的研究结果表明, <111>和<100>并不是在所有变形量下都稳定^[13~15]. 冷拔<100>铜线材真应变小于 1.96 时, <100>组织组分的体积分数大于 90%, 但真应变高于 1.96 时, 部分<100>晶体会转向<111>, 真应变为 4.12 时, <111>组织强度明显高于<100>组织, 如图 4(b)所示. 上述分析表明, <100>仅在低应变下具有很好的稳定性. 与此相反, 冷拔<111>单晶铜试样真应变为 0.58~1.96 时, 部分<111>转至其他方向, 但真应变大于 1.96 情况下, 转向其他取向的绝大部分区域却转回至<111>, 如图 4(c)所示.

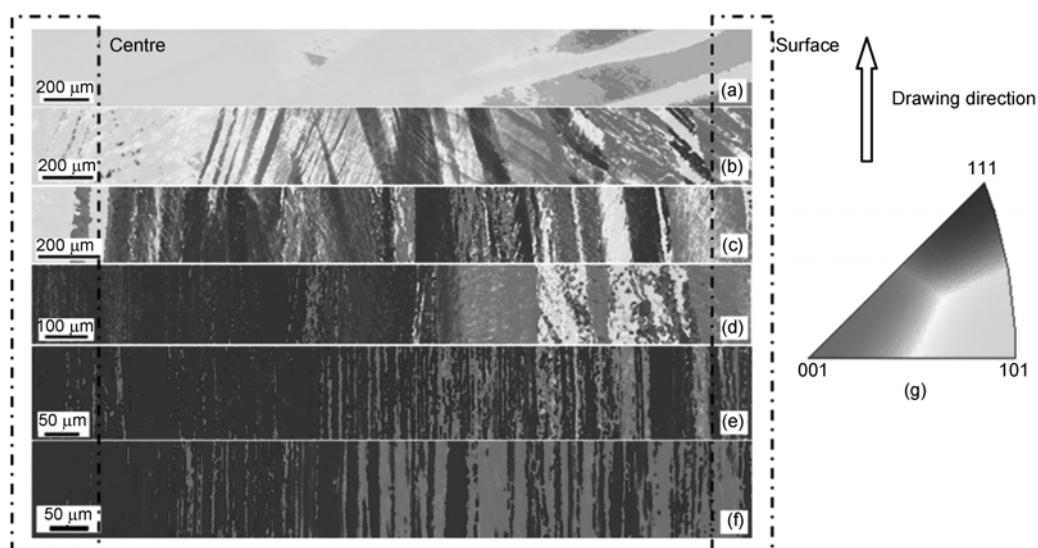


图 3 冷拔<110>单晶铜相对于试样轴向的反极图成像

(a)~(f)的真应变分别为 0.28, 0.58, 0.94, 1.96, 2.77 和 4.12; (g) 不同颜色代表不同晶体学方向

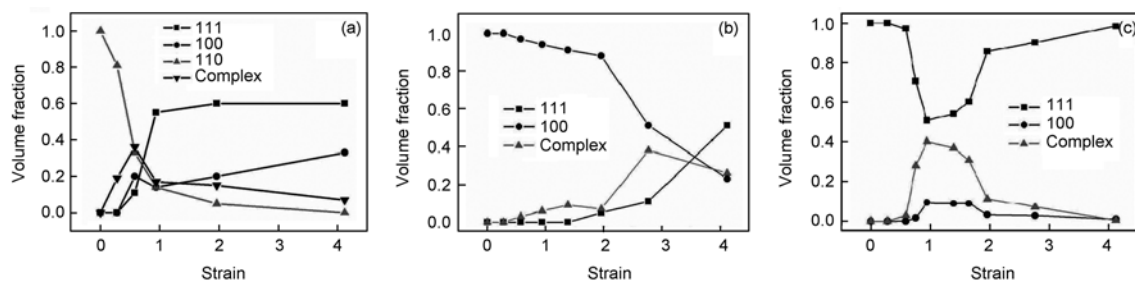


图 4 塑性变形对不同初始取向的冷拔单晶铜不同织构组分体积分数的影响
(a) $\langle 110 \rangle$; (b) $\langle 100 \rangle$; (c) $\langle 111 \rangle$

与冷拔 $\langle 111 \rangle$ 和 $\langle 100 \rangle$ 单晶铜相比, $\langle 110 \rangle$ 单晶铜的稳定性明显降低, 其变形织构组分的演变与多晶铜相似. 随变形量的增加, 初始取向 $\langle 110 \rangle$ 便迅速向 $\langle 111 \rangle$ 或 $\langle 100 \rangle$ 转变, 形成 $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$ 织构. 从图 4(a)可以看出, 真应变大于 0.94 时, 冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜中 $\langle 111 \rangle$ 织构的体积分数已接近 60%. $\langle 100 \rangle$ 织构组分的体积分数也随变形量的增加而增加, 当真应变为 4.12 时, 其体积分数已接近 40%.

与其他织构测试方法相比, 如 X 射线衍射, EBSD 技术关键在于还能揭示形变织构的分布. 从图 3 可以看出, 冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜在冷拔变形过程中, 其织构组分沿线材径向的分布并不均匀. 低应变的情况下, 偏离 $\langle 110 \rangle$ 取向的绝大部分分布在试样表面, 试样中心仍能观察到初始取向 $\langle 110 \rangle$. 随变形量的增加, 具有初始取向 $\langle 110 \rangle$ 的区域由表面向试样中心区域收缩, 如图 3(a)~(c)所示. 在高应变的冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜中, $\langle 111 \rangle$ 织构组分主要位于试样中心, 而 $\langle 100 \rangle$ 织构则靠近试样表面, 如图 3(d)~(f)所示. 模具与试样表面之间的摩擦以及冷拔模具的几何形状将导致金属线材在冷拔过程中承受剪切应力. Park 等人^[16, 17]有限元模拟的研究结果表明, 试样中心的剪切应力可忽略不计. 随着与试样中心位置距离的增加, 剪切应力将逐渐增加. 因此, 可以得出冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜形变织构组分的不均匀性主要是由于剪切应力分布不均匀引起, 变形量较低时, 剪切应力是导致 $\langle 110 \rangle$ 晶体转动的主要原因, 高应变时, 剪切应力有利于 $\langle 100 \rangle$ 织构形成.

2.2 微观组织的演变

对于中高堆垛层错能的面心立方金属, 在变形过程中会产生大量位错. 为了降低系统能量, 变形

形成的位错通过攀移等方式会相互缠结形成位错界面^[18~21]. 变形形成的位错界面主要分附生位错界面 (incidental dislocation boundaries, 简称 IDBs) 和几何必须位错界面 (geometrically necessary boundaries, 简称 GNBs). IDBs 主要指位错胞的胞壁. GNBs 是平面位错界面 (extended planar boundary), 分为高密度位错墙 (dense dislocation walls, 简称 DDWs) 和微带 (microbands, 简称 MBs), 随变形量的进一步增加, 形成由于剪切变形产生的 S 带 (S-band), 当变形量较大时, 微观组织中将能观察到与宏观变形方向平行的薄片状组织 (lamellar boundaries, 简称 LBs).

图 5 和 6 为冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜 TEM 以及高分辨 EBSD 的分析结果. 当变形量较低时, 冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜中已出现两类 GNBs, 如图 6(a)~(b)所示. 从图 6(a)~(b)可以看出, 变形形成的两类 GNBs 并不与冷拔方向平行, 但随变形量的增加, GNBs 与冷拔方向之间的夹角会降低. 例如, 真应变为 0.28 时, 两类 GNBs 与冷拔方向之间的夹角分别为 70° , 如图 6(a)所示, 变形量为 0.58 时, 夹角小于 50° , 如图 6(b)所示. 随变形量的进一步增加, 冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜中已能观察到由两类 GNBs 交互作用形成的大量 S 带, 如图 6(c)所示. 当真应变大于 1.96 时, 变形形成的绝大部分界面已与冷拔方向平行, 形成 LBs, 如图 5(b)以及图 6(d)~(f)所示. 为了分析界面的晶体学特征, 从 EBSD 分析结果中可以得到小形变量试样的平均欧拉角, 根据平均欧拉角可获得分析面上的密排面 $\{111\}$ 迹线, 如图 6(a)所示. TEM 的密排面 $\{111\}$ 迹线主要根据选区衍射花样计算获得, 如图 5(a)所示. 从图 5(a)和 8(a)可以看出, GNBs 与 $\{111\}$ 迹线之间的夹角大于 5° , 表明冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜的 GNBs 为非晶体学界面.

变形过程中, 初始取向不同将导致晶粒开动的

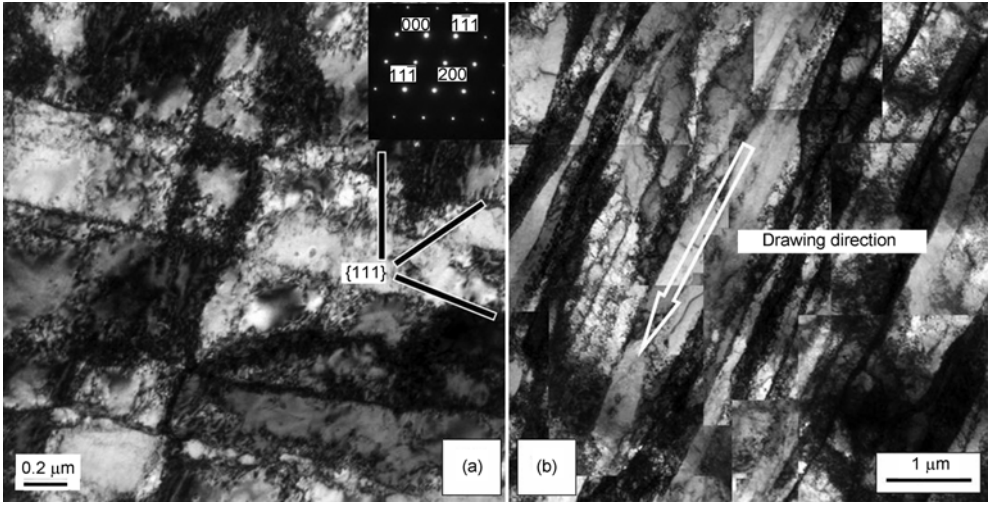


图 5 冷拔<110>单晶铜线材 TEM 分析结果
(a)和(b)的真应变分别为 0.28 和 1.96

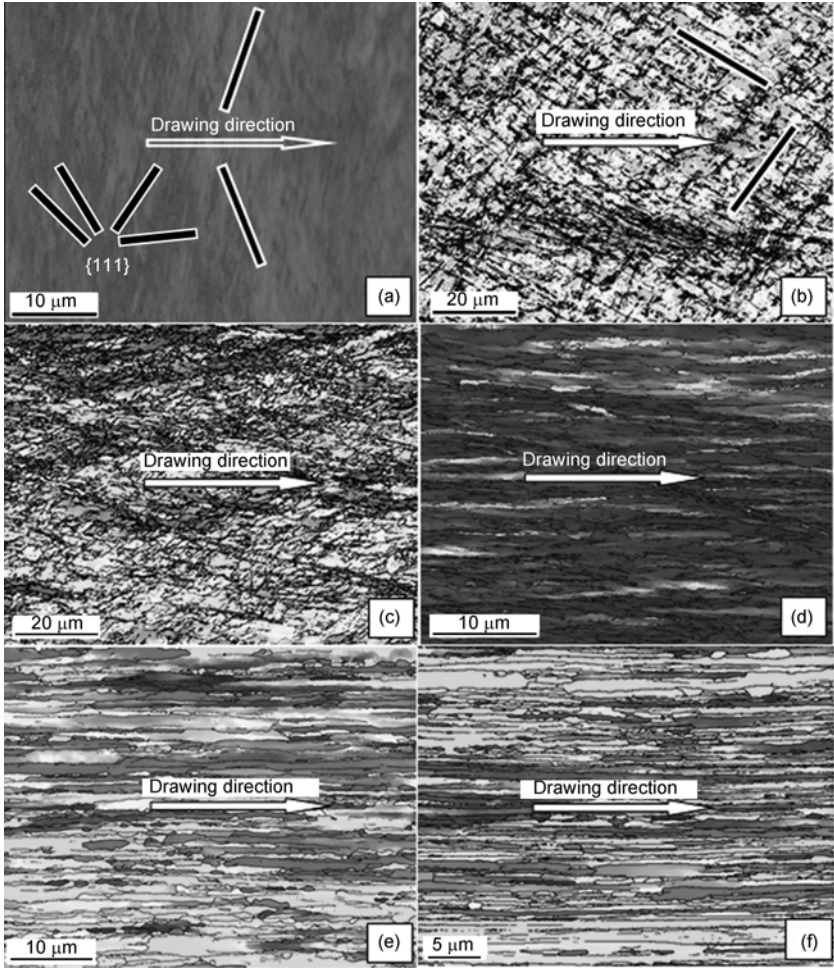


图 6 冷拔<110>单晶铜相对于线材横向的高分辨反极图成像
(a)~(f)的真应变分别为 0.28, 0.58, 0.94, 1.96, 2.77 和 4.12

滑移系不同,从而使晶粒具有不同特征的微观组织. Huang 等人^[22~24]研究表明,拉伸变形情况下,当晶粒的 $\langle 100 \rangle$ 与拉伸方向平行时,形成胞状组织.当拉伸方向为 $\langle 110 \rangle$ 时,形成晶体学平面界面.由于剪切应力的存在,冷拔变形过程的受力将比拉伸变形更加复杂,从而形成不同特征的微观组织.在变形量较低时,冷拔 $\langle 100 \rangle$ 单晶铜中形成等轴位错胞.变形量比较高时, $\langle 100 \rangle$ 单晶铜中不同的变形带将具有不同的微观组织特征^[14].在冷拔方向为 $\langle 100 \rangle$ 的变形带内,微观组织可表征为纵截面上沿冷拔方向拉长,横截面上为等轴状的位错胞,这与 $\langle 100 \rangle$ 平行于拉伸方向的晶粒微观组织一致.但是,在由 $\langle 100 \rangle$ 向 $\langle 111 \rangle$ 转变的变形带内,其微观组织则为晶体学平面界面.在冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜中,尽管与拉伸轴位于 $\langle 110 \rangle$ 晶粒的微观组织相似,为平面界面,但界面的晶体学特征发生了变化,为非晶体学界面.

2.3 界面角度分布

在冷拔 $\langle 110 \rangle$ 铜线材反极图成像图中,沿径向两点间的失配角分布情况如图 7 为所示.图 8 为 EBSD

宏观分析区域内所有位错界面的失配角分布图.为了消除 EBSD 噪声的影响(噪声带来角度变化一般小于 1°),界面失配角分布图中的位错界面最小失配角为 1.5° .从图 7(a)和 8(a)可以看出,当真应变为 0.28 时,位错界面的失配角低于 12° ,属于低角度界面($<15^\circ$).当变形量增加至 0.58 时,尽管绝大部分位错界面仍属于低角度界面,但已能观察到少量高角度位错界面,变形形成的位错界面最高失配角已接近 25° ,如图 7(b)和 8(b).随变形量的进一步增加,高角度界面的数量以及界面的最高失配角也随之增加.当真应变变为 0.94 时,界面最高失配角已高于 55° ,如图 7(c)所示.当真应变变为 4.12 时,最高失配角约为 60° ,如图 7(f)所示.塑性变形量不仅影响位错界面的角度,还会改变位错界面的角度分布.从图 8(a)~(c)可以看出,当真应变小于 1.96 时,在冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜的界面角度分布图中仅出现一个小角度峰.真应变大于 1.96 时,在界面角度分布图中已能明显观察到一个双峰分布:一个峰的角度小于 5° ,另外一个峰的角度大于 50° ,如图 8(d)~(f)所示.从图 8(d)~(f)可以看出,随塑性变形量的增加,双峰分布更加明显.

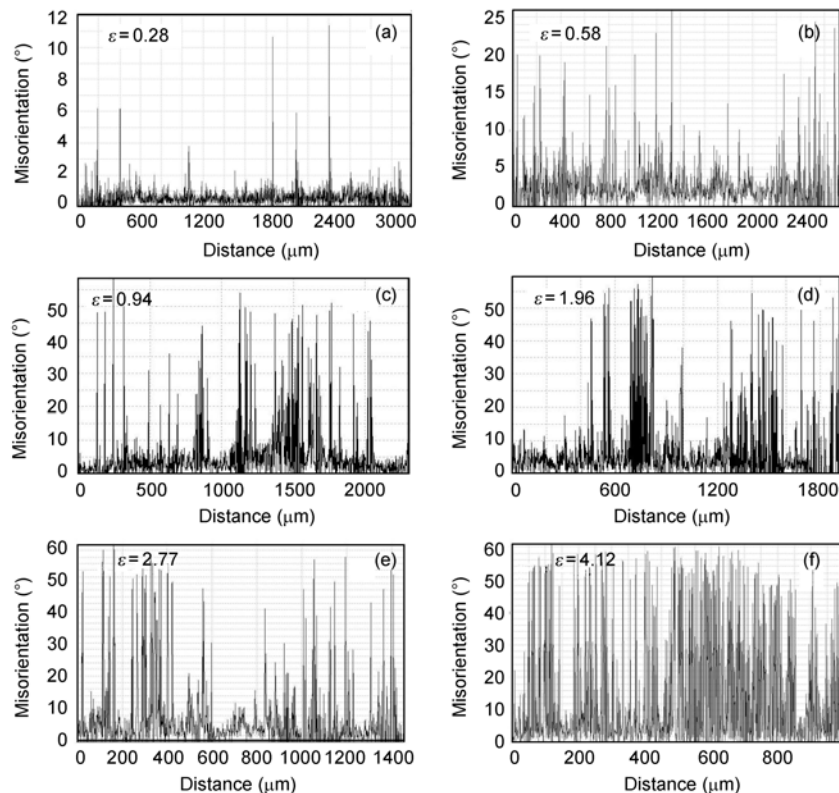


图 7 冷拔 $\langle 110 \rangle$ 单晶铜径向上两点间的失配角变化

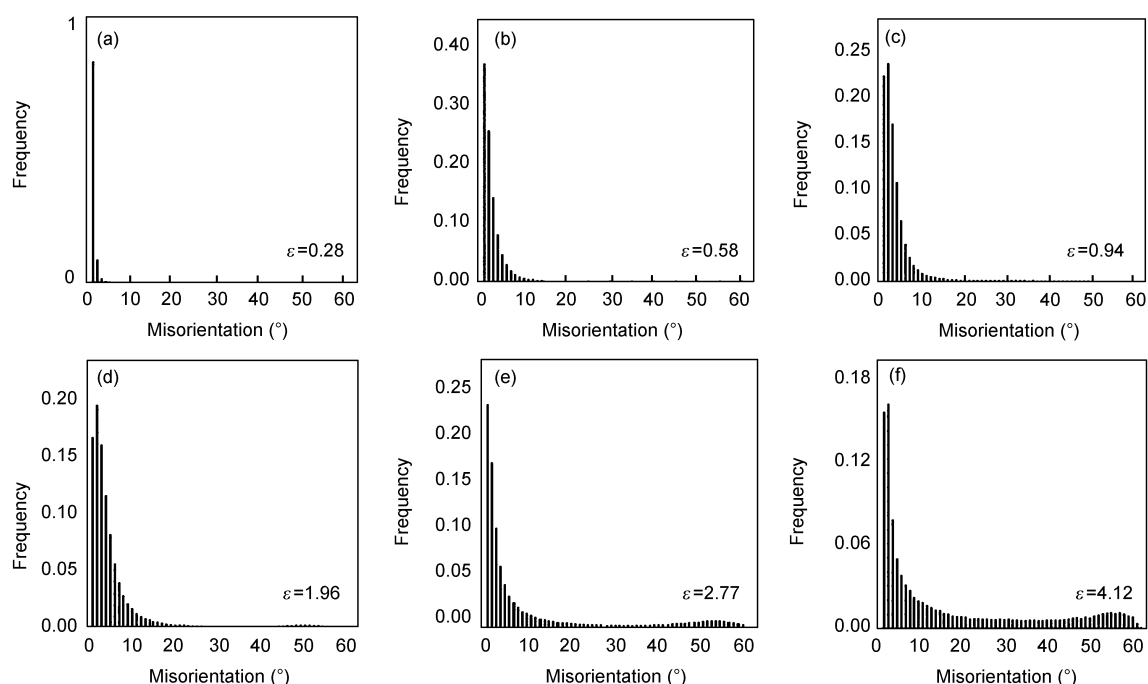


图8 冷拔<110>单晶铜位错界面失配角分布图

在冷轧以及扭转等变形方式下, Hughes 等人^[25]的研究结果表明, 变形量较低时, 在失配角分布图中仅有一个低角度峰, 变形量较高时, 界面失配角分布图中出现一个双峰分布, 这与冷拔<110>单晶铜的研究结果一致. Hughes 认为^[25], 高角度界面的形成主要有形变组织演化以及形变组织转变两种机制. 形变组织演化机制主要包括胞块的形成、S 带以及低角度界面合并等. 形变组织产生的高角度界面主要指不同形变组织组分之间的界面. 但是, 这两种机制产生的界面角度不同, 微观组织演化机制形成的界面其角度不大, 界面失配角分布图的高角度峰绝大部分界面是不同形变组织组分之间的界面. 在冷拔变形过程中, 由于<110>, <100>和<111>三个初始取向的稳定性不同, 界面角度分布将出现明显差别. 当真应变为 1.96 时, 冷拔<110>单晶铜中高角度峰已形成. 初始取向为<100>的冷拔单晶铜变形量低时, 其取向比较稳定, 只有真应变大于 4.12 时才出现大量的<100>组织与<111>组织组分之间的高角度界面, 这将导致<100>单晶铜出现双峰分布的变形量高于<110>单晶铜, 约 4.12^[14]. 对于冷拔<111>单晶铜, 变形量高时, <111>比较稳定, 低应变转向其他取向的区域再次转回<111>, 线材中仅有少量的<100>组织. 因此, 冷拔

<111>单晶铜中无法观察到双峰分布^[15].

初始取向不仅改变界面角度分布, 还会导致高角度界面形成机制出现明显差别. 在冷拔<100>和<111>单晶铜中^[15], 高角度界面主要对应轴向上不同组织组分之间的界面, 而在轴向上同一组织组分内, 变形形成的界面角度不大, 绝大部分属于低角度界面. 表明冷拔变形过程中, 线材轴向晶体转动不显著. 图 9(b)为沿图 9(a)所画直线两点间的失配角分布. 从图 9 可以看出, 在真应变为 4.12 的冷拔<110>单晶铜中, 高角度界面不仅对应<111>和<100>组织组分之间的界面, 在<111>组织组分内也能观察到大量高角度界面, 表明冷拔<110>单晶铜中出现了较大轴向晶体转动, 这可能也是冷拔<110>单晶铜在失配角分布图中容易出现高角度峰的原因之一.

2.4 界面平均失配角以及间距

根据 EBSD 数据, 塑性变形量对冷拔<110>单晶铜界面平均失配角的影响可以获得, 如图 10 所示. 在分析界面平均失配角过程中, 为了消除 EBSD 噪声的影响, 最小失配角为 1.5°. 因此, 其结果仅能反映 GNBs 的平均失配角. 为了分析晶体取向对界面平均失配角的影响, 图 10 也给出冷拔<100>和<111>单晶铜

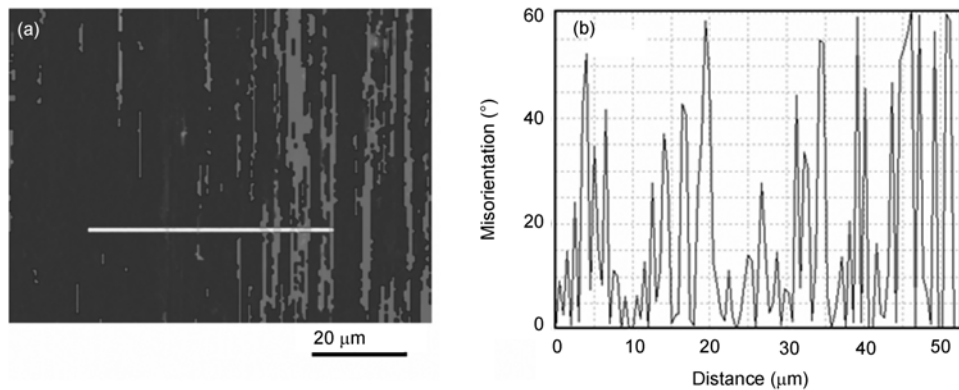


图 9 真应变 4.12 冷拔<110>单晶铜相对于轴向的反极图成像(a)及两点间的失配角沿图(b)所画直线的分布图

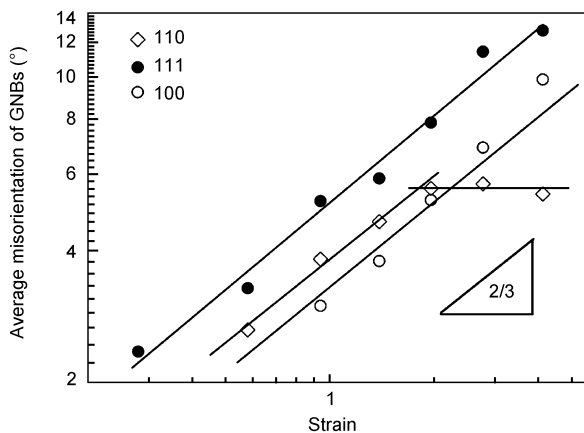


图 10 冷拔单晶铜 GNBs 平均失配角与变形量之间的关系

的界面平均失配角. 从图 10 可以看出, 冷拔<110>单晶铜的界面平均失配角最大. 当变形量较低时, <100>单晶铜的界面平均失配角最小, 但变形量较高时, <100>单晶铜的界面平均失配角高于<111>单晶铜. 在冷拔<110>和<100>单晶铜中, 塑性变形量(ε)与界面平均失配角($\bar{\theta}$)之间满足指数为 $2/3$ 的幂定律:

$$\bar{\theta} = k\varepsilon^{2/3}. \quad (2)$$

实际上, 面心立方金属的塑性变形量与 GNBs 平均失配角之间的关系已有文献报道. 在冷轧变形过程中, GNBs 平均失配角与变形量之间满足指数为 $2/3$ 的幂定律^[26]. 在往复挤压(cyclic extrusion compression)变形方式下, GNBs 平均失配角的幂指数为 $1/2$ ^[27]. 但是, 在累积轧合法(accumulative roll bonding)变形下, 当变形量大于 3.2 时, GNBs 平均失配角会出现一个饱和值, 即随变形量的增加界面平均失配角不再增加^[28]. 从而表明变形方式对界面平均失配角的变化规律有

显著影响. 从图 10 可以看出, 在冷拔变形方式下, <110>和<100>单晶铜的 GNBs 平均失配角的演变与冷轧变形方式相似, 幂指数均为 $2/3$. 在<111>单晶铜中, 尽管变形量较低时, 界面平均失配角的演变与其他取向一致, 但真应变高于 1.96 时, 界面平均失配角出现一个约 6° 的饱和值, 这与累积轧合法报道的现象一致. 因此, 可以得出不仅变形方式会影响界面平均失配角, 晶体取向也是影响界面平均失配角的一个重要因素.

与<110>和<100>单晶铜相比, 高应变冷拔<111>单晶铜不仅在 GNBs 平均失配角方面出现显著的差别, 相应界面平均间距也发生明显改变, 如图 11 所示. 由图可见, 在冷拔<110>和<100>单晶铜以及低应变<111>单晶铜中, GNBs 平均间距($\bar{D}$)与变形量(ε)之间满足如下关系:

$$\bar{D}^{-1} = k\varepsilon^{2/3}. \quad (3)$$

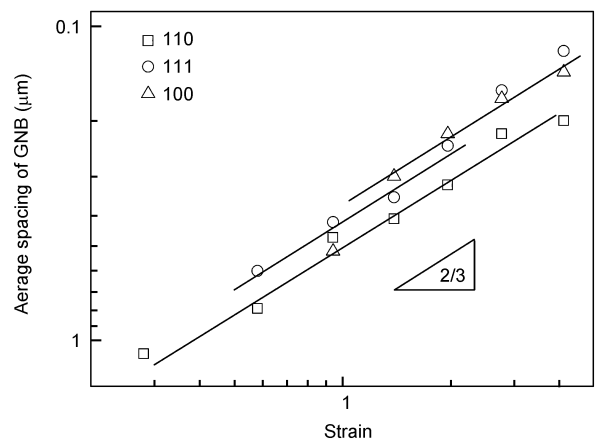


图 11 冷拔单晶铜 GNBs 平均间距与变形量之间的关系

这与冷轧面心立方金属 GNBs 平均间距与变形量的关系一致^[26]。但是, 高应变时, 由于 GNBs 平均失配角出现饱和, 随变形量的增加冷拔<111>单晶铜的界面平均间距降低更加明显。

3 结论

本文采用 EBSD 和 TEM 方法, 对冷拔<110>单晶铜线材的形变组织和微观组织进行了系统分析, 并与冷拔<111>和<100>单晶铜进行了对比, 得出以下主要结论。

(i) 与<100>和<111>单晶铜相比, <110>单晶铜在冷拔过程中更加不稳定, 随变形量的增加, 初始<110>织构迅速向<111>或<100>转变, 当真应变为 0.94 时, <111>织构组分的体积分数已达 60%, 形成<111>+

<100>织构。但是, <111>和<100>织构组分沿线材径向的分布并不均匀, <111>织构组分主要位于试样中心, <100>织构则靠近试样表面。

(ii) 变形量较低时, 冷拔<110>单晶铜的形变组织可表征为两类与冷拔方向不平行的晶体学 GNBs, 随变形量的增加, GNBs 与冷拔方向之间的夹角减小, 中应变时, 大量 S 带出现, 当真应变大于 1.96 时, 形成与冷拔方向平行的 LBs。

(iii) 当真应变小于 1.96 时, 冷拔<110>单晶铜的位错界面失配角分布图中仅能观察到一个小角度峰, 当真应变大于 1.96 时, 双峰分布开始出现。

(iv) 随变形量的增加, 冷拔<110>单晶铜的 GNBs 平均失配角增加, 平均间距减小, 并在同一织构组分中也能观察到高角度界面, 与<100>和<111>单晶铜相比, 冷拔<110>单晶铜的 GNBs 平均失配角和间距更大。

参考文献

- Ohno A. Continuous casting of single crystal ingots by O.C.C process. *J Metals*, 1986, 38: 14–19
- Yan W, Chen J, Fan X H. Effects of grain boundaries on the electrical property of copper wires. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2003, 13: 1075–1079
- 范新会, 李建国, 傅恒志. 固液界面与单晶连铸的表面质量. *材料研究学报*, 1999, 13: 320–322
- 陈建, 严文, 范新会, 等. 小直径金属线材单晶化技术原理及工艺. *西安工业学院学报*, 2004, 24: 280–283
- Soda H, Mclean A, Wang Z, et al. Pilot-scale casting of single –crystal copper wires by the Ohno continuous casting process. *J Mater Sci*, 1995, 30: 5438–5448
- Shin H J, Jeong H T, Lee D N. Deformation and annealing textures of silver wire. *Mater Sci Eng A*, 2000, 279: 244–253
- Rajian K, Petkie R. Microtexture and anisotropy in wire drawn copper. *Mater Sci Eng A*, 1998, 257: 185–197
- Hibbard W R. Deformation texture of drawn face centered cubic metal wires. *Trans AIME*, 1950, 77: 581–585
- McHargue C J, Jetter L K, Ogle J C. Preferred orientation in extruded aluminum rod. *Trans TMS-AIME*, 1959, 215: 831–837
- Ahlborn H, Wassermann G. Einfluß von verformungsgrad und –temperature auf die textur von silberdrähten. *Z Metall*, 1963, 54: 1–6
- Stout M G, Kallend J S, Kocks U F, et al. Material dependence of deformation texture in various deformation modes. In: Kallend J S, Gottstein G, eds. *Proceedings of the 8th international conference on textures of materials, ICOTOM-8*, The metallurgical society, 1998. 479–84
- English A T, Chin G Y. On the variation of wire texture with stacking fault energy in f.c.c. metals and alloys. *Acta Metall*, 1965, 13: 1013–1016
- 陈建, 严文, 王雪艳, 等. 单晶铜线材在冷拉拔变形过程中的组织演化. *中国科学 E 辑: 技术科学*, 2007, 37: 1444–1454
- Chen J, Yan W, Ding R G, et al. Dislocation boundaries in drawn single crystal copper wires produced by Ohno continuous casting. *J Mater Sci*, 2009, 44: 1909–1917
- Chen J, Yan W, Miao J, et al. Microstructure and texture evolution of cold drawn <111> single crystal copper. *Metall Mater Trans A*, 2011, DOI: 10.1007/s11661-011-0654-7
- Park H, Lee D H. Effects of shear strain and drawing pass on the texture development in copper wire. *Mater Sci Forum*, 2002, 408–412: 637–42
- Park H, Lee D H. Evolution of annealing textures in 90 Pct drawn copper wire. *Metall Mater Trans A*, 2003, 34: 531–41
- Sakharova N A, Fernandes J V. Strain path change effect on dislocation microstructure of polycrystalline copper sheets. *Mater Chem Phys*, 2006, 98: 44–50

- 19 Hughes D A, Hansen N, Bammann D J. Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations. *Scripta Mater*, 2003, 48: 147–153
- 20 Ananthan V S, Leffers T, Hansen N. Cell and band structure in cold rolled polycrystalline copper. *Mater Sci Tech*, 1991, 7: 1069–1075
- 21 Hansen N. Cold deformation microstructure. *Mat Sci Tech*, 1990, 6: 1039–1047
- 22 Huang X, Hansen N. Grain orientation dependence of microstructure in aluminum deformed in tension. *Scr Mater*, 1997, 37: 1–7
- 23 Hansen N, Huang X. Microstructure and flow stress of polycrystals and single crystal. *Mater Sci Eng A*, 1998, 46: 1827–1836
- 24 Huang X. Grain orientation effect on microstructure in tensile strained copper. *Scr Mater*, 1998, 38: 1697–1703
- 25 Hughes D A, Hansen N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Mater*, 1997, 45: 3871–3886
- 26 Hughes D A, Hansen N. Microstructure and strength of nickel at large strains. *Acta Mater*, 2000, 48: 2985–3004
- 27 Cao W Q, Godfrey A, Liu Q. EBSD investigation of microstructure and texture evolution during equal channel angular pressing of aluminum. *Mater Sci Eng A*, 2003, 361: 9–14
- 28 Huang X, Tsuji N, Hansen N, et al. Microstructural evolution during accumulative roll-bonding of commercial purity aluminum. *Mater Sci Eng A*, 2004, 340: 265–271