

<110>取向银单晶宏/微观裂化及界面失配角分布

马晓光¹, 陈建², 夏峰², 陈铮¹, 严文²

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 西安工业大学, 陕西 西安 710021)

摘要: 以低层错能<110>取向单晶银为研究对象, 采用 EBSD 和 TEM 等技术, 系统分析了冷拔变形过程中的宏观裂化、微观裂化和界面失配角分布的变化规律与内在机制。研究表明, 随应变量的增加, 冷拔银单晶的宏观裂化不断加剧, 变形带数量增加, 宽度和间距减小。当应变量大于 0.94 时, 形成了与冷拔方向平行的纤维状组织。与层错能相近的合金相比, 纯金属单晶银的交滑移和攀移的被抑制程度降低, 除了变形孪晶, 在低层错能的单晶银中还出现大量随机捕捉位错界面和几何必须位错界面。界面失配角分析结果表明, 低应变下, 变形以位错滑移为主; 中等应变下, 滑移和孪生相互竞争; 高应变下, 孪生为主要变形机制。

关键词: 银单晶; 孪晶; 宏/微观裂化; 位错界面; 界面失配角

中图分类号: TG115.21

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)01-0111-06

冷拔变形作为制备超细晶金属材料的一种重要手段, 已广泛应用于超细晶金属丝的制备。由于超细晶金属材料具有优异的力学性能, 冷拔变形组织的演变和力学性能的研究备受关注^[1-3]。

中高层错能的 fcc 金属 (层错能大于 45 mJ/m²), 变形主要依靠位错滑移, 从而形成大量几何必须位错界面和随机捕捉位错界面^[4-8], 冷拔变形过程中会形成强<111>和比较弱的<100>织构组分^[9-12]。层错能作为材料的本征属性, 显著影响 fcc 金属的变形行为。当层错能较低时 (18~45 mJ/m²), 大量形变孪晶形成, 随层错能的降低, <100>织构的体积分数增加。层错能更低时 (<18 mJ/m²), 变形出现相变。虽然层错能对 fcc 金属变形行为的影响已广泛研究, 但仍存在明显不足。中高层错能的研究多以纯金属为主 (如 Al、Cu、Ni 等), 低层错能的研究以合金为主 (如 Cu-Zn、Cu-Al 等合金)。在变形过程中, 除了层错能, 短程有序对 fcc 金属变形行为也有显著影响。比如, 低层错能 fcc 合金 Fe-30Mn、Fe-22Mn-0.6C、Fe-17Mn-0.9C 和 Fe-12Mn-1.2C 层错能接近, 但 Fe-30Mn 合金变形机制为位错滑移, 后 3 种合金由于 C 的加入形成短程有序, 变形组织中产生大量形变孪晶^[13]。Cu-Mn 合金的研究结果表明^[14], 元素 Mn 的添加量对层错能的影响不大, Mn 的原子比超过 5% 时, 短程有序使 Cu-Mn

合金变形机制由交滑移 (纯 Cu) 转变为平面滑移。由此可见, 全面澄清层错能对 fcc 金属变形的影响, 需排除短程有序等因素, 深入分析低层错能 fcc 纯金属的变形行为。

银是层错能最低的 fcc 纯金属 (层错能 22 mJ/m²^[15])。最近, 已有文献研究了其冷轧、等通道挤压等变形方式的微观组织演变^[15-18]。作者近期已对 Ag 的冷拔变形行为进行了分析^[10]。但以往研究主要考察多晶的变形行为。本实验以<110>取向银单晶作为研究对象, 不仅可以排除晶界对形变组织和织构的影响, 在织构分析中还能跟踪晶粒的转动过程, 避免难以分辨冷拔线材中的<111>和<100>织构是由凝固还是变形形成的。

1 实验

采用定向凝固设备制备直径 8 mm 的<110>取向银单晶试棒, 并对其进行冷拔变形, 冷拔线材的最小直径是 1 mm (真应变 $\epsilon=4.12$)。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。EBSD 分析试样为过轴心的最大纵截面, 考虑到冷拔变形的轴向对称性, 实验只分析从线材轴心至试样表面的区域。EBSD 试样采用机械抛光+电解抛光制备, 电解抛光液为 115 mL 冰乙酸, 43 mL 浓硫酸, 350 mL 甲醇和 77 g 硫脲。抛光温度为 10 °C, 抛光电

收稿日期: 2015-12-30

基金项目: 国家自然科学基金 (51471123, 51171135); 陕西省自然科学基金 (2012K07-08, 2013KJXX-61); 陕西教育厅产业化项目 (2013JC14)

作者简介: 马晓光, 男, 1987 年生, 博士, 西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072, 电话: 029-86173324, E-mail: xiaoguang_ma@163.com

压 20 V, 抛光时间 2~3 min。EBSD 分析时, 加速电压为 20 kV, 试样倾角为 70°, 宏观裂化的步长选择为 0.3~2 μm , 标定率在 75% 以上, 绝大部分在 80% 以上; 微观裂化的步长选择为 0.04~0.2 μm , 标定率均在 85% 以上。透射电镜试样的制备采用电解双喷减薄+离子减薄。双喷减薄的抛光液与 EBSD 相同, 厚度减薄至 50 μm 左右。离子减薄首先用 6 keV 的能量轰击至试样穿孔, 然后用 2 keV 的能量轰击 30 min。透射电镜的型号为 JEM 2010, 加速电压为 200 kV。

2 结果与分析

2.1 宏观裂化

2.1.1 形变组织

图 1 为银单晶试棒相对于轴向的 EBSD 取向成像图, 不同颜色代表不同的晶体学取向。图 1b 为取向三角形。从图 1 可以看出, 银单晶的初始取向为 $\langle 110 \rangle$ 。图 2 为不同应变量下 $\langle 110 \rangle$ 银单晶相对于轴向的 EBSD 反极图 (IPF) 成像。不同颜色代表的取向如图 1b 所示。从图 2 可以明显看出, 当应变量为 0.28 时, 初始取向为 $\langle 110 \rangle$ 的银单晶已经发生了明显的宏观晶粒裂化, 观察到大量变形带。但是, 宏观晶粒裂化并不均匀, 靠近试样中心的变形带与冷拔方向夹角较小, 靠近试样表面的区域晶粒裂化明显加剧, 出现很多与冷拔方向成约 10° 夹角的细小变形带, 以及少量与冷拔方向成约 45° 夹角的变形带。当应变量达到 0.58 时, 宏观裂化明显加剧, 变形带数量明显增多, 同时, 试样表面与中心晶粒裂化程度的差异明显减小。当应变量达到 0.94 时, 变形带宽度进一步减小, 出现了大量与冷拔方向成约 30° 夹角的变形带。当应变量大于 0.94 时, 随着应变量的增大, 变形带与冷拔方向夹角不断减小, 并逐渐形成与冷拔方向平行的纤维状组织。

冷拔变形过程中, 金属线材除了受到轴向的拉应力外, 由于模具与试样表面之间的摩擦以及冷拔模具几何形状的影响, 还存在剪切应力。研究发现^[19,20],

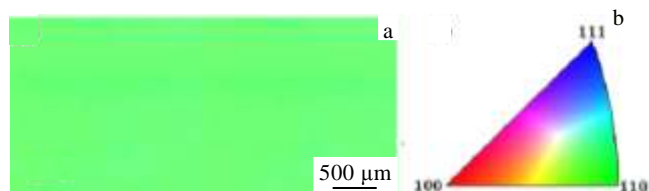


图 1 $\langle 110 \rangle$ 银单晶相对于轴向反极图成像和取向三角形 (b)

Fig.1 Inverse polefigure (IPF) picture of Ag single crystal with $\langle 110 \rangle$ orientation related to axis direction (a) and

colour key (b)

试样中心的剪切应力可以忽略不计, 随着与试样中心距离的增加, 剪切应力逐渐增大。在低应变量下, 在银单晶中靠近试样表面区域比靠近中心区域的晶粒裂化明显, 表明剪切应力加速银单晶的晶粒裂化。但是, 高应变量时, 加工硬化会降低线材沿径向的变形不均匀性^[20], 宏观裂化变得均匀, 形变组织沿线材径向的差异基本消失。

2.1.2 形变组织

从图 2 可以看出, 当应变量为 0.28 时, 靠近试样表面附近的晶体由初始的绿色 ($\langle 110 \rangle$) 转变为红色 ($\langle 100 \rangle$) 和黄色 ($\langle 210 \rangle$), 靠近试样中心处出现了浅蓝色 ($\langle 221 \rangle$)。当应变量为 0.58 时, 试样中心 $\langle 111 \rangle$ 织构组分增多, 试样表面虽然偏离了 $\langle 110 \rangle$, 但很难观察到 $\langle 111 \rangle$ 织构。当应变量为 0.94~1.39 时, 绝大部分区域已经由初始的 $\langle 110 \rangle$ 织构组分转变为 $\langle 111 \rangle$ 织构组分。当应变量达到 1.96 时, 大量 $\langle 111 \rangle$ 织构消失, 形成了强的 $\langle 100 \rangle$ 织构组分。随着应变量的继续增大, $\langle 100 \rangle$ 织构组分减少, 而 $\langle 111 \rangle$ 织构组分增多, 当应变量为 4.12 时, 形成 $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$ 双织构组分。

对于 fcc 金属而言, 稳定织构组分为 $\langle 111 \rangle$ 或 $\langle 100 \rangle$, 在变形过程中其它织构组分会逐渐向稳定织构组分转变, 在高应变下形成 $\langle 100 \rangle + \langle 111 \rangle$ 双织构组分^[9-12,21,22]。对于低层错能的 $\langle 110 \rangle$ 取向单晶银, 可以明显看出, 初始 $\langle 110 \rangle$ 取向为不稳定取向, 随着应变量的增大, 初始 $\langle 110 \rangle$ 织构逐渐向 $\langle 100 \rangle$ 或 $\langle 111 \rangle$ 织构转变。虽然中高层错能的 Cu 也出现 $\langle 100 \rangle + \langle 111 \rangle$ 双织构组分^[21,22], 但是, 其织构组分演变过程与低层错能的银有明显差别。对于中高层错能的 fcc 金属, 当初始取向不为 $\langle 111 \rangle$ 或 $\langle 100 \rangle$ 时, 随应变量的增加, 晶粒会同时向 $\langle 111 \rangle$ 或 $\langle 100 \rangle$ 转变。对于低层错能的 $\langle 110 \rangle$ 银单晶, 随应变量的增加, 低应变下首先向 $\langle 111 \rangle$ 织构组分转变 (此时很少出现 $\langle 100 \rangle$ 织构组分), 高应变下才出现大量的 $\langle 100 \rangle$ 。这种差别很可能是由于变形过程中低层错能单晶 Ag 交滑移受到抑制或大量孪晶的形成造成。

2.2 微观裂化

图 3 为不同应变量下冷拔银单晶相对于轴向的 EBSD 反极图取向成像以及叠加了 60° $\langle 111 \rangle$ 孪生关系的图像 (红色实线表示)。在微观组织表征中, 为了消除变形组织不均匀对分析结果的影响, 图 3 中每个试样的分析区域都选择在试样表面与线材轴心中间位置。从图 3a 可以看出, 当应变量为 0.28 时, 组织内存在少量与冷拔方向成约 5° 夹角的孪晶。沿图 3a 中

直线 AB 进行失配角分析 (如图 4a 所示), 发现除了少量孪晶, 还出现由位错相互缠结形成的低角度几何

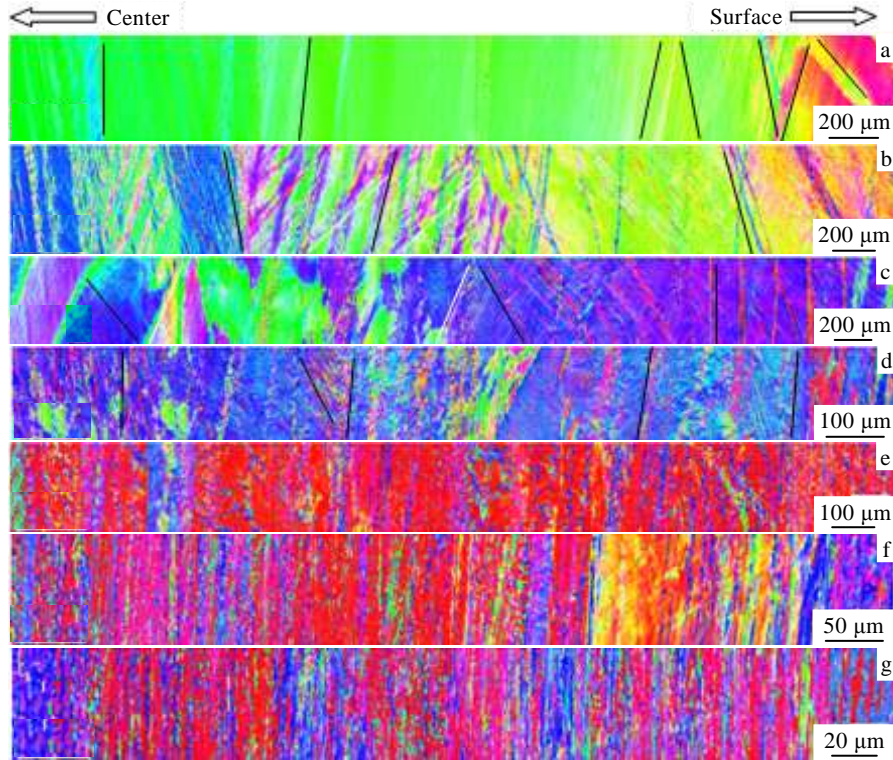


图 2 冷拔银单晶相对于轴向的反极图成像

Fig.2 IPF pictures of cold drawn Ag single crystal related to axis direction: (a) $\epsilon=0.28$, (b) $\epsilon=0.58$, (c) $\epsilon=0.94$, (d) $\epsilon=1.39$, (e) $\epsilon=1.96$, (f) $\epsilon=2.77$, and (g) $\epsilon=4.12$

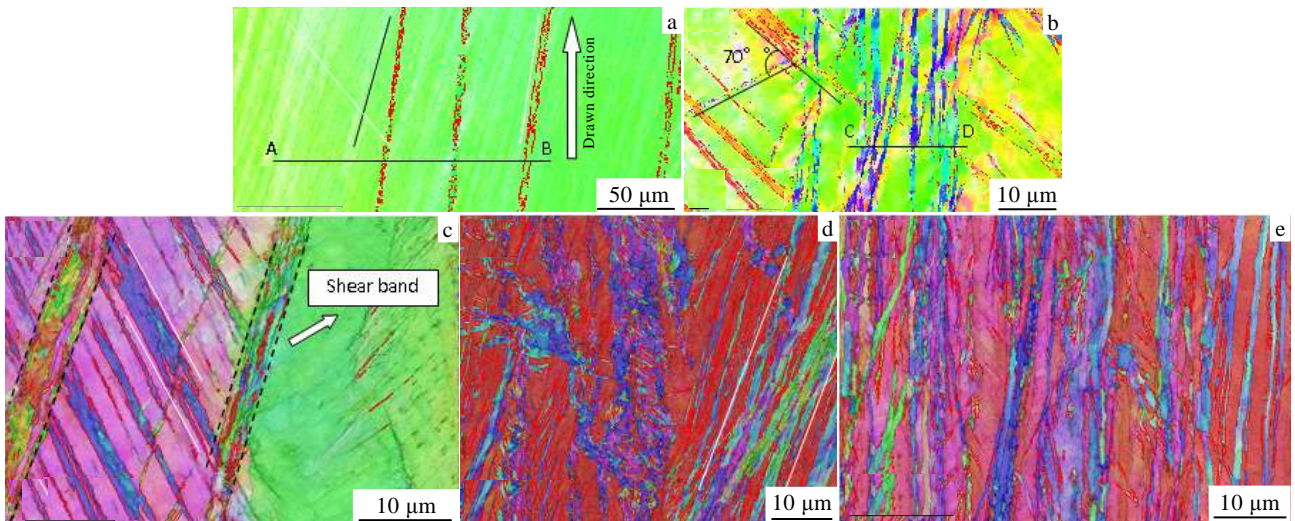


图 3 冷拔银单晶相对于轴向的反极图成像

Fig.3 IPF pictures of cold drawn Ag single crystal related to axis direction: (a) $\epsilon=0.28$, (b) $\epsilon=0.58$, (c) $\epsilon=0.94$, (d) $\epsilon=1.96$, and (e) $\epsilon=2.77$

必须位错界面。这些位错亚界面可以分为两类, 一类与冷拔方向的夹角约为 10° (见图 3a 黑色实线), 另一类与冷拔方向的夹角约为 35° (见图 3a 白色实线)。实际上, 在低应变量下, 不仅几何必须位错界面, 也存在大量的随机捕捉位错界面 (如图 5 所示)。从

图 3b 可以看出, 当应变量为 0.58 时, 除了大量与冷拔方向成约 45° 夹角的一次孪晶外, 还存在少量与一次孪晶成约 70° 夹角的二次孪晶。同时, 图 3b 中还形成大量近似平行于冷拔方向的蓝色变形带。沿图 3b 中直线 CD 进行界面失配角分析 (如图 4b 所示), 变形组

织中出现无孪生关系的高角度界面。当应变量为 0.94 时，典型的黄铜型剪切带形成，其内部存在沿剪切方

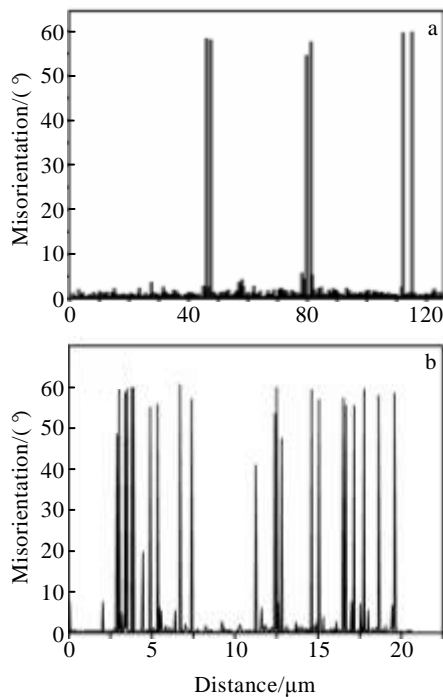


图 4 沿图 3a 直线 AB 和图 3b 直线 CD 界面失配角分布图
Fig.4 Misorientation distribution along line AB in Fig.3a (a) and line CD in Fig.3b (b)

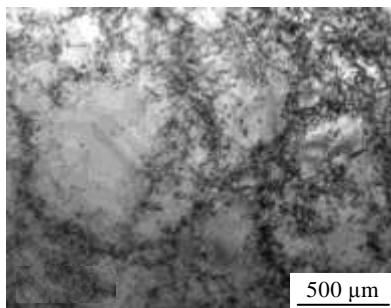


图 5 应变量为 0.28 时冷拔银单晶的 TEM 照片

Fig.5 TEM image of cold drawn Ag single crystal at strain 0.28

向拉长的高角度位错界面，这些剪切带的出现导致孪晶/基体片层组织被截断，如图 3c。当应变量为 1.96 时，形成大量与冷拔方向的夹角约 15°的薄片状组织，随应变量的进一步增加，薄片状组织逐渐与冷拔方向平行，如图 3d, 3e 所示。

位错滑移和形变孪生是金属材料塑性变形过程中两类重要的变形机制。以往研究结果表明^[4-8]，中高层错能 fcc 金属（层错能大于 45 mJ/m²）主要通过位错运动来实现金属的塑性变形，变形组织主要包括几何必须位错界面和随机捕捉位错界面。对于低层错能

fcc 合金（层错能 18~45 mJ/m²），位错的交滑移和攀移在变形过程中受到抑制，出现大量的变形孪晶，而位错交滑移、攀移产生的位错界面很难观察到。但需要指出的是，在以往研究中，中高层错能主要以纯金属为研究对象，而低层错能的组织表征以合金为分析对象。纯金属 Ag 的层错能为 22 mJ/m²^[15]，位于 18~45 mJ/m² 范围的下限，组织分析表明（如图 3 和图 5 所示），不仅出现变形孪晶，许多区域还观察到大量由位错交滑移和攀移形成的随机捕捉位错界面和几何必须位错界面，这表明纯金属单晶银交滑移和攀移被抑制的程度相对于合金降低了。由此可见，以往以低层错能合金和中高层错能纯金属为研究对象来探讨层错能对变形行为的影响，由于没有排除低层错能合金短程有序这一因素，层错能对变形机制的影响被过度放大。

2.3 界面失配角

图 6 为冷拔单晶银的界面失配角分布图。从图 6 可以看出，界面失配角分布图呈双峰分布：1 个峰位于 5°附近，另 1 个峰在 60°附近。显然，低角度峰对应大量位错缠结形成的位错界面^[4-8]，而位于 60°附近的峰对应变形过程中的形变孪晶。当应变量为 0.28 时，如图 6a 所示，除了少量的孪晶之外，绝大部分界面为低角度界面，表明低应变下<110>银单晶的变形机制以位错滑移为主。当应变增加至 0.58 时，如图 6b 所示，晶粒裂化不断加剧，位错界面角度增加，在 20°~30°范围内出现了少量高角度界面。同时，60°峰对应的孪晶界面比例略有提高，由 0.4%（应变 0.28）增加至 2.6%（应变 0.58）。需要指出的是，在界面失配角分布图中，50°~60°高角度界面主要是由于孪晶与位错的交互作用导致孪生关系被破坏所致^[23]。当应变量为 0.94~2.77 时，随应变量的增加，15°~60°高角度界面所占比例明显增加，低角度峰和孪晶对应的高角度峰高度几乎保持不变，见图 6c~6e 所示。这表明应变量为 0.94~2.77 时，银单晶发生位错滑移和孪生的相互竞争，变形中出现 2 种动态平衡：1) 低角度位错界面数量的动态平衡。随应变量的增加，位错界面失配角增大，部分低角度界面会向高角度界面转变，导致原有的低角度界面数量减少。与此同时，新的低角度位错界面不断形成。2) 孪晶界面数量的动态平衡。随应变量的增加，新的形变孪晶不断形成，同时位错与孪晶交互作用导致部分孪晶失去 60°<111>孪生关系，形成普通高角度界面^[23]。

从图 6e~6f 可以看出，当应变大于 2.77 时，随应变增加，孪晶界对应的 60°峰进一步提高。例如，应变由 2.77 增加至 4.12 时，孪晶界所占的比例由 2.3%

(应变量 2.77) 增加至 3.3% (应变量 4.12)。与此同时, 低角度界面比例明显下降, 由 11.2% (应变量 2.77) 降

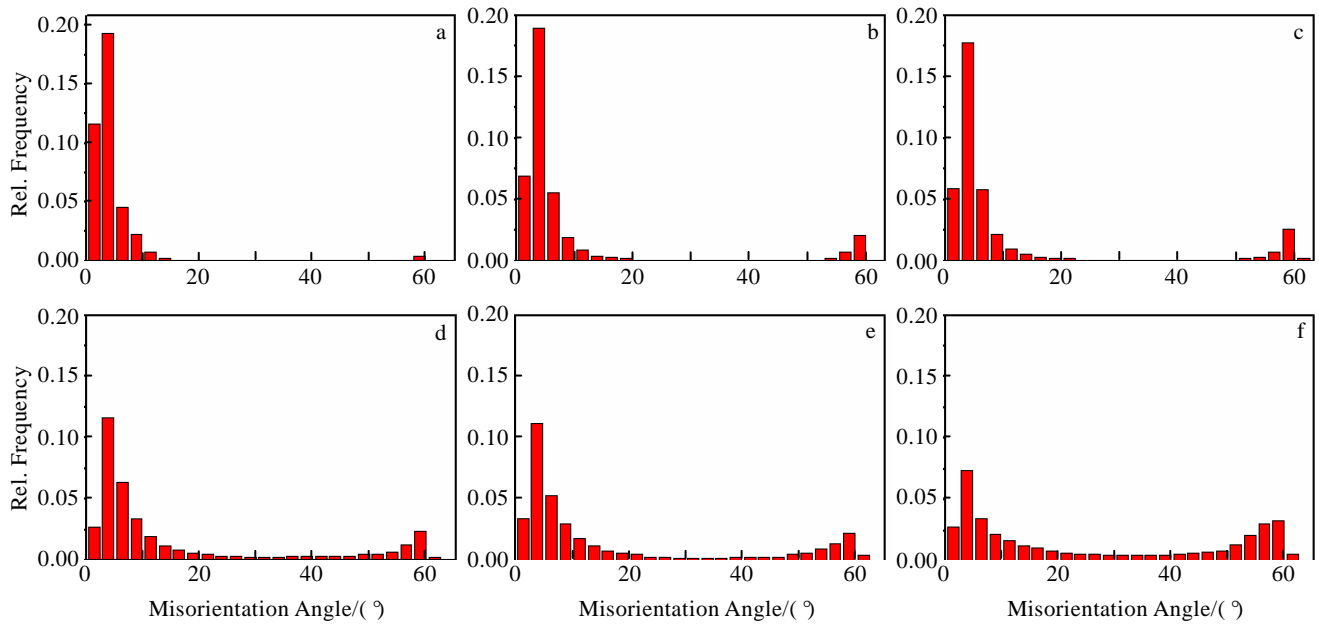


图6 <110>银单晶冷拔试样的界面失配角分布图

Fig.6 Misorientation angle distribution of cold-drawn Ag single crystal with <110> orientation: (a) $\varepsilon=0.28$, (b) $\varepsilon=0.58$, (c) $\varepsilon=0.94$, (d) $\varepsilon=1.39$, (e) $\varepsilon=2.77$, and (f) $\varepsilon=4.12$

低至 7.4% (应变量 4.12), 表明该应变量下, 冷拔银单晶以孪生变形为主要机制。

在变形过程中, 低层错能 fcc 合金之所以能形成大量变形孪晶, 是因为位错交滑移和攀移被抑制, 位错塞积导致局部应力增加。由于消除晶界和短程有序的影响, 纯金属<110>单晶 Ag 的交滑移和攀移被抑制程度并没有低层错能合金那么显著。低应变下, 如图 5 和 6a 所示, 变形形成了大量的位错界面和少量孪晶, 表明孪生应力稍大于位错滑移应力, 变形以位错滑移为主。随应变量增加, 大量位错和形变孪晶出现, 位错塞积加剧, 滑移所需内应力增大, 孪生逐渐成为主要的变形机制。因此, 随应变量增加, 冷拔<110>单晶 Ag 变形机制的演变分成 3 个阶段, 即位错滑移为主、位错滑移与孪生相互竞争、孪生为主。

3 结论

1) 随应变量增加, 冷拔银单晶的宏观裂化不断加剧, 变形带数量增加, 宽度和间距减小; 当应变量大于 0.94 时, 逐渐形成与冷拔方向平行的纤维状组织。

2) 与层错能相近的合金相比, 纯金属单晶银交滑移和攀移被抑制程度降低, 除了形变孪晶, 在低层错能的单晶银中还出现大量随机捕捉位错界面和几何必须位错界面。

3) 界面失配角分析表明, 低应变量下, 位错滑移

为主要变形机制; 中等应变量下, 滑移和孪生相互竞争, 共同控制形变组织演变; 高应变量下, 孪生成为主要变形机制。

参考文献 References

- [1] Guo N, Song B, Luan B F *et al. Sci China Tech Sci*[J], 2014, 57(4): 796
- [2] Hou J P, Wang Q, Yang H J *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2015, 639(15): 103
- [3] Kim K S, Song J Y, Chung E K *et al. Mech Mater*[J], 2006, 38: 119
- [4] Hansen N, Huang X, Winther G. *Metall Mater Trans A*[J], 2011, 42(3): 613
- [5] Torre F D, Lapovok R, Sandlin J *et al. Acta Mater*[J], 2004, 52(16): 4819
- [6] Koster M, Le K C. *Mater Sci Eng A*[J], 2015, 643: 12
- [7] Luo Z P, Mishin O V, Zhang Y B *et al. Scripta Mater*[J], 2012, 66(6): 335
- [8] Luo Z P, Zhang H W, Hansen N *et al. Acta Mater*[J], 2012, 60(3): 1322
- [9] Qu S, An X H, Yang H J *et al. Acta Mater*[J], 2009, 57(5): 1586
- [10] Ma Xiaoguang(马晓光), Chen Jian(陈建), Chen Zheng(陈铮) *et al. Sci China: Tech Sci*(中国科学: 技术科学)[J],

- 2015, 58(7): 1146
- [11] Gong Y L, Wen C E, Wu X X *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2013, 583: 199
- [12] Li Y S, Tao N R, Lu K. *Acta Mater*[J], 2008, 56(2): 230
- [13] Bouaziz O, Allain A, Scott S P *et al. Curr Opin Solid State Mater Sci*[J], 2011, 15(4): 141
- [14] Gerold V, Karnthaler H P. *Acta Metall*[J], 1989, 37(8): 2177
- [15] Gubicza J, Chinh N Q, Labar J L *et al. Scripta Mater*[J], 2008, 58(9): 775
- [16] Kobler A, Beuth T, Kloffel T *et al. Acta Mater*[J], 2015, 92: 299
- [17] Hegedus Z, Gubicza J, Kawasaki M *et al. Nanostruct Mater* [J], 2013, 48: 4637
- [18] Hegedus Z, Gubicza J, Kawasaki M *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2011, 528(30): 8694
- [19] Li S, He S, Bael A V *et al. Materials Science Forum*[J], 2002, 408-412: 439
- [20] Park H, Lee D H. *Materials Science Forum*[J], 2002, 408-412: 637
- [21] Chen Jian(陈 建), Ma Xiaoguang(马晓光), Yan Wen(严 文) *et al. Journal of Materials Science & Technology*(材料科学技术) [J], 2014, 30(2): 184
- [22] Chen Jian(陈 建), Yan Wen(严 文), Li Bing(李 炳) *et al. Sci China: Technol Sc*(中国科学: 技术科学)[J], 2011, 54: 1551
- [23] Cao Y, Wang Y B, An X H *et al. Acta Materialia*[J], 2014, 63: 16

Macroscopic Subdivision, Microscopic Subdivision and Boundary Misorientation Angle Distribution of Cold Drawn Ag Single Crystal with $\langle 110 \rangle$ Initial Orientation

Ma Xiaoguang¹, Chen Jian², Xia Feng², Chen Zheng¹, Yan Wen²

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Xi'an Technological University, Xi'an 710021, China)

Abstract: Macroscopic subdivision, microscopic subdivision and boundary misorientation angle distribution of cold drawn Ag single crystal with $\langle 110 \rangle$ parallel to axis direction were investigated by EBSD and TEM. The results show that with the strain increasing, the macroscopic subdivision of the cold drawn Ag single crystal becomes severe, the number of deformation band increases, and the width and spacing of deformation bands decrease. When the strains are higher than 0.94, the fiber microstructure parallel to the axis direction of wires forms gradually. The suppression of cross-slip and climb decreases in cold drawn Ag single crystal in comparison with the alloys whose SFE approximates to that of Ag. Besides the deformation twins, there are an abundance of incidental dislocation boundaries and geometry necessary dislocation boundaries in the drawn Ag. The boundary misorientation angle analyses show that dislocation slip is the dominate deformation mechanism at low strains. At the medium strains, dislocation slip and twinning compete with each other. At high strains, twinning becomes the predominant deformation mechanism.

Key words: Ag single crystal; twins; macroscopic and microscopic subdivision; dislocation boundaries; boundary misorientation angle

Corresponding author: Ma Xiaoguang, Ph. D., State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-86173324, E-mail: xiaoguang_ma@163.com