

# 孪晶铜中孪晶尺寸对疲劳位错组态的影响\*

郭小龙 卢磊 李守新

(中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 沈阳 110016)

**摘要** 对孪晶铜进行塑性应变幅控制下的疲劳实验, 研究了不同宽度的孪晶内疲劳位错组态及演化过程. 结果表明, 孪晶宽度不同时, 孪晶内的疲劳位错组态不同. 当孪晶宽度大于  $1\ \mu\text{m}$  时, 孪晶内疲劳位错组态与单晶中情况类似; 孪晶宽度介于  $1\ \mu\text{m}$  到  $200\ \text{nm}$  之间时, 位错形成类 PSBs 结构; 孪晶宽度介于  $200\ \text{nm}$  到  $20\ \text{nm}$  之间时, 孪晶内只能形成一些位错碎片; 孪晶宽度小于  $20\ \text{nm}$  时, 孪晶内没有稳定的晶格位错存在.

**关键词** Cu, 孪晶, 疲劳, 尺寸效应, 位错组态

中图法分类号 TG111.8

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2005)01-0023-05

## EFFECTS OF TWIN SIZE ON THE DISLOCATION CONFIGURATION DURING CYCLIC DEFORMATION OF POLYCRYSTALLINE TWIN COPPER

GUO Xiaolong, LU Lei, LI Shouxin

Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: LI Shouxin, professor, Tel: (024)83978779, E-mail: Shxli@imr.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.50201017)

Manuscript received 2004-02-19, in revised form 2004-05-08

**ABSTRACT** Symmetrical push-pull fatigue tests were conducted on as-electrodeposited polycrystalline twin copper. Different dislocation configurations were formed in twins with different widths. When the twin width  $W_t > 1\ \mu\text{m}$ , loop patches and walls were found in twins, the same as that in single crystal; when  $1\ \mu\text{m} > W_t > 200\ \text{nm}$ , ladder-like structures formed in twin, which like persistent slip bands (PSBs); when  $200\ \text{nm} > W_t > 20\ \text{nm}$ , only some dislocation fragments were found; when  $W_t < 20\ \text{nm}$ , no stable crystal dislocation segments exist in the twin.

**KEY WORDS** Cu, twin, fatigue, size effect, dislocation configuration

为了研究材料疲劳变形机制, 进一步弄清晶体取向与晶粒尺寸对疲劳行为的影响, 对模型材料 Cu 的疲劳研究已经从单晶铜开始, 扩展到双晶铜、多晶铜(粗晶铜)、亚微米铜直到纳米铜<sup>[1-5]</sup>. 对单晶铜的研究表明, 在循环应力-应变曲线的不同区域, 疲劳位错会组成不同类型的有序结构. 而在多晶铜中, 其疲劳位错组态与单晶类似, 只是由于晶界的约束和取向差异, 使得位错结构更加复杂无序.

对含大量纳米级生长孪晶的电解沉积铜的最新研究表明<sup>[6]</sup>, 当铜的晶粒尺寸降低到亚微米级且晶粒内含有大量纳米级厚度的孪晶时, 材料具有超高的强度、较高的

延伸率, 且电导率与常规多晶铜相当. 而且, 纳米孪晶的厚度越小, 材料强度越高, 延伸率越大. 这种特殊的优越性能与孪晶有密切关系, 而目前对 Cu 中孪晶的力学行为的研究还很少.

本文采用电化学沉积法得到一种平均晶粒尺寸约  $5\ \mu\text{m}$ 、孪晶含量很高的孪晶铜, 孪晶铜中孪晶的宽度范围从几微米到几纳米<sup>[7]</sup>. 对孪晶铜进行疲劳实验, 考察不同宽度孪晶内, 疲劳位错的组态及演化过程, 分析了孪晶尺寸对位错行为的影响.

### 1 实验方法

采用电火花切割技术将孪晶铜板加工成骨头形疲劳试样, 标距部分为  $6\ \text{mm}$ , 截面尺寸为  $2\ \text{mm} \times 2.5\ \text{mm}$ . 疲劳实验采用对称拉压加载, 恒塑性应变幅控制, 轴向塑性应变幅  $\Delta\varepsilon_p/2$  的范围从  $1.15 \times 10^{-4}$  到  $3.9 \times 10^{-3}$ , 加载频率为  $0.5\ \text{Hz}$ . 实验在最大载荷为  $1\ \text{kN}$  的岛津电液伺

\* 国家自然科学基金资助项目 50201017

收到初稿日期: 2004-02-19, 收到修改稿日期: 2004-05-08

作者简介: 郭小龙, 男, 1977 年生, 博士生

服疲劳机上进行,大部分样品循环到断裂为止.从疲劳后试样的正表面截取薄片,制备 TEM 样品,并在 JEOL-2000FXII 透射电镜上进行观察,工作电压为 200 kV.

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 疲劳硬化曲线及循环应力 - 应变曲线

图 1 为孪晶铜在不同塑性应变幅下的疲劳硬化曲线.大部分疲劳样品循环加载至断裂,断裂前各样品均已达到循环应力饱和.从图中可以看出,随  $\Delta\varepsilon_p/2$  的增加,循环饱和应力也明显提高.

图 2 为孪晶铜的循环应力 - 应变曲线 (CSSC),图中同时给出了单晶铜的 CSSC 以便对比.为了将孪晶材料的轴向应力与单晶的切应力比较,采用 Taylor 因子 (3.06) 与 Sachs 因子 (2.24) 进行了转换.与单晶铜相比,孪晶铜的循环饱和应力有明显的提高,特别是塑性应变幅较大的时候.孪晶铜疲劳性能同常规多晶铜类似,即 CSSC 中已不出现平台.但由于孪晶的存在,孪晶与疲劳位错之间

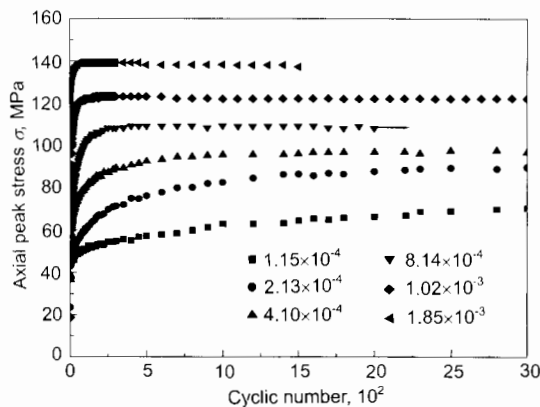


图 1 不同塑性应变幅下孪晶铜的疲劳硬化曲线

Fig.1 Cyclic hardening curves of twin copper at different plastic strain amplitudes

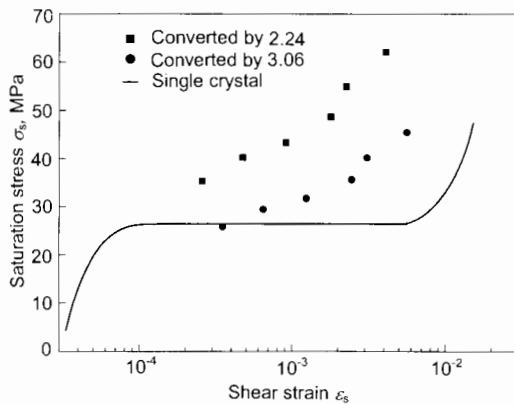


图 2 孪晶铜与单晶铜的循环应力 - 应变曲线对比

Fig.2 CSSC of twin copper compared with that of single crystal, in order to compare the axis stress in twin copper and shear stress in single crystal, the Taylor factor 3.06 and Sachs factor 2.24 used

有一定的相互作用,孪晶对孪晶铜的疲劳性能有一定的影响,详细研究见文献 [7].

对单晶铜及多晶铜疲劳位错组态的大量研究表明,在室温下单晶铜的疲劳位错组态往往呈现出特定的有序结构.随着循环应变幅的增大,疲劳饱和时的位错组态从松散脉络 (loop patches) 到发展良好的脉络 (vein),随后产生驻留滑移带 (PSBs),最后到迷宫结构 (labyrinth),胞结构 (cells).单晶铜的这些疲劳位错特征结构有其自身的特征尺寸.如室温下单晶铜疲劳产生的脉络宽度约为  $1.5 \mu\text{m}$ , PSB 厚度约为  $1.2 \mu\text{m}$ , PSB 墙间距约为  $1.3 \mu\text{m}$ ,迷宫结构的间距及胞结构的尺寸也都在  $1 \mu\text{m}$  左右.在多晶铜疲劳研究中,对多晶铜晶粒尺寸的控制一般采用冷加工和退火结合的方法,而此类方法得到的多晶铜的晶粒尺寸一般在  $10 \mu\text{m}$  以上,已有研究中最小平均晶粒尺寸为  $8 \mu\text{m}$  [8].在已有的疲劳研究中,多晶铜的晶粒尺寸大都远大于疲劳位错组态的特征尺寸,所以多晶铜的晶粒内位错组态大体上仍与单晶铜类似.用 ECAP 方法制备得到的亚微米铜中,由于材料较小的晶粒尺寸和较高的内应力,疲劳过程中不会形成有序疲劳位错组态,材料中只有大量无序的位错缠结,发生位错回复、动态再结晶和剪切带行为,形变主要由剪切带承担 [9].本实验的孪晶铜中,孪晶尺寸范围从几微米到十几纳米,虽然孪晶界与常规大角晶界有明显的形貌差异,但有研究表明 [10],孪晶界与常规晶界在阻碍位错运动方面没有太大本质差别,较小的孪晶宽度为研究小范围约束条件下疲劳位错演化过程提供了有利条件.

### 2.2 宽度大于 $1 \mu\text{m}$ 的孪晶内的位错组态

图 3 为宽度大于  $1 \mu\text{m}$  的孪晶中疲劳位错组态的演化过程.图中 a—d 分别为塑性应变幅从小 ( $\Delta\varepsilon_p/2 = 1.15 \times 10^{-4}$ ) 到大 ( $\Delta\varepsilon_p/2 = 7.60 \times 10^{-4}$ ) 的情况.

塑性应变幅较小 ( $\Delta\varepsilon_p/2 = 1.15 \times 10^{-4}$ ) 时,疲劳位错以脉络结构为主,如图 3a 所示,脉络较长的部分其方向大体与孪晶界垂直,即脉络中位错的滑移方向平行于孪晶界.由于铜中孪晶界面总是  $\{111\}$  晶面族,由位错的滑移取向可知此时主滑移面为 (111),平行于孪晶界面,而位错大都为初级位错.

当塑性应变幅增大到  $4.10 \times 10^{-4}$  时,位错由松散脉络向紧密的墙结构转变,如图 3b 所示,同一孪晶条内 A 区仍是脉络结构,而 B 区已经发展成墙结构. A 区孪晶宽度较大, B 区孪晶宽度变窄,宽度的变化使疲劳过程中局域应变产生差异,位错组态也发生相应的变化.而不同的孪晶区域内,位错组态也会有明显的差异,如图 3c 中所示.图 3c 中孪晶条内 (C 区) 的疲劳位错组态为正在发育的墙结构,而较大晶粒内 (D 区) 为典型的脉络结构.疲劳过程中,孪晶铜中晶粒尺寸差异使不同晶粒承受的有效剪切应变不同,导致了最终疲劳位错组态的差异.仔细观察 D 区,可以发现 D 晶粒内与孪晶界距离不

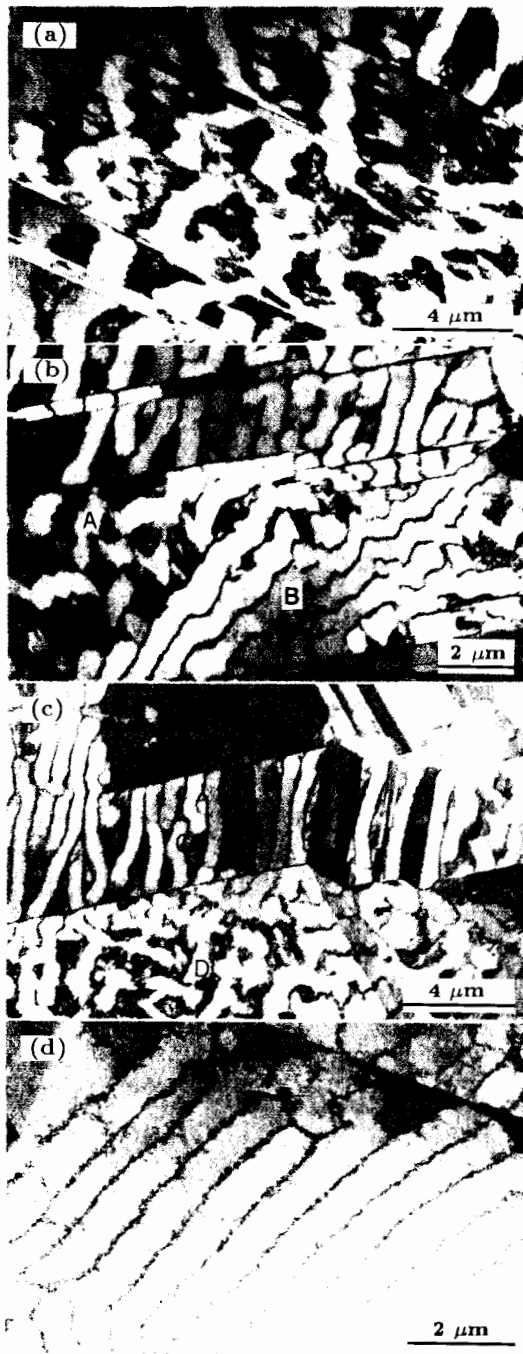


图3 宽度大于  $1 \mu\text{m}$  的孪晶中疲劳位错组态的演化

Fig.3 The evolution of dislocation configuration in Cu twins with width greater than  $1 \mu\text{m}$

(a)  $\Delta\varepsilon_p/2 = 1.15 \times 10^{-4}$ ,  $N_f = 140000$ , loop patches structure (b, c)  $\Delta\varepsilon_p/2 = 4.10 \times 10^{-4}$ ,  $N_f = 12000$  vein structure (A, D) and wall structure (B, C) appearing (d)  $\Delta\varepsilon_p/2 = 7.60 \times 10^{-4}$ ,  $N_f = 9000$ , dense wall structure and cell structure near interface

同的区域的位错组态存在明显差异。远离孪晶界的区域位错为典型脉络结构，脉络宽度和其周围位错密度低的通道宽度相近。而孪晶界附近（约  $1 \mu\text{m}$  距离内）的区域，脉

络宽度明显减小，可以认为是墙结构了。

当塑性应变幅为  $7.60 \times 10^{-4}$  时，孪晶内的疲劳位错形成致密的墙结构，如图 3d 所示。孪晶内部的墙结构呈平行排列，墙与墙之间的螺形位错段在疲劳过程中往复运动，使墙厚度不断变小，最终达到致密化。靠近孪晶界的区域的墙结构存在明显不同的取向，有的地方已经形成胞结构，这些区域已发生了明显的多滑移。

一般的说，随着应变的增大疲劳 Cu 中位错结构演化次序为脉络结构、墙结构及胞结构。从图 3c 和 3d 两图中孪晶界对位错组态的影响可以看出，孪晶界在疲劳过程中承担了较周围材料更大的变形，使其附近区域在疲劳过程中也发生比其它地方更大的塑性切应变，导致这些区域内位错组态的发展进程比周围加快，使位错组态产生明显的差异。

### 2.3 宽度为 $1 \mu\text{m}$ — $200 \text{ nm}$ 的孪晶内的位错组态

图 4 为塑性应变幅较小 ( $\Delta\varepsilon_p/2 = 4.10 \times 10^{-4}$ ) 和较大 ( $\Delta\varepsilon_p/2 = 3.90 \times 10^{-3}$ ) 时孪晶铜中孪晶宽度在  $1 \mu\text{m}$ — $200 \text{ nm}$  范围内的孪晶内部的疲劳位错组态及演化情况。图 4a 是一组平行排列的孪晶，孪晶条中的位错以位错墙和脉络碎片为主，墙和脉络基本垂直于孪晶界。在较窄的孪晶内位错墙结构发育较好，如箭头所示的孪晶内

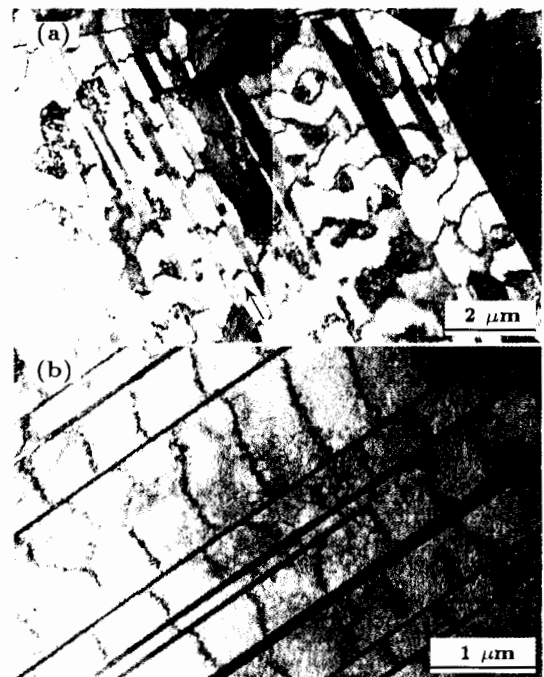


图4 宽度在  $1 \mu\text{m}$ — $200 \text{ nm}$  之间的孪晶中疲劳位错组态的演化

Fig.4 The evolution of dislocation configuration in twins with width region of  $1 \mu\text{m}$ — $200 \text{ nm}$

(a)  $\Delta\varepsilon_p/2 = 4.10 \times 10^{-4}$ ,  $N_f = 12000$ , walls, vein fragments and PSB-like structure (shown by arrow) (b)  $\Delta\varepsilon_p/2 = 3.90 \times 10^{-3}$ ,  $N_f = 2200$ , dense ladder like PSBs

的位错已形成了类 PSBs 结构, 只是墙的厚度还比较大, 没有达到最致密化. 疲劳塑性应变幅较大时, 宽度在  $1\ \mu\text{m}$ — $200\ \text{nm}$  范围的一组孪晶内的位错将形成类 PSBs 结构, 其致密的梯状墙结构垂直于孪晶界, 墙间跨距基本相同, 如图 4b 所示.

孪晶宽度在  $1\ \mu\text{m}$ — $200\ \text{nm}$  范围内时, 孪晶内的疲劳位错组态将最终发展成为类 PSBs 结构. 这种结构将有利于孪晶铜疲劳应力的饱和, 延长应力饱和区平台的范围 [7]. 孪晶内类 PSBs 位错结构的生成与孪晶界的特殊晶体结构有关. 孪晶界两侧的晶格呈镜面对称, 而 Cu 中的孪晶界面恒属于  $\{111\}$ . Konopka 等 [10] 研究认为孪晶界与常规大角晶界类似, 对材料形变和位错运动都具有制约作用. 疲劳过程中, 孪晶界附近区域内的位错运动将受到很大的定向制约. 当取向合适时, 主滑移面 (111) 会平行于孪晶界面, 这就使孪晶条内的位错运动严格的一致化, 位错只能在孪晶界所在的 (111) 面上, 沿某个  $[110]$  方向滑动. 随疲劳周次的增多, 这些位错通过自组织过程

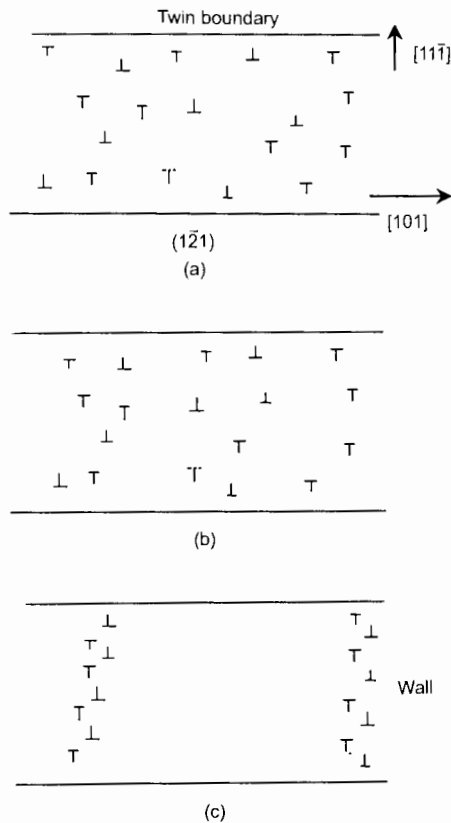


图 5 宽度为  $1\ \mu\text{m}$ — $200\ \text{nm}$  的孪晶中类 PSBs 的演化示意图  
 Fig.5 Schematic of evolution process of the like-PSBs in twins with width between  $1\ \mu\text{m}$  and  $200\ \text{nm}$   
 (a) random dislocations in twin  
 (b) irregular wall formed under cyclic loading  
 (c) regular walls (PSB-like structure) formed with increasing cyclic deformation

形成致密的梯状墙结构, 形成类 PSBs, 位错演化过程如图 5 所示.

#### 2.4 宽度小于 $200\ \text{nm}$ 孪晶内的位错组态

当孪晶宽度在  $200$ — $20\ \text{nm}$  范围内时, 疲劳位错将不再组成常规的有序结构, 而只能以少量位错缠结或位错碎片的方式出现, 如图 6 中箭头所示. 细孪晶条内没有形成规则的位错组态, 位错之间没有固定的距离, 呈现较大的无序性. 这一尺寸范围的孪晶内, 由于孪晶界相距太近, 疲劳位错虽可以在孪晶界间往复运动, 但不能形成稳定状态. 主要原因是较大的位错缠结如墙结构在孪晶界的强烈约束下, 其能态较高, 不能稳定存在.

如果孪晶宽度小于  $20\ \text{nm}$ , 在疲劳过程中这些非常细小的孪晶内部将不会有稳定的晶格位错衬度存在, 如图 7 所示. 图 7 所在的样品虽然经受了较大的塑性应变幅 ( $3.9 \times 10^{-3}$ ), 但图中细孪晶条内都未出现明显的刃型位错, 透射实验中较大幅度地旋转样品时也没有发现孪晶内有明显的位错衬存在. 疲劳过程中铜的位错结构主要由均匀的刃型位错偶极子组成, 而室温下此类位错偶极子的特征距离为  $24\ \text{nm}$  左右 [11]. 如果孪晶条宽度小于位错

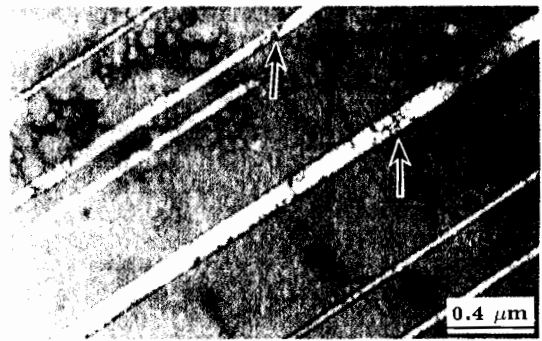


图 6 宽度在  $100$ — $20\ \text{nm}$  之间孪晶中的疲劳位错组态  
 Fig.6 A few of tangle and fragment dislocation (as shown as arrows) in twins with width in the region of  $100$ — $20\ \text{nm}$ ,  $\Delta\epsilon_p/2 = 3.9 \times 10^{-3}$ ,  $N_f=2200$

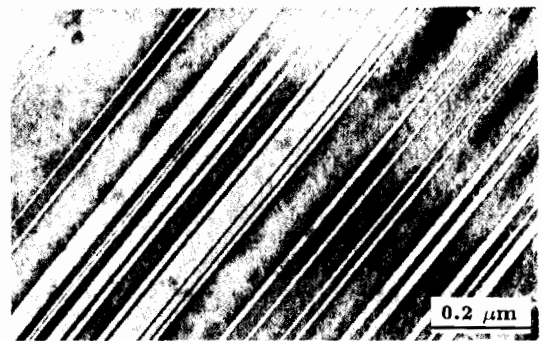


图 7 宽度小于  $20\ \text{nm}$  的孪晶中不出现疲劳位错  
 Fig.7 No stable dislocation appearing in twins with width of less than  $20\ \text{nm}$ ,  $\Delta\epsilon_p/2 = 3.9 \times 10^{-3}$ ,  $N_f=2200$

偶极子的特征尺寸, 位错偶极子中的位错与孪晶界相互作用过大而使位错不能稳定存在于孪晶内部. 此时, 孪晶条可以认为是一种不允许位错穿过的特殊结构, 在材料形变过程中强烈的阻碍位错运动, 起到强化作用. 在已有的工作<sup>[6]</sup>中发现, Cu 中孪晶的平均宽度越小, 材料强度越高, 进一步验证了上述细孪晶条的强化作用.

### 3 结论

孪晶铜疲劳过程中, 不同宽度的孪晶对孪晶内疲劳位错组态造成的影响不同, 存在明显的尺寸效应.

(1) 孪晶宽度大于  $1\ \mu\text{m}$  时, 孪晶界对位移的约束作用不大, 多滑移比较容易启动, 位错组态及演化过程与单晶中情况近似.

(2) 孪晶宽度在  $1\ \mu\text{m}$  到  $200\ \text{nm}$  之间时, 孪晶界限制多滑移的启动, 位错组态形成一种规则排列的类 PSBs 结构.

(3) 孪晶宽度在  $200\ \text{nm}$  到  $20\ \text{nm}$  之间时, 孪晶条内只存在一些位错碎片, 没有形成特征有序结构.

(4) 孪晶宽度在  $20\ \text{nm}$  以下时, 孪晶条内没有稳定的晶格位错存在, 孪晶可以看成一种强化相结构.

### 参考文献

- [1] Laird C, Charsley P, Mugurabi H. *Mater Sci Eng*, 1986; 81: 433
- [2] Jia W P, Li S X, Wang Z G, Li X W, Li G Y. *Acta Mater*, 1999; 47: 2165
- [3] Feltner C E, Laird C. *Aata Metall*, 1967; 15: 1633
- [4] Vinogradov A, Kaneko Y, Kitagawa K, Hashimoto S, Stolyarov V, Valiev R. *Scr Mater*, 1997; 36: 1345
- [5] Witney A B, Sanders P G, Weertman J R, Eastman J A. *Scr Metall Mater*, 1995; 33: 2025
- [6] Lu L, Shen Y F, Chen X H, Qian L H, Lu K. *Science*, 2004; 16: 422
- [7] Guo X L, Shen Y F, Lu L, Li S X. *Aata Metall Sin*, 2004; 40: 337  
(郭小龙, 申勇峰, 卢磊, 李守新. 金属学报, 2004; 40: 337)
- [8] Wu S D, Wang Z G, Jiang C B, Li G Y, Alexandrov I V, Valiev R Z. *Scr Mater*, 2003; 48: 1605
- [9] Kawazoe H, Yoshida M, Basinski Z S, Niewczas M. *Scr Mater*, 1999; 40: 639
- [10] Konopka K, Mizera J, Wyrzykowski J W. *J Mater Proc Technol*, 2000; 99: 255
- [11] Neumann P. *Fatigue*. In: Cahn R W, Haasen P eds, *Physical Metallurgy*, Amsterdam: Elsevier Science, 1983: 1554