

## 高压扭转铜试样的微观组织与压缩性能 \*

谢子令 式晓雷 谢季佳 洪友士

(中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室, 北京 100190)

**摘要** 通过高压扭转对铜试样施加不同程度的变形, 研究了样品扭转面 (ND 面) 和纵截面 (TD 面) 上微观组织特征。对 ND 面, 在较小的剪应变下, 原始晶粒形貌模糊, 晶粒内部形成等轴状的位错胞及亚晶结构; 随变形量的增大, 亚晶间取向差及亚晶内部的位错密度增大, 最后形成亚微米尺度的等轴晶粒。对 TD 面, 变形初期原始晶粒被拉长, 晶粒内部为位错墙分割成的层状结构, 层内为拉长的位错胞; 随变形程度的增大, 拉长晶粒的宽度减小, 与剪切方向的夹角减小, 晶内层状组织间距减小, 并逐渐演化成拉长的亚晶组织; 进一步增大变形, 晶粒拉长痕迹消失, 变形组织与 ND 面相似, 为等轴状亚微米晶粒。压缩实验表明, 经 16 圈扭转后, 整个试样上的压缩性能基本均匀,  $\sigma_{0.2}$  达到 385 MPa, 应变率敏感性指数增大至 0.021。

**关键词** 铜, 高压扭转, 微观结构, 晶粒演变, 压缩性能

中图法分类号 TG146.1

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2008)07-0803-07

## MICROSTRUCTURES AND COMPRESSION PROPERTIES OF COPPER SPECIMENS DEFORMED BY HIGH-PRESSURE TORSION

XIE Ziling, WU Xiaolei, XIE Jijia, HONG Youshi

State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190

Correspondent: HONG Youshi, professor, Tel: (010)82549966, E-mail: hongys@imech.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.10472117, 10772178, 10721202 and 50571110)

Manuscript received 2007-10-15, in revised form 2008-01-08

**ABSTRACT** Microstructures of the transverse and longitudinal sections of commercial purity copper deformed by high-pressure torsion (HPT) have been examined by OM and TEM. In the transverse section the deformed microstructure is complex, and dislocation cell structures formed in the original grains at low strain levels. With increasing strain, the dislocation cells continuously transformed into equiaxed subgrains and finally into equiaxed grains with high angle grain boundaries. In the longitudinal section the elongated grains with lamellar submicron structures were observed at low strain levels, and with increasing strain the boundary spacing of the elongated grains as well as their orientation angle with respect to the shear direction decreased. In the lamellar structures some elongated dislocation cells formed and the misorientation between them increased with increasing shear strain. At medium strains the elongated dislocation cells transformed into subgrains, which transformed into individual grains at large strain, and the outline of the lamellar structure disappeared. Compression testing results show that the yield stress and strain rate sensitivity of the HPT treated copper reached 385 MPa and 0.021, respectively.

**KEY WORDS** copper, high pressure torsion (HPT), microstructure, evolution of grain, compression property

近年来, 利用剧烈塑性变形技术制备亚微米/纳米晶

\* 国家自然科学基金项目 10472117, 10772178, 10721202 和 50571110 资助

收到初稿日期: 2007-10-15, 收到修改稿日期: 2008-01-08

作者简介: 谢子令, 男, 1978 年生, 博士生

金属受到广泛关注 [1-12]。高压扭转 (HPT) 是一种典型的剧烈塑性变形方法, 可获得亚微米甚至纳米晶金属。组织细化程度取决于施加的剪应变 [7-12]。值得注意的是, 大部分的微观组织观察主要是针对扭转面 (ND 面), 变形组织较复杂, 往往将这种结构特征描述成具有等轴晶的形貌 [7-11]。然而, 对 HPT 处理后镍样品变形组织进行

TEM 观察中发现纵截面(TD 面)组织为片层结构，并观察到片层间距随变形量增大而减小的变化趋势；当剪应变达到 20.8 时，还观察到等轴晶和形变孪晶的特征<sup>[12]</sup>。上述结果表明，经 HPT 处理后样品不同截面上的变形组织特征不同。但对于 TD 面上的片层组织在更大应变程度下是否会演化成等轴晶，以及不同材料经 HPT 处理后 TD 面及 ND 面组织特征有待进一步研究。

本文利用光学显微镜(OM)与透射电镜(TEM)对经 HPT 处理不同剪应变的铜试样的 ND 面和 TD 面的变形组织进行观察，并对经 HPT 处理 16 圈的铜试样测试了压缩性能。

## 1 实验材料和方法

实验用材为工业纯铜 T2，将原始铜棒机加工成直径 12.0 mm，厚 3.5 mm 的盘状样品，650 ℃ 真空退火 180 min 得到初始态样品。将初始态样品放置在图 1 所示的 HPT 装置中。上压头固定，通过下压头对试样施加一定压力后并发生扭转，借助于压头与试样表面间的摩擦力，使样品经受扭转变形。

实验中共有 3 组样品，在室温下经 HPT 工艺分别处理了 1、4、16 圈。扭转过程中施加的压力为 1.2 GPa，转速控制在 1/3—1/2 r/min 之间。

图 2a 是微观组织观察样品沿 ND 面及 TD 面取样示意图。TEM 样品取样位置限定在距扭转中心距离  $r \leq 4.5$  mm 区域，OM 样品取样限定在  $r=1.5$  mm 处，基于公式  $\gamma = \frac{2\pi N r}{h}$ ，可以计算出样品经历的名义剪应变  $\gamma$ ，其中  $N$  为扭转圈数， $h$  为试样厚度。

采用电火花切取厚度为 0.5 mm 的薄片样品，依次用 600—2000 号 SiC 砂纸沾水打磨，磨至 50 μm，截成直径为 3 mm 的小圆片，再用 MTP-1 型双喷减薄仪减薄。双喷液配方为磷酸：酒精：去离子水 = 1 : 1 : 2 (体积比)；双喷条件：室温，电流 45—50 mA，电压 10—12 V。金相样品经磨光、抛光处理后，在 10% 的过硫酸铵水溶液

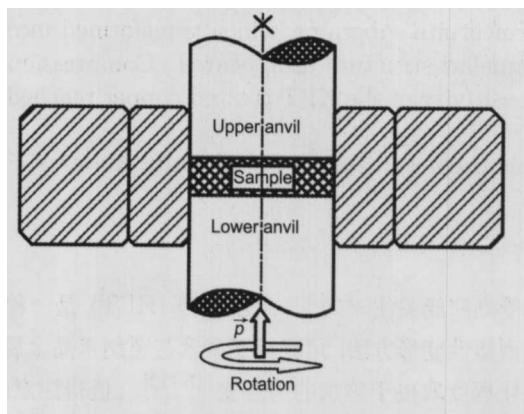


图 1 HPT 工艺原理示意图

**Fig.1** Schematic diagram of the device used for high pressure torsion (HPT) (the upper anvil fixed, applied pressure 1.2 GPa, velocity range 1/3—1/2 r/min)

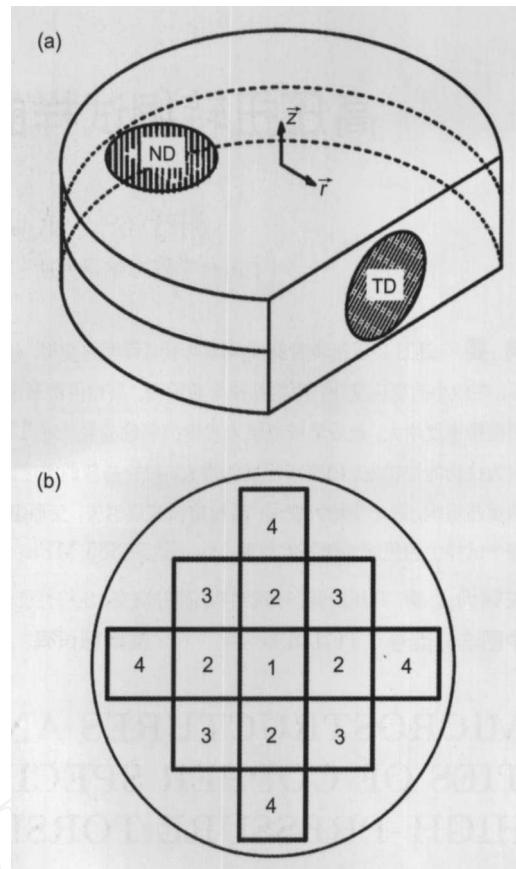


图 2 取样位置示意图

**Fig.2** Schematic drawing of sampling positions ( $\vec{z}$ : torsion axis,  $\vec{r}$ : radius direction)  
(a) used in microstructure observation  
(b) used in compression testing

侵蚀 60 s。

TEM 观察采用 JEOL-100 透射电镜，工作电压为 100 kV。衍射区域的面积为 5 μm<sup>2</sup>。采用割线法测量片层间距及晶粒尺度。

在经 16 圈扭转的样品上取样进行压缩实验，样品截面尺寸为 2 mm×2 mm，高 3 mm。取样位置及编号如图 2b 所示。根据取样中心位置距扭转中心的距离，依次编为 1—4 号样品。

## 2 实验结果与分析

### 2.1 ND 面的微观组织形貌

图 3 为变形前后样品 ND 面的 OM 显微组织形貌。变形前晶粒为等轴状，平均晶粒尺寸为 43 μm，一些晶粒内部存在退火孪晶，如图 3a 所示。变形后，晶粒内部及晶粒之间变形严重，晶界模糊，初始晶粒依稀可见，仍保持等轴状，如图 3b 所示。当  $\gamma$  增大至 10.8 时，如图 3c 所示，晶粒显著细化，初始大晶粒消失，变形组织的均匀性较图 3b 明显增强。进一步增大变形量至 43，变形组织已难以分辨，如图 3d 所示。

图 4 是变形试样 ND 面典型的 TEM 明场像及其对应的选区衍射谱。图 4a 表明  $\gamma=5.4$  时，初始晶粒内部的

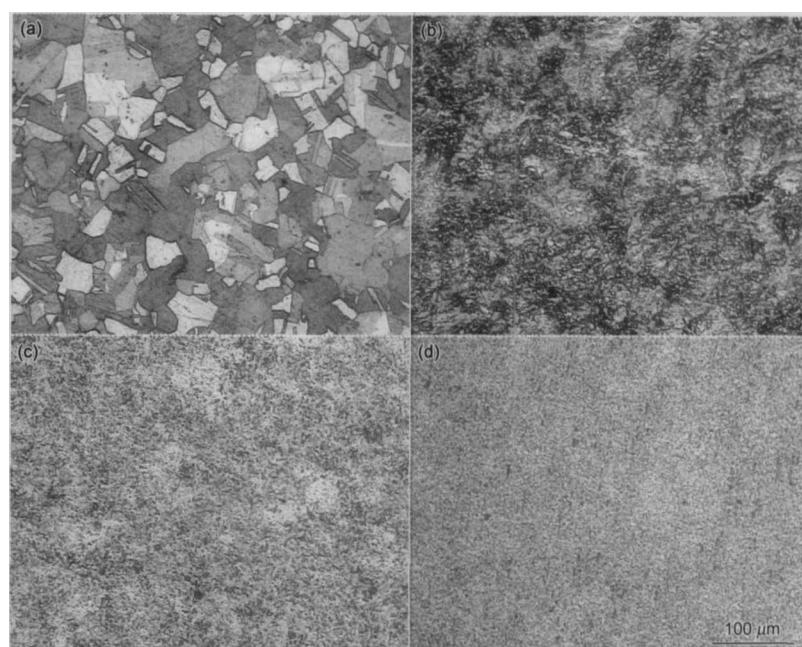


图3 HPT Cu 样品 ND 面光学显微组织

- Fig.3** Optical micrographs of ND sections of the Cu samples deformed by HPT with different shear strains  $\gamma$
- (a)  $\gamma=0$ , initial annealing state ( $650^{\circ}\text{C}/3\text{ h}$ ), average grain size  $43\text{ }\mu\text{m}$
  - (b)  $\gamma=2.7$  ( $N=1$ ,  $r=1.5\text{ mm}$ ), deformed structure is complex and the original grain boundary is hard to be distinguished
  - (c)  $\gamma=10.8$  ( $N=4$ ,  $r=1.5\text{ mm}$ ), uniform microstructure but still difficult to be distinguished
  - (d)  $\gamma=43$  ( $N=16$ ,  $r=1.5\text{ mm}$ ), deformed microstructure is very fine and difficult to be distinguished by OM



图4 HPT Cu 样品 ND 面 TEM 明场像及其选区衍射谱

- Fig.4** Bright-field TEM micrographs and SAED patterns of ND sections of the Cu samples deformed by HPT with different shear strains
- (a)  $\gamma=5.4$  ( $N=1$ ,  $r=3\text{ mm}$ ), subgrain size  $100\text{--}500\text{ nm}$
  - (b)  $\gamma=8.1$  ( $N=1$ ,  $r=4.5\text{ mm}$ ), more dislocations in subgrains
  - (c)  $\gamma=21.5$  ( $N=4$ ,  $r=3\text{ mm}$ ), grain boundaries with large orientation difference, dislocation decreased due to possible dynamic recrystallization, average grain size  $273\text{ nm}$
  - (d)  $\gamma=43$  ( $N=16$ ,  $r=1.5\text{ mm}$ ), steady-state grain refinement, average grain size  $285\text{ nm}$

变形微观组织为等轴状亚晶结构, 亚晶尺寸在 100—500 nm, 亚晶内部位错较少。当  $\gamma$  增大至 8.1 时, 衍射环的连续性增强, 如图 4b 所示, 亚晶尺寸减小, 亚晶间的取向差增大。此时, 亚晶内部位错密度较高, 微观组织处于严重变形状态。当  $\gamma$  增大至 21.5 时, 变形组织中可观察到明显的晶界条纹, 如图 4c, 表明亚晶界已逐渐演化成大角晶界。同时, 许多晶粒内部位错密度较低, 这与变形过程中发生了动态再结晶有关<sup>[13]</sup>, 平均晶粒尺寸为 273 nm。 $\gamma$  进一步增大至 43 时, 变形组织特征基本保持不变, 如图 4d 所示, 表明当应变量增大到一定程度后, 晶粒细化趋于饱和, 平均晶粒尺寸为 285 nm。

## 2.2 TD 面的微观组织形貌

图 5 为变形前后样品 TD 面的 OM 显微组织形貌。变形前晶粒为等轴状, 晶粒内部存在退火孪晶, 如图 5a 所示。图 5b 表明,  $\gamma$  为 2.7 时, 初始晶粒明显拉长, 晶粒拉长方向与剪切方向(图像的水平方向)成 29°, 晶粒平均宽度为 12.5  $\mu\text{m}$ 。当  $\gamma$  增大至 10.8 时, 如图 5c 所示, 晶粒显著变长, 在 OM 下难以分辨, 晶粒拉长的痕迹与剪切方向夹角减小到 12°。当  $\gamma$  增大至 43 时, 晶粒显著细化, 初始晶粒拉长的痕迹消失, 如图 5d 所示。

图 6 为变形样品 TD 面典型的 TEM 明场像及其对应的选区衍射谱。图 6a 表明剪应变  $\gamma$  为 2.4 时, 初始晶粒内部的变形组织为基本平行的位错墙分割而成的层

状结构, 平均片层间距(宽度)为 250 nm。当  $\gamma$  增大至 12.9 时, 变形组织主要为拉长的亚晶结构, 亚晶间平均间距为 170 nm, 局部出现拉长的晶粒组织, 如图 6b 所示。 $\gamma$  进一步增至 21.5 时, 变形晶粒间的衬度差明显, 界面明锐, 局部出现明显的晶界条纹, 如图 6c 所示, 表明亚晶组织已逐渐转变成拉长的晶粒组织, 早期片层结构的痕迹依稀可见, 平均晶粒尺寸为 264 nm。选区衍射图呈断续的环状, 表明所选区域存在较多不同取向的晶粒。同时, 一些晶粒内部位错密度小, 而一些晶粒内部内应力较高, 这与变形过程中发生了动态再结晶<sup>[13]</sup>有关。当  $\gamma$  增大至 37.3 时, 如图 6d 所示, 晶间界面清晰, 晶界条纹增多, 晶粒形貌近似等轴状, 平均晶粒尺寸为 272 nm, 衍射环的连续性有所增加, 晶粒间无规取向差增大。

## 2.3 HPT 过程微观组织形貌演化分析

观察结果表明, 两个截面上的变形组织形貌演化差异较大。ND 面: 经扭转变形后, 晶粒形貌紊乱, 晶粒内部为等轴状亚晶组织, 如图 3b 和图 4a 所示; 随变形量的增大, 初始晶粒显著细化, 如图 3c 和 d; 亚晶间的取向差增大, 亚晶内部位错密度增高, 如图 4b 所示, 微观组织处于严重的变形态; 进一步变形导致亚晶组织演化成等轴状晶粒组织, 如图 4c 和 d 所示。TD 面: 经较小的扭转变形后, 如图 5b 和图 6a 所示, 初始晶粒明显变长, 晶粒内部为位错墙分割而成的层状组织; 随变形量的增大, 晶粒拉长加

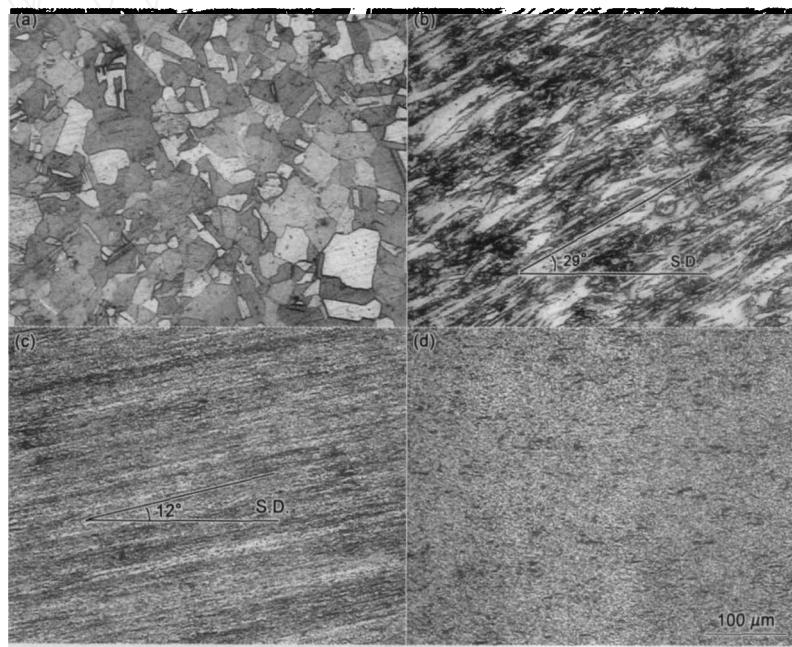


图 5 HPT Cu 样品 TD 面光学显微组织

- Fig.5** Optical micrographs of TD sections of the Cu samples deformed by HPT with different shear strains  
 (a)  $\gamma=0$ , annealing state with equiaxed grains  
 (b)  $\gamma=2.7$  ( $N=1$ ,  $r=1.5$  mm), grains elongated, average width 12.5  $\mu\text{m}$ , average angle 29° with respect to shear direction  
 (c)  $\gamma=10.8$  ( $N=4$ ,  $r=1.5$  mm), fine elongated microstructure, average angle 12° with respect to shear direction  
 (d)  $\gamma=43$  ( $N=16$ ,  $r=1.5$  mm), grain refined obviously, deformed structure features are difficult to be distinguished by OM

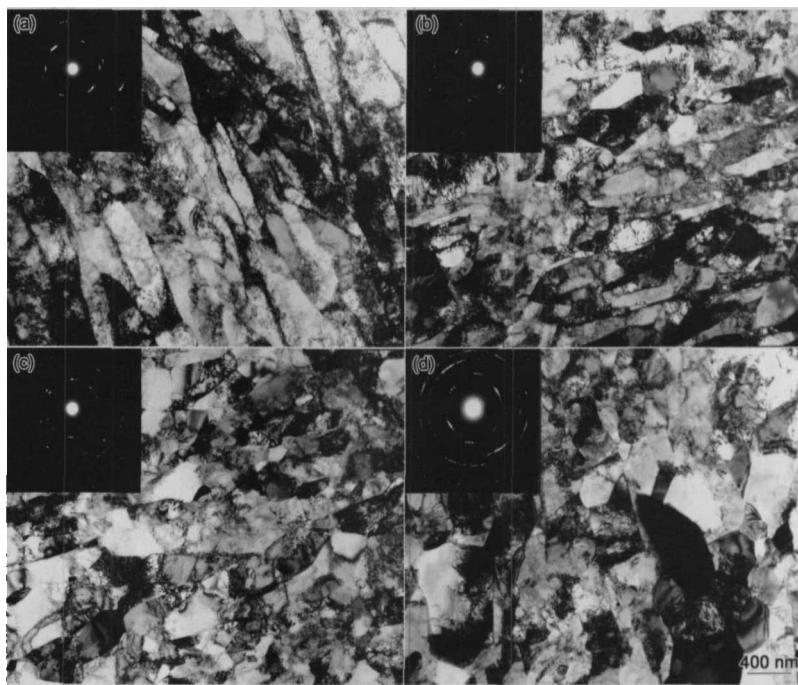


图 6 HPT Cu 样品 TD 面 TEM 明场像及其选区衍射谱

**Fig.6** Bright-field TEM micrographs and SAED patterns of TD sections of the Cu samples deformed by HPT with different shear strains

- (a)  $\gamma=2.4$  ( $N=1$ ,  $r=1.35$  mm), elongated subgrains surrounded by dislocations, average spacing 250 nm
- (b)  $\gamma=12.9$  ( $N=4$ ,  $r=1.8$  mm), average spacing reduced to 170 nm
- (c)  $\gamma=21.5$  ( $N=4$ ,  $r=3$  mm), some grain boundaries with large orientation difference, and some elongated subgrains transformed into equiaxed grains with an average grain size of 264 nm
- (d)  $\gamma=37.3$  ( $N=16$ ,  $r=1.3$  mm), equiaxed microstructure with an average grain size of 272 nm

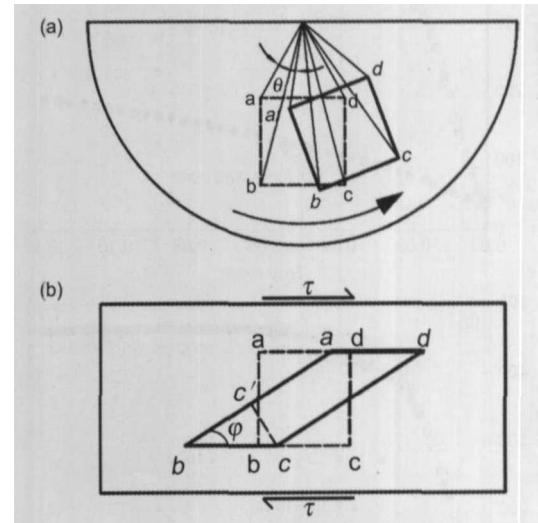
剧, 晶粒拉长痕迹与剪切方向间的夹角减小, 见图 5c; 晶粒内部层状组织取向差增大, 间距减小, 如图 6b 所示; 进一步变形, 晶粒拉长痕迹消失, 变形组织与 ND 面相似, 均为等轴晶粒, 如图 5d, 6c 和 d 所示。这种晶粒、亚晶形貌演化过程的差异是由于扭转变形的变形特点所引起, 可通过宏观变形几何分析加以解释。

图 7 给出了扭转变形过程中单元体变形示意图。对于扭转变形, 扭转面 (ND 面) 上的质点经历的角位移相等, 如图 7a 所示, 经  $\theta$  角扭转变形后质点 a 运动到点  $a'$  ( $a \rightarrow a'$ ),  $b \rightarrow b'$ ,  $c \rightarrow c'$ ,  $d \rightarrow d'$ , 则单元体 abcd 经扭转变形后变成  $a'b'c'd'$ , 单元体的形状没有发生改变。而 TD 面, 经历的变形可用简单剪切变形加以描述, 如图 7b 所示, 单元体 abcd 在剪应力  $\tau$  作用下变成  $a'b'c'd'$ , 单元体被拉长。若把原始晶粒看成变形单元体, 则 ND 面的晶粒形貌不会发生变化, TD 面晶粒形貌呈现拉长状, 这一分析与图 3b, 5b 和 c 实验结果吻合较好。TD 面拉长单元体 abcd 和剪切方向的夹角  $\varphi$  与剪应变  $\gamma$  的关系为

$$\varphi = \frac{\pi}{2} - \arctan(\gamma) \quad (1)$$

拉长单元体 abcd 短边长度  $cc' = bc \sin(\varphi)$ , 因为  $bc=bc'$ , 则

$$cc' = bc \sin(\varphi) \quad (2)$$

图 7 扭转变形过程中单元体的变形几何分析, abcd 变形前单  
元构形, abcd 变形后单元构形

**Fig.7** Schematic drawings of geometric changes in ND section (a) and TD section (b) for sample deformed by HPT (abcd: initial unit configuration; abcd': deformed unit configuration)

将  $\gamma=2.7$  代入式 (1) 得  $\varphi=20.3^\circ$ , 依式 (2), 并取  $bc$  为初始晶粒尺寸 43  $\mu\text{m}$ , 得  $cc'=14.9 \mu\text{m}$ 。而图 5b 中的测量值分别为  $29.0^\circ$  与  $12.5 \mu\text{m}$ , 表明较小剪应变下,

TD 面晶粒形貌的演化基本遵循简单剪切变形。将  $\gamma=10.8$  代入式(1)得  $\varphi=5.3^\circ$ , 由式(2),  $cc'=5.2 \mu\text{m}$ 。而测量值为  $12.0^\circ$ , 间距在微米以下(OM 难以分辨)。可见较大的变形下, 晶粒形貌演化与基于简单剪切变形分析结果相差较大。将不同剪应变下 TD 面组织尺寸的测量值与按式(2)给出计算值进行对比, 如图 8 所示, 当  $\gamma=2.7$  时, 拉

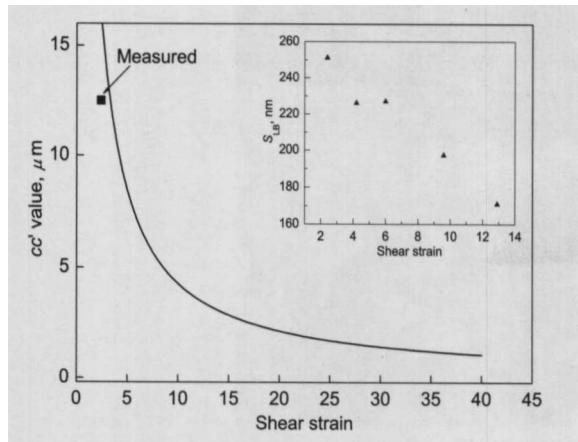


图 8 图 7b 中  $cc'$  随剪应变的变化关系

**Fig.8** Calculated curve of  $cc'$  in Fig.7b vs shear strain for the HPT Cu,  $cc'$  represents the width of elongated grain, the inset shows the variation of measured lamellar spacing ( $S_{LB}$ ) with shear strain

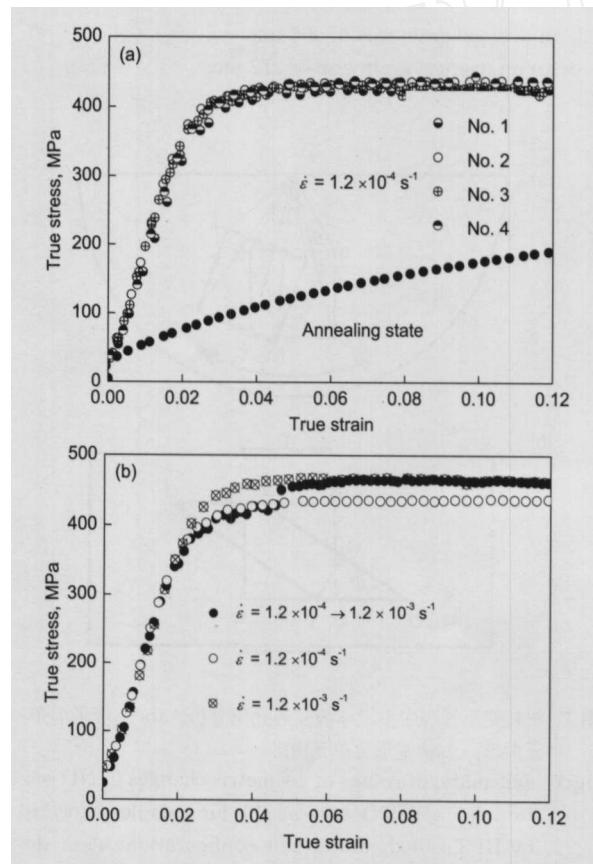


图 9 HPT 铜的压缩真应力 – 应变曲线

**Fig.9** Compressive stress-strain responses of HPT Cu at constant strain rate (a) and different strain rates (b). The materials were subjected to HPT for 16 revolutions at  $1.2 \text{ GPa}$  and room temperature (Nos.1—4 in Fig.9a are the sample positions in Fig.2b)

长晶粒的短边尺寸与理论计算值符合较好。晶粒内部的片层间距( $S_{LB}$ )也随  $\gamma$  增大而减小, 当  $\gamma$  由 2.4 增大至 12.9 时,  $S_{LB}$  由 250 nm 减小到 170 nm, 仅减小了 32%。按式(2)计算应减小近 80%, 表明 TD 面亚晶组织细化程度不遵循简单剪切变形分析的结果。

#### 2.4 HPT 铜的压缩性能

经 HPT 扭转 16 圈后, 距扭转中心不同距离处试样在相同应变速率下的压缩曲线基本一致, 如图 9a 所示,  $\sigma_{0.2}$  由退火态的 50 MPa 左右增大至 385 MPa, 与等通道转角挤压(ECAP)铜样品的压缩屈服应力(347—375 MPa)<sup>[14]</sup>接近。从退火态铜应力 – 应变曲线可以看出, 粗晶铜具有很好的应变硬化能力, 但经 HPT 处理后, 样品在小应变量(<5%)下快速应变硬化后, 流变应力趋于饱和, 应变硬化能力消失。这种高强度低应变硬化能力的力学特征是剧烈塑性变形方法制备亚微米/纳米晶金属中普遍存在的现象<sup>[15]</sup>。由图 9b 可以看出, 增加载速率可使流变应力提高。基于应变率突跳实验, 根据  $m=\partial \ln(\sigma)/\partial \ln(\dot{\epsilon})|_e$  可计算出 HPT 铜的应变率敏感性指数  $m$  为 0.021, 相比粗晶铜的 0.004—0.007<sup>[16]</sup> 提高了 2—4 倍, 与利用纳米压痕测得 ECAP 铜的  $m$  值( $0.020\pm 0.007$ )<sup>[17]</sup> 符合较好。

### 3 结论

(1) 经 HPT 处理后, 铜样品晶粒由初始的  $43 \mu\text{m}$  细化到 300 nm 以下, 细化了两个量级。

(2) 扭转(ND)面观察表明, 较小的剪应变作用下, 初始晶粒形貌模糊, 晶粒内部形成等轴状的位错胞及亚晶结构, 随变形量的增大, 亚晶间的取向差及内部位错密度增大, 最后演化成等轴晶粒。

(3) 纵截(TD)面观察表明, 在较小的剪应变下, 初始晶粒被拉长, 晶粒内部为位错墙分割而成的层状结构, 层内为拉长的位错胞, 随变形量的增大, 晶粒拉长加剧, 晶粒拉长方向与剪切方向的夹角减小, 层内位错胞间取向差增大, 片层结构演化成拉长的亚晶结构。进一步增大变形, 晶粒拉长痕迹消失, 变形组织与 ND 面相似, 为等轴状亚微米晶。

(4) 宏观变形几何分析可解释早期 TD 面与 ND 面变形组织的不同, 但不能量化晶粒内部亚晶的细化程度。

(5) 相对于原始态铜, HPT 铜试样的屈服强度提高了近 7 倍, 但应变硬化能力基本消失, 同时应变率敏感性指数提高了 2—4 倍。

### 参考文献

- [1] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. *Prog Mater Sci*, 2000; 45: 103
- [2] Wang J T, Kang S B, Kim H W, Horita Z. *J Mater Sci*, 2002; 37: 5223
- [3] Huang C X, Wang K, Wu S D, Zhang Z F, Li G Y, Li S X. *Acta Mater*, 2006; 54: 655

- [4] Wang K, Tao N R, Liu G, Lu J, Lu K. *Acta Mater*, 2006; 54: 5281
- [5] Wu X, Tao N, Hong Y, Xu B, Lu J, Lu K. *Acta Mater*, 2002; 50: 2075
- [6] Wu X L, Tao N R, Wei Q M, Jiang P, Lu J, Lu K. *Acta Mater*, 2007; 55: 5768
- [7] Zhilyaev A P, Oh-ishi K, Langdon T G, McNelley T R. *Mater Sci Eng*, 2005; A410-411: 277
- [8] Yang Z Q, Welzel U. *Mater Lett*, 2005; 59: 3406
- [9] Horita Z J, Langdon T G. *Mater Sci Eng*, 2005; A410-411: 422
- [10] Zhilyaev A P, Nurislamova G V, Kim B K, Baró M D, Szpunar J A, Langdon T G. *Acta Mater*, 2003; 51: 753
- [11] Vorhauer A, Pippan R. *Scr Mater*, 2004; 51: 921
- [12] Huang X, Winther G, Hansen N, Hebesberger T, Vorhauer A, Pippan R, Zehetbauer M. *Mater Sci Forum*, 2003; 426-432: 2819
- [13] Wang Y M, Jiao T, Ma E. *Mater Trans*, 2003; 44: 1926
- [14] Dalla Torre F H, Pereloma E V, Davies C H J. *Acta Mater*, 2006; 54: 1135
- [15] Wang Y M, Ma E. *Mater Sci Eng*, 2004; A375-377: 46
- [16] Carreker Jr R P, Hibbard Jr W R. *Acta Metall*, 1953; 1: 656
- [17] Chen J, Lu L, Lu K. *Scr Mater*, 2006; 54: 1913