

[文章编号] 1004-0609(2001)01-0031-05

多晶铜形变显微组织及其再结晶行为^①

黄晓旭¹, 蔡大勇¹, 姚 枚¹, 刘 庆², N. Hansen²

(1. 燕山大学 材料科学与化学工程学院, 066004 秦皇岛; 2. Materials Research Department, Risoe National Laboratory, Denmark)

[摘 要] 采用 TEM 研究了多晶铜形变及再结晶的显微组织特征。结果发现: 多晶铜的形变显微组织表现为 3 种不同类型, 形变显微组织与晶粒的晶体学取向存在明显的依赖关系; 在对不同形变显微组织中位错边界两侧亚晶的取向差及位错边界间距进行定量分析的基础上, 估算了每一类型组织的位错密度及其储存能, 发现不同类型组织间存在明显的差别; 对形变后的试样进行再结晶退火后发现, 再结晶形核机制为晶界弓出形核, 晶界弓出方向为储存能较高的晶粒。

[关键词] 晶粒取向; 形变显微组织; 位错密度; 再结晶

[中图分类号] TG 111

[文献标识码] A

对金属材料形变过程及再结晶的研究已有很长的历史, 随着材料加工过程自动化程度的提高, 为了最佳控制和改进产品的组织和性能, 要求建立定量的和有明确物理基础的模型, 所以近年来对材料的加工过程以及随后退火过程中的组织变化的研究极为活跃^[1~4]。对金属及合金在室温变形过程中微结构的演变已进行了大量研究, 发现具有中、高层错能的面心立方多晶体, 形变显微组织的基本特征表现为晶粒被分割成“位错胞”及含有位错胞的“胞块”, 而多晶铝形变显微组织与晶粒的晶体学取向存在明显的依赖关系, 其形变显微组织表现为 3 种不同类型, 每一类型组织晶粒的晶体学取向在标准极射三角形中位于特定的区域^[5~7]。

作者在以前工作的基础上, 通过对拉伸形变多晶铜及其再结晶后试样显微组织的定量分析, 研究了不同类型形变显微组织对多晶铜的再结晶形核过程及再结晶行为的影响。

1 实验材料与研究方法

本实验采用无氧高纯铜(OFHC, 99.999%), 冷拔后退火, 原始晶粒尺寸为 67 μm , 拉伸试样标距为 25 mm, 室温拉伸, 应变量为 0.31, 应变速率 $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 。对形变后试样进行再结晶退火, 工艺条件为 255 $^{\circ}\text{C} \times 5 \text{ min}$ 。利用 TEM 对形变及再结晶试样的显微组织进行定量分析。

利用文献[7]的方法估测不同类型形变显微组织位错密度, 形变储存能按公式(1)计算:

$$E = \rho \frac{Gb^2}{2} \quad (1)$$

式中 G —剪切模量; b —柏氏矢量大小; ρ —位错密度, 包括位错边界上的位错密度 ρ_b 及边界间的位错密度 ρ_i , ρ_b 根据 TEM 结果按照文献[7]的方法求得, ρ_i 按下式计算:

$$\rho_i = \frac{\alpha\theta}{db} \quad (2)$$

式中 θ —位错边界两侧晶体的取向差; d —位错边界间距; α —常数, 本文取 3。

2 结果与讨论

2.1 形变显微组织的定量分析

对多晶铜试样的形变显微组织分别从纵截面(平行于拉伸方向)及横截面(垂直于拉伸方向)进行了观察。结果发现: 在本实验条件下, 形变显微组织在一个晶粒内部均匀一致, 而不同晶粒之间存在明显差别, 其形变显微组织可分为 3 种不同类型, 并且显微组织类型与晶粒的晶体学取向之间存在明显联系, 如图 1 所示。可见, 具有 I 型组织特征的晶粒, 其晶体学取向主要分布于极射赤面投影三角形中间部位, 且该组晶粒的取向分布比较分散; 具有 II 型和 III 型组织特征的晶粒, 其晶体学取向分别分布于极射赤面投影三角形的 [100] 角和 [111] 角

① [基金项目] 中丹合作研究项目及国家自然科学基金资助项目(59701011)

[收稿日期] 2000-03-30; [修订日期] 2000-08-09

[作者简介] 黄晓旭(1964-), 男, 博士。

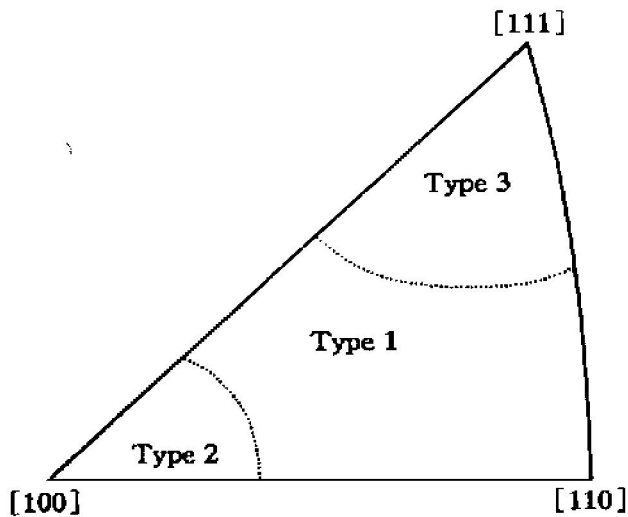


图1 形变显微组织与晶粒晶体学取向关系
Fig. 1 Correlation between type of microstructure and grain orientation

附近。

3种类型形变显微组织的典型特征如图2所

示。

图2(a)为I型组织的典型特征,在该类型组织中,发现有一套较长且平直的位错边界,位错边界间相互平行。位错边界的长度与本实验条件下原始晶粒的尺寸相当,相互平行的位错边界之间为常见的位错胞,位错胞尺寸小于1 μm,在I型组织晶粒的纵截面内也发现了类似特征。纵截面中,位错边界与拉伸轴间的夹角取决于所在试样膜的取向,夹角在20°~80°之间。上述结果说明,I型组织中的位错边界为非常完善的平面结构,同时向拉伸轴方向倾斜。

图2(b)为II型组织的典型特征。II型组织由不同尺寸的等轴位错胞组成。纵截面观察发现胞间的边界有沿拉伸轴方向拉长的倾向。

图2(c)为III型组织的典型特征,该组织特征相对复杂。但从纵截面中则能更清楚地对其特征进行描述,通常该组织中存在两套相对穿插的位错边界,且均与滑移面迹线间存在较大夹角。

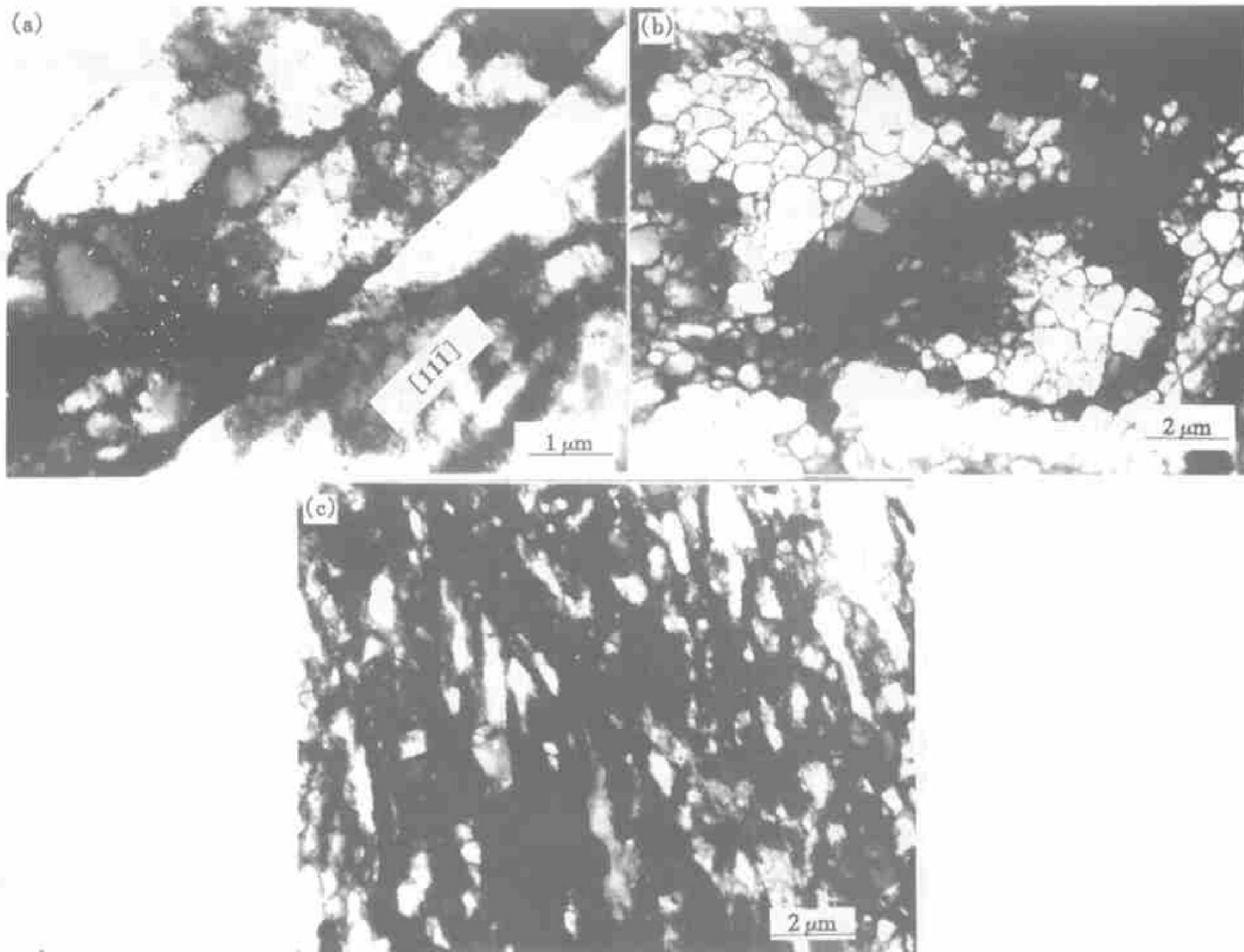


图2 拉伸变形多晶铜的显微组织特征(横截面)

Fig. 2 TEM micrographs of tensile strained deformation microstructure of polycrystalline copper
 (a) —Type I microstructure; (b) —Type II microstructure; (c) —Type III microstructure

形变显微组织的差别反映了不同取向晶粒滑移特征的不同, 不同取向的晶粒必然对应于不同的 Schmid 因子, 即形变过程中开动的滑移系的种类、数目有本质的差别, 从而导致了形变显微组织的差别。

表 1 为位错边界两侧晶体的取向差(θ)及边界间距(d)的测量结果。由表 1 可见: 3 种不同类型组织间其边界间距相差较小, 而位错边界两侧晶体的取向差数值差别较大。不同类型组织的位错密度及储存能的计算结果也列在表 1 中, 很明显, III 型组织具有最大的位错密度及储存能, 而 II 型组织的位错密度及储存能较小。

2.2 再结晶过程

将应变量为 0.31 的试样进行再结晶退火处理后, 对其纵截面进行 TEM 观察。结果发现: 再结晶形核阶段已经开始, 但形核过程并非均匀地发生于形变组织的所有位置, 再结晶形核没有发生于晶粒内部, 甚至是具有较高储存能的 III 型组织的晶粒, 而是发生于原始晶界。在 I 型组织与 II 型组织之间

晶界(I / II)、II 型组织与 III 型组织之间晶界(II / III)、I 型组织与 II 型组织之间晶界(I / III)均发现了再结晶的存在, 如图 3~ 5 所示。

由图 3~ 5 可见: 再结晶形核机制为原始晶界的弓出形核。有关拉伸应变 fcc 金属再结晶的研究表明^[8~ 10]: 在形变金属中, 如果晶界两侧晶粒的位错密度有较大差异, 则原晶界的一部分有可能向着位错密度高的晶粒移动, 晶界移动过程中所扫过区域的形变储能基本释放, 从而在晶界处形成一再结晶核心, 新晶粒与原晶粒(位错密度较低的晶粒)的取向一致。形核过程中大角晶界迁移的驱动力通常认为是由于晶界两侧晶粒储存能的差异。在本实验条件下, III 型组织晶粒与 II 型组织晶粒之间的储存能之差最大, 也就意味着该晶界迁移驱动力最大, 所以观察到的 13 个再结晶核中, 有 9 个再结晶核存在 II 型组织与 III 型组织之间的晶界(II / III)。同时晶界的弓出方向为储存能较高的区域, 再结晶形成的新晶粒与原晶粒的取向基本一致。对于晶界弓出部分的长度进行测量发现, 其长度也取决于相邻晶粒间的储存能之差。

表 1 不同类型组织的表征结果

Table 1 Characterization results of different types of microstructure

Type of microstructure	$\theta/(\text{°})$	$D/\mu\text{m}$	$\rho_v/(10^{14} \text{ m} \cdot \text{m}^{-3})$	$\rho_b/(10^{14} \text{ m} \cdot \text{m}^{-3})$	$\rho_l/(10^{14} \text{ m} \cdot \text{m}^{-3})$	$E/(\text{kJ} \cdot \text{m}^{-3})$
Type I	0.80	0.78	2.10	1.20	3.30	486.60
Type II	0.61	0.75	1.66	0.80	2.46	363.33
Type III	1.40	0.80	3.58	1.50	5.08	748.93

* Calculated from Eqn. 1, taking $G = 45 \text{ GPa}$, $b = 2.56 \times 10^{-10} \text{ m}$

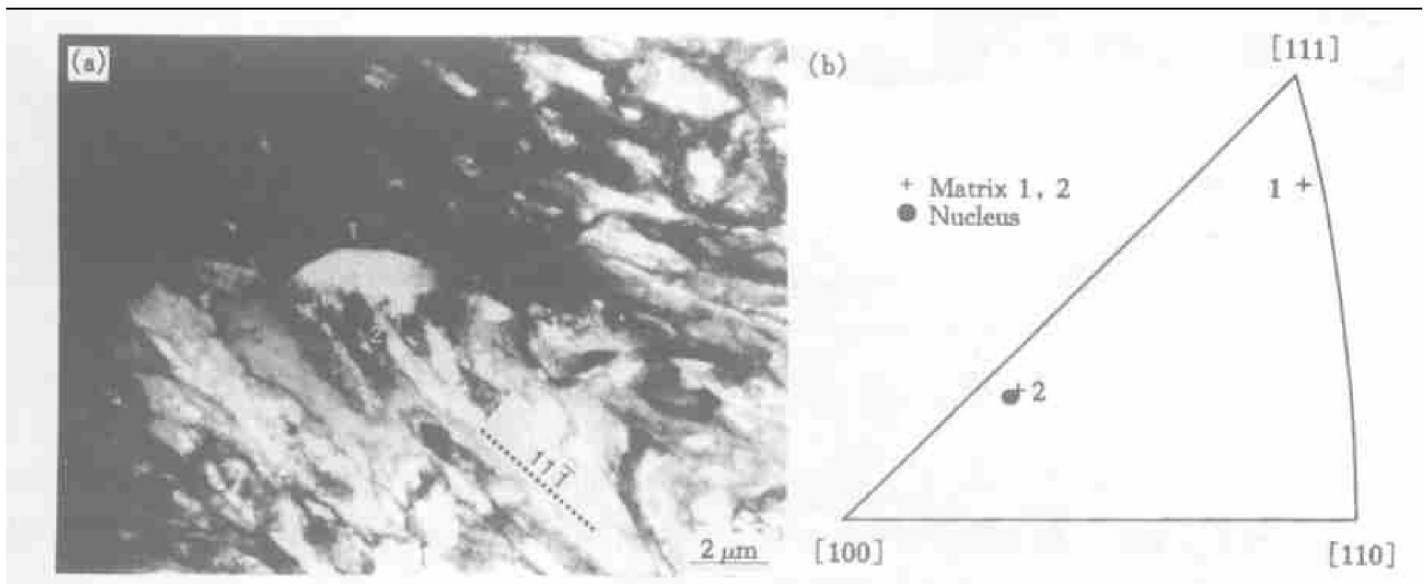


图 3 I 型组织与 III 型组织间晶界的再结晶形核特征(再结晶条件 255 °C × 5 min)

Fig. 3 Nucleation at boundary between Type I and Type III grains in specimen annealing for 5 min at 255 °C

(a) —Nucleation sites and determining sites of matrix orientation(marking with 1 and 2);

(b) —Orientation relationship between nucleus and the matrix grains

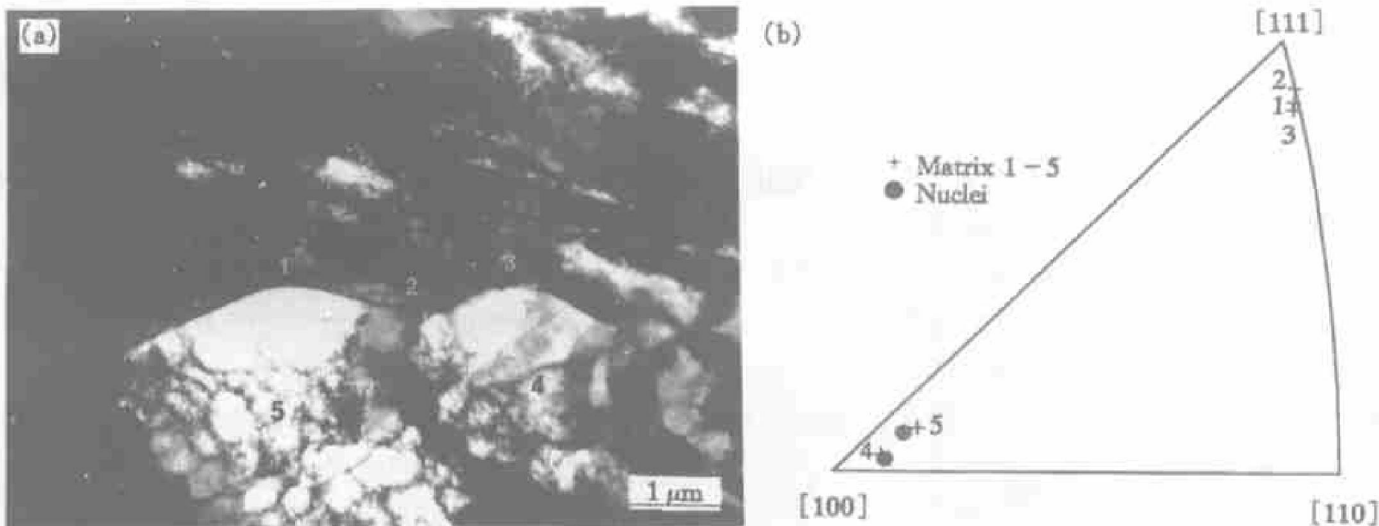


图4 II型组织与III型组织间晶界的再结晶形核特征(再结晶条件 255 °C × 5 min)

Fig. 4 Nucleation at boundary between Type II and Type III grains in specimen annealing for 5 min at 255 °C
(a) —Nucleation sites and determining sites of matrix orientation (marking with 1 to 5);
(b) —Orientation relationship between nucleus and the matrix grains

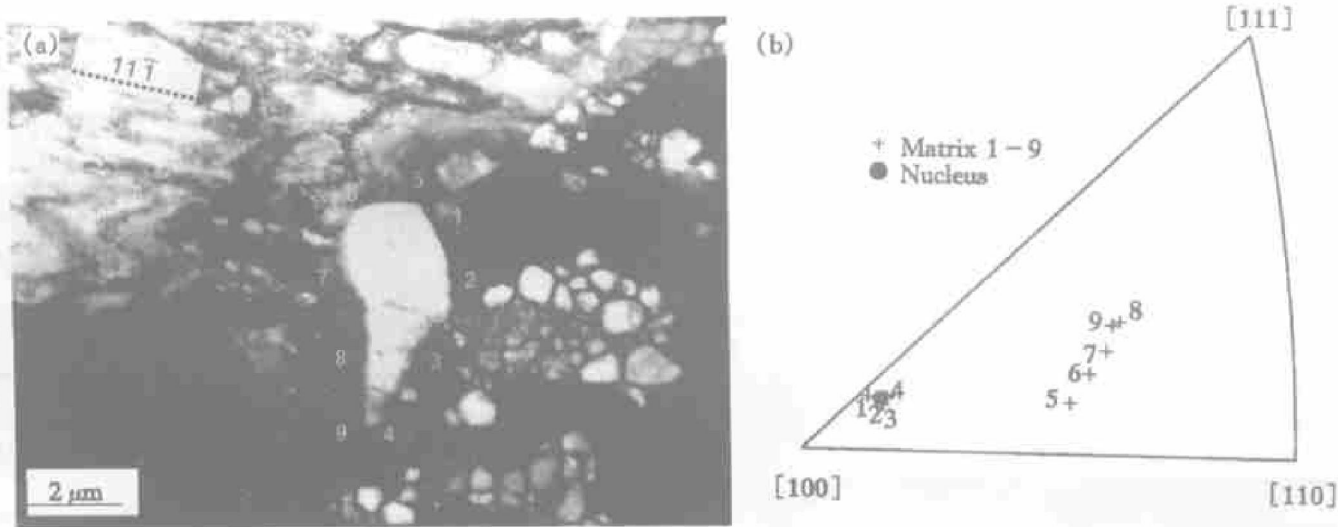


图5 I型组织与II型组织间晶界的再结晶形核特征(再结晶条件 255 °C × 5 min)

Fig. 5 Nucleation at boundary between Type I and Type II grains in specimen annealing for 5 min at 255 °C
(a) —Nucleation sites and determining sites of matrix orientation (marking with 1 to 9);
(b) —Orientation relationship between nucleus and the matrix grains

3 结论

1) 多晶铜的形变显微组织与晶粒晶体学取向之间存在明显的依赖关系,形变显微组织表现为3种类型,即I型组织、II型组织及III型组织,不同类型组织间位错密度及形变储能存在明显差别,其中II型组织的形变储能最小,III型组织的形变储能最大。

2) 再结晶形核机制为晶界弓出形核,再结晶核多形成于形变储能差别较大的II型组织与III型组织之间的原始晶界,晶界的弓出方向为储存能较高的晶粒,再结晶核与形变储能较低晶粒的取向基本一致。

[REFERENCES]

[1] ZHU Qiang(朱 强). 金属材料中的回复与再结晶 [J]. Chinese Journal of Materials Research(材料研究学

- 报), 1998, 2(12): 30–36.
- [2] YU Kun(余琨) and LI Song-ru(李松瑞). 微量 Sc 和 Zr 对 2618 铝合金再结晶行为的影响 [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*, 1999, 9(4): 709–713.
- [3] LONG Chun-guang(龙春光) and ZHANG Hou-an(张厚安). TiC/2618 复合材料的再结晶过程及高温行为 [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*, 1999, 9(4): 740–743.
- [4] Humphreys F J and Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* [M]. Pergamon Press, Oxford, 1996. 4–8.
- [5] Huang X and Hansen N. Grain orientation dependence of microstructure in aluminium deformed in tension [J]. *Scripta Mat*, 1997, 37: 1–7.
- [6] Huang X. Grain orientation effect on microstructure in tensile strained copper [J]. *Scripta Met*, 1998, 38: 1697–1703.
- [7] Hansen N and Huang X. Microstructure and flow stress of crystal and polycrystalline [J]. *Acta Mat*, 1998, 46: 3145–3164.
- [8] Jensen D J. *Orientation Aspects of Growth During Recrystallization* [M]. Denmark: Risoe National laboratory, 1997. 111–118.
- [9] Doherty R D. Current issues in recrystallization: a review [J]. *Materials Science and Engineering*, 1997, A238: 219–274.
- [10] LI Chao(李超). *Physical Metallurgy(金属学原理)* [M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 1993. 331.

Deformation structure and recrystallization behaviour of tensile strained copper

HUANG Xiao-xu¹, CAI Da-yong¹, YAO Mei¹, LIU Qing², N. Hansen²
(1. College of Materials Science and Chemical Engineering, Yanshan University,
Qinhuangdao 066004, P. R. China;
2. Materials Research Department, Risoe National Laboratory, Denmark)

[Abstract] For polycrystalline copper tensile deformation to a moderate strain, the microstructure after deformation and after annealing to the start of recrystallization has been studied by transmission electron microscopy. It is found that different types of deformation microstructures develop depending on the grain orientation. Quantitative measurement of misorientation and spacing of dislocation boundaries induced during deformation has allowed an estimate of the dislocation density and the stored energy for each types of structures. Upon annealing of the deformed samples, nucleation takes place at the original grain boundaries and the nuclei grow into the local region with the highest stored energy.

[Key words] grain orientation; deformation microstructure; dislocation density; recrystallization

(编辑 朱忠国)