

# 额外纯 Cu 对 Cu-Nb 复合线材力学及导电性能的影响

邓丽萍<sup>1,2</sup>, Han Ke<sup>2</sup>, 杨晓芳<sup>1</sup>, 孙泽元<sup>1</sup>, 刘庆<sup>1</sup>

(1. 重庆大学, 重庆 400044)

(2. National High Magnet Field laboratory, Florida 32310, USA)

**摘要:** 通过拉伸试验和四点测电阻法, 对中心含额外纯 Cu 的 Cu-Nb 复合线材的力学及导电性能进行测试, 并利用 SEM 观察其微观结构和断口形貌。结果表明: 从断口中心到边沿, 断裂方式从正断逐渐转向剪切断裂。中间纯 Cu 有利于导电性和强度的优化。线材的强度随着 Nb 芯丝间距的减小呈指数上升趋势。当间距小于 100 nm 时, 尺寸效应对强度有显著影响, 且 77 K 下强度随间距减小而增大的速度大于室温下强度随间距减小的速度。而当间距大于 300 nm 时, 尺寸效应对强度的贡献很小。

**关键词:** Cu-Nb 复合线材; 额外纯 Cu; 强度; 导电性; 尺寸效应

中图分类号: TB331

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)07-1696-06

Cu-Nb 复合材料因其高的强度、高的导电性能及优良的导热性能而被广泛应用于磁体建设<sup>[1-5]</sup>。有研究者<sup>[1, 2]</sup>认为, 在 Cu-Nb 线材中强度与导电性存在相互矛盾的关系, 提高强度的同时往往伴随着导电性的降低。但是也有研究者<sup>[6]</sup>提出: 若在线材中间引入大块纯 Cu, 则有望进一步优化线材的导电性和强度, 但目前还缺乏足够的实验证据。

目前对于 Cu-Nb 复合线材的研究主要集中在室温 (RT), 而脉冲磁体所用 Cu-Nb 复合线材的应用环境通常为 77 K, 在此温度下对 Cu-Nb 复合线材的力学性能、微观组织及导电性等方面的研究还不够系统和全面。Spitzig 等<sup>[7, 8]</sup>指出 Cu-Nb 复合线材在 RT 下随着形变量的增大, 宏观断口形貌有从韧性断裂向混合断裂转变的趋势。梁明等<sup>[9]</sup>分析了 RT 及 77 K 下 Cu-Nb 复合线材抗拉强度和导电性, 指出 Nb 的含量是影响线材性能的关键因素, 但未对 77 K 下断口形貌特征进行分析。目前大多数研究学者认为 Cu-Nb 材料的强度随着应变量的增大而增加, 但是对力学性能与微观组织演变之间的定量联系还缺乏系统研究。本研究将采用中间含有额外纯 Cu 的 Cu-Nb 复合线材, 研究其在 RT 及 77 K 下的微观组织、力学性能演变。

不少研究<sup>[1, 3, 7, 8, 10, 11]</sup>报道了影响 Cu-Nb 复合线材强度的主要因素。有研究学者<sup>[8, 10, 11]</sup>提出强度与 Nb 丝尺

寸和含量有关。他们认为 Nb 含量越多, 尺寸越小, 则强度越高。也有报道<sup>[7, 12]</sup>认为, 影响复合线材强度的主导因素是 Nb 丝间距, Nb 的强度仅起到次要作用, Nb 主要是提供阻碍位错运动的界面。本工作的另一个目的就是研究中间纯 Cu 对 Cu-Nb 复合线材强度和导电性的影响, 同时考究 Nb 相尺寸及其间距对强度的影响, 为线材性能的优化和实际应用提供实验参考和理论依据。

## 1 实验

实验采用集束拉拔技术制备 Cu-Nb 复合线材。先将单根纯 Nb 棒材放入无氧纯 Cu 包套中, 进行真空缝焊、热挤压, 再通过冷拉拔获得半成品线, 然后取 85 根所得半成品线重新放入新的包套中, 重复上述加工工艺 3 次后获得含有  $N=85^3$  的 Cu-Nb 复合线材, 继续取 65 根含有  $85^3$  Nb 的线材沿着外围放入新的包套中, 同时, 在中部放入 Cu 棒, 然后进行缝焊、热挤压和冷拉拔, 拉拔至线材直径分别为 1.5, 1.0 和 0.85 mm, Nb 芯含量为 11.2% (体积分数)。为方便阐述, 对应试样分别命名为试样 1, 2 和 3, 其沿轴向的累积真应变分别为 25.5, 26.4 和 27.0。

拉伸试验采用 250 KN MTS 拉伸试验设备, 拉伸应变速率为 0.5 mm/min, 温度为 RT 和 77 K。利用 Zeiss 1540XB 扫描电镜 (SEM) 对拉伸变形前试样的横截

收稿日期: 2014-07-20

基金项目: 国家自然科学基金 (51031002, 51201188); 美国国家科学基金合作项目 (US NSF, DMR-0084173)

作者简介: 邓丽萍, 女, 1986 年生, 博士生, 重庆大学材料学院, 重庆 400044, 电话: 023-65106407, E-mail: ldeng@cqu.edu.cn

面（采用体积分数 25% 的 HNO<sub>3</sub> 溶液侵蚀）和拉伸后试样的断口进行形貌观察。

电阻测量采用标准四点测阻法<sup>[10]</sup>，将电流源连接到试样两端，电压表引线按照已知距离连接。输入电流沿着试样轴向，最大值为 2 A。为了消除热电势带来的影响，在测试过程，电流换向分别测试后取平均值。

## 2 结果与讨论

由于集束拉拔过程不断添加新的 Cu 包套，线材中 Cu 基体表现为多尺度结构特征，如图 1 所示。图 1a 中黑色方框内的结构放大得到图 1b，图 1b 中黑色方框内的结构放大得到图 1c。图示中 Cu 基体按照多尺度分布从内层往外层依次命名为 Cu<sub>5</sub> 至 Cu<sub>1</sub>，如图 1 所示。中间纯 Cu 部分表示为 Cu<sub>0</sub>。最外层 Cu 基体 Cu<sub>1</sub> 大部分已被侵蚀掉，在图 1a 中显示为浅灰色。图 1b 中椭圆内包含有 85<sup>2</sup> 根 Nb 芯丝，椭圆间的 Cu 基体即为 Cu<sub>3</sub>。图 1c 中每个椭圆包含 85 根 Nb 芯丝，Nb 芯丝之间的 Cu 即为最内层 Cu<sub>5</sub>，椭圆间的 Cu 为 Cu<sub>4</sub>。3 种线材最终的尺寸规格如表 1 所示。其中 *t* 为 Nb 丝间距，*d* 为 Nb 丝本身宽度，如图 1c 中所示。

### 2.1 断口形貌分析

试样在 RT 下的拉伸断口形貌如图 2 所示。可以看出 RT 下，3 种试样拉断前均有较明显的颈缩现象，断口平整，为韧性断裂。图 3 为 3 种试样在 77 K 下的拉伸断口形貌。可以看出 77 K 下，试样 1 断口较为平整，有明显颈缩特征；而试样 2 和 3 的，断口虽然有颈缩现象，但断口不平整。

为了更好地说明温度对 Cu-Nb 线材拉伸断口形貌

的影响，选择试样 2 在 RT 和 77 K 下拉伸变形后的横截面断口进行微观表征，如图 4 和图 5 所示。在这 2 个温度下，试样断口特征均显示为韧性断裂。在断口边缘区域可观察到六边形特征，如图 4a 和图 5a 所示。在这些六边形内部存在大小、深浅不一的非等轴韧窝，并沿着径向弯曲（图 4d 和图 5d 中白色曲线所示），表现出剪切撕裂的特征。相比之下，中间含有纯 Cu 的线材断面基本垂直于拉伸轴，韧窝多为等轴，显现正断特征。试样断口中间纯 Cu 处的韧窝深度和宽度明显比边缘处的韧窝大，表明其良好的延展性。由于边缘区域的 Cu 基体（中心 Cu 除外的其他 Cu 基体）较中心的 Cu 基体经过更大的形变，且其具有多尺度结构和较高的界面密度，从而促进了边缘区域断裂初期裂纹的萌生，使边缘处的韧窝显著小于中心纯 Cu 区域的韧窝。另外，RT 下的韧窝尺寸显著大于 77 K 下的韧窝尺寸，经统计可得，RT 下韧窝宽度平均为 11.1 μm，77 K 下仅为 5.1 μm。这是由于在 77 K 下，形变过程中的动态再结晶部分受到抑制<sup>[7]</sup>，使得中间纯 Cu 的加工硬化速率较高，导致高应力应变下微孔的产生，最终导致 77 K 下韧窝尺寸较小；此外，77 K 下的高应力状态也会诱发更多微孔的产生，这与实验观察到 77 K 下韧窝的尺寸较小相吻合。

### 2.2 力学性能分析

有研究学者<sup>[8, 10, 11]</sup>认为 Cu-Nb 复合线材强度与 Nb 尺寸(*d*)，Nb 丝间距 (spacing, *t*)，Nb 的含量等存在一定的关系。而对于中间含额外纯 Cu 的线材的相关研究还鲜有报道，为了更好地说明 Cu-Nb 复合线材强度的影响因素，将 Cu-Nb 复合线材的强度与已有报道中

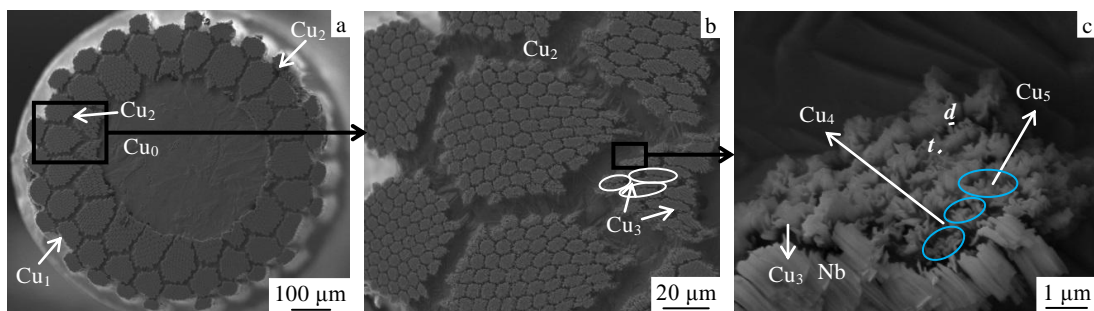


图 1 Cu 基体的多尺度结构图

Fig.1 Multi-scale structure in Cu matrix

表 1 线材中 Nb 丝尺寸及其间距  
Table 1 Nb size (*d*) and spacing (*t*) of three samples

Samples	<i>t</i> /nm	<i>d</i> /nm
Sample 1	129	160
Sample 2	76	100
Sample 3	61	73

常规 Cu-Nb 复合线材的强度进行对比，如表 2 所示，文献中线材采用常规集束拉拔工艺制得，中间未含有纯 Cu。对比试样 3 和文献[3]的数值可以看出，在 Nb 含量和 *d* 相当的情况下，中间纯 Cu 并没有明显降低线材强度，这是因为中间纯 Cu 对强度的影响较小<sup>[13]</sup>，

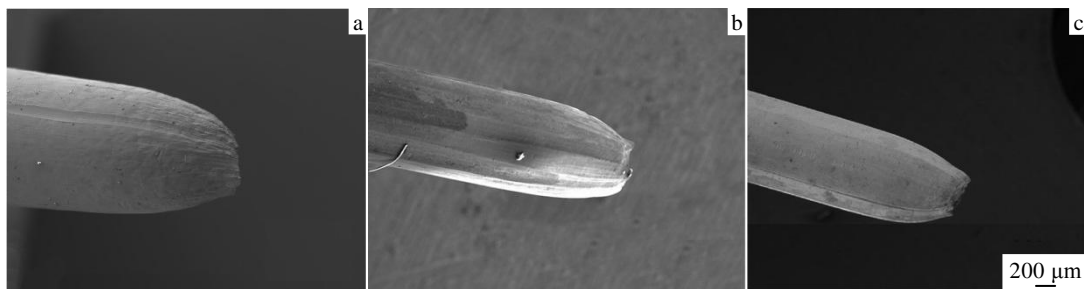


图 2 3 种试样在 RT 下的断口纵截面形貌

Fig.2 Longitudinal SEM images of fracture surfaces of the samples at RT: (a) sample 1, (b) sample 2, and (c) sample 3

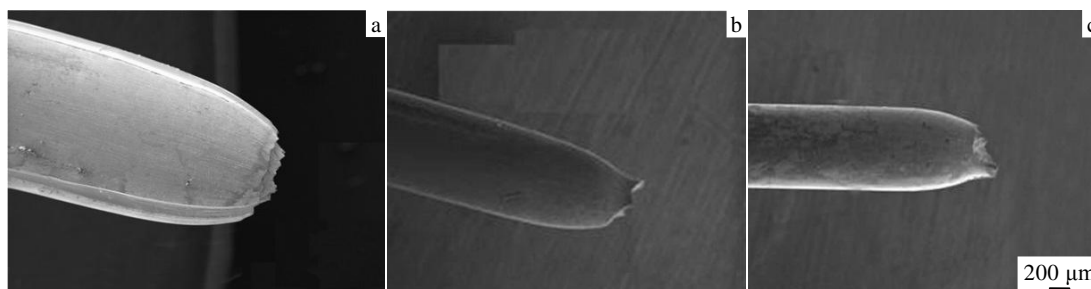


图 3 3 种试样 77 K 下拉伸断口纵截面形貌

Fig.3 Longitudinal SEM images of fracture surface of the samples at 77 K: (a) sample 1, (b) sample 2, and (c) sample 3

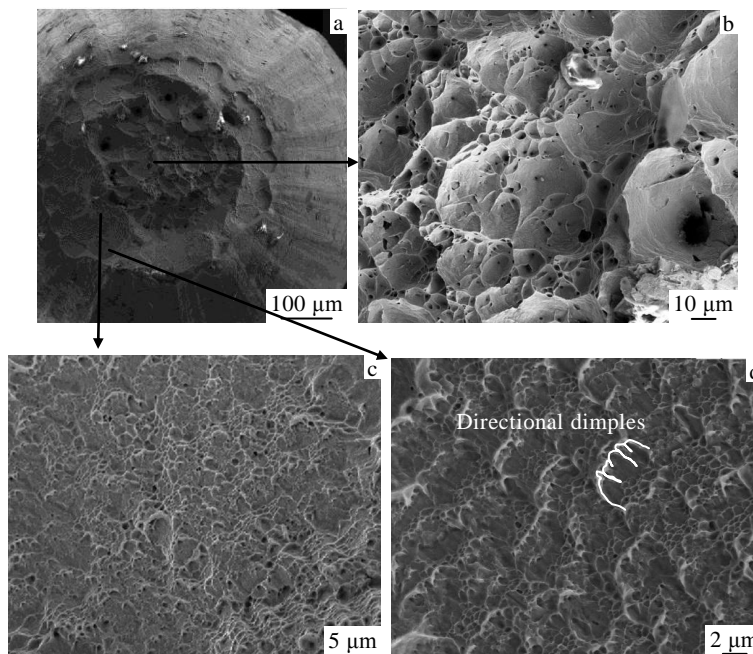


图 4 试样 2 在 RT 下的断口横截面形貌

Fig.4 Cross-sectional SEM images of fracture surfaces of sample 2 at RT: (a) macroscopic view of fracture at RT, (b) SEM image of additional Cu in the middle, (c) SEM image of the region between the middle and the edge, and (d) SEM image of the edge of the fracture

线材强度主要受到 Cu-Nb 界面的影响。

W. A. Spitzig 等<sup>[7]</sup>研究表明, Cu-Nb 复合线材中影响强度的主导因素是  $t$ , 为了能更好地分析线材内  $t$  与

强度的关系及其对线材强度的影响, 将 Nb 丝与 Nb 丝间的 Cu 基体 (即 Cu<sub>5</sub>) 作为一个整体, 称为简化线材 (reduced wires<sup>[1]</sup>), 表示为 Nb+Cu<sub>5</sub>。采用修正混合定

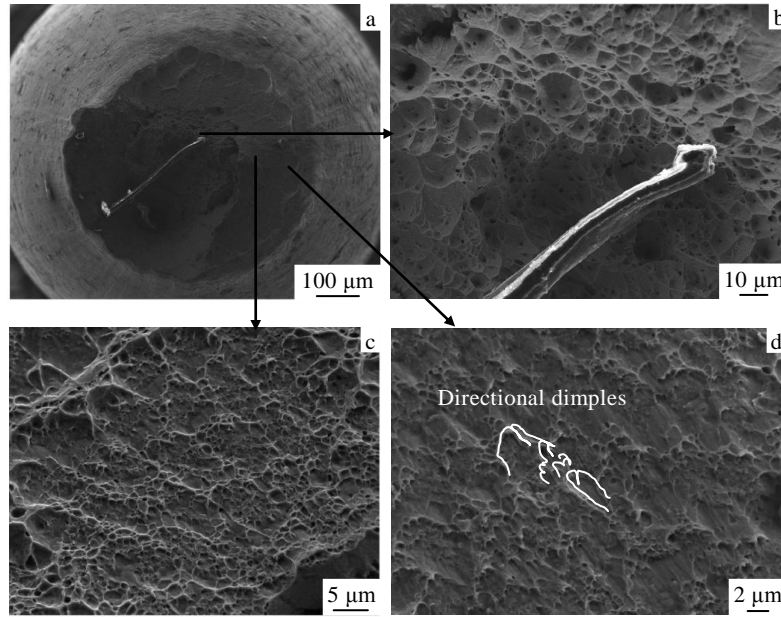


图 5 试样 2 在 77 K 下的断口横截面微观形貌

Fig.5 Cross-sectional SEM images of fracture surfaces of sample 2 at 77 K: (a) macroscopic view of fracture at 77 K, (b) SEM image of additional Cu in the middle, (c) SEM image of the region between the middle and the edge, and (d) SEM image of the edge of the fracture

表 2 试样 3 的力学性能  
Table 2 Mechanical properties of sample 3

Samples	Nb content, V/vol%	Spacing, t/nm	Nb size, d/nm	UTS/MPa	
				RT	77 K
Sample 3	11.2	61	73	589	770
Reference[3]	11.4	20	70	630	800

律<sup>[1, 14]</sup>表示总线材的强度值：

$$\sigma_{com} = \sigma_{Cu_5+Nb}V_{Cu_5+Nb} + \sigma_{otherCu}V_{otherCu} \quad (1)$$

式中， $\sigma_{com}$  为复合线材拉伸强度， $\sigma_{Cu_5+Nb}$  为简化线材的强度， $V_{Cu_5+Nb}$  为简化线材占总线材的体积分数，为 23.3%（其中，Cu<sub>5</sub> 为 12.1%，Nb 为 11.2%）， $\sigma_{otherCu}$  为纯 Cu 加工硬化后的抗拉强度，为 430 MPa， $V_{otherCu}$  为除 Cu<sub>5</sub> 外的 Cu 基体的体积分数。该式子阐述了不同尺度范围下 Cu、Nb 两相对强度的作用，其中简化线材部分（即 Cu<sub>5</sub>+Nb）表示尺寸效应对强度的影响<sup>[14]</sup>。根据式（1），可得到简化线材的强度值  $\sigma_{Cu_5+Nb}$  与  $t$  的数据，结合文献[3,15]中数值，作简化线材强度与  $t$  的关系曲线，如图 6a 所示。77 K 和 RT 下简化线材强度（ $\sigma_{77K}$  和  $\sigma_{RT}$ ）与  $t$  的拟合关系式可表示为：

$$\sigma_{77K} = 1060 + 3938e^{-\frac{t}{36}} \quad (2)$$

$$\sigma_{RT} = 453 + 2703e^{-\frac{t}{38}} \quad (3)$$

式中， $\sigma_{77K}$  和  $\sigma_{RT}$  单位为 MPa； $t$  单位为 nm。

从图 6a 可以看出，相同间距  $t$  下，简化线材在 77 K 下的强度远高于 RT 下的强度，这归因于低温下动态回复受到抑制及派纳力（Peierls-Nabarro force）的增加<sup>[10,16]</sup>。在纳米间距范围内，随着间距的减小，RT 和 77 K 下的强度均呈指数上升趋势。

对公式(2)和公式(3)求导数，分别得到 77 K 和 RT 下简化后线材强度随  $t$  减小而增加的速度，即 Nb 丝间距  $t$  对强度的影响程度：

$$\frac{d\sigma_{77K}}{dt} = -\frac{3938}{36}e^{-\frac{t}{36}} \quad (4)$$

$$\frac{d\sigma_{RT}}{dt} = -\frac{2703}{38}e^{-\frac{t}{38}} \quad (5)$$

按照上述公式做出的曲线图如图 6b 所示。因强度随  $t$  值增大而减小，所以图中纵坐标为负值。从图中可看出，RT 和 77 K 下线材的强度随  $t$  变化而变化的趋势因  $t$  值的不同而差异明显。当  $t > 300$  nm 时，随着间距的变化，强度值变化不明显；而当  $t < 300$  nm 时，77 K 下简化线材强度值随  $t$  变化的速度大于 RT 下强度值的变化速度。且当  $t < 100$  nm 时，随着  $t$  值减小，强度值明显增大， $t$  每减小 10 nm，强度的增加值可达 10% 以上。

以上分析说明：在  $t > 300$  nm 时，尺寸效应对强度的贡献很小；而当  $t < 100$  nm 时，尺寸效应对强度有显著影响。

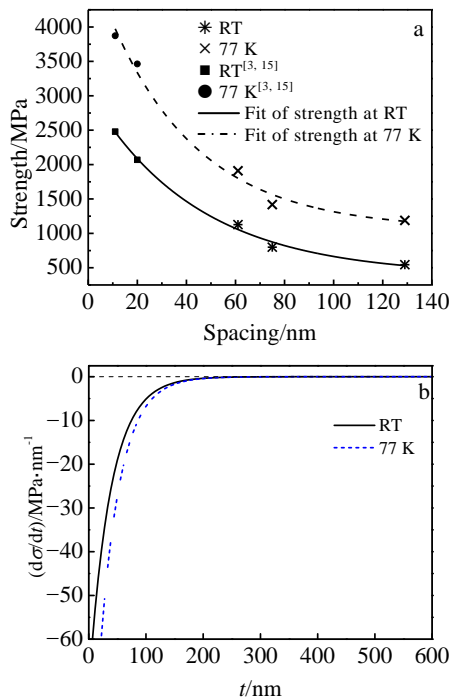


图 6 RT 和 77 K 下简化线材的强度及强度增加速度随  $t$  变化的曲线

Fig.6 Strength (a) and differential strength (b) of reduced wires plotting as function of spacing at RT and 77 K

### 2.3 导电性能分析

上述分析表明中间纯 Cu 并没有明显降低强度，接下来分析中间纯 Cu 对 Cu-Nb 线材导电性的影响。

一般地，在同一温度下，集束拉拔 Cu-Nb 复合线材的电阻率主要受位错散射及界面散射<sup>[9, 11]</sup>的影响。随着应变的增加，Nb 丝间距和尺寸均减小，线材内产生高密度相界面，同时引入大量位错，构成对电子运动的散射，导致电阻率的增加，即导电性的降低。

根据 Verhoeven 等<sup>[17]</sup>的模型，本研究中 Cu-Nb 复合线材的电阻率  $\rho$  可由以下式子表示：

$$\frac{\rho}{\rho_0} = 1 + 0.75(1-p)\frac{l_0}{t} \quad (6)$$

式中， $\rho_0$  为无界面散射时的电阻率， $\rho_0 = 1.93 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ <sup>[18]</sup>； $p$  为界面弹性散射因子，简称散射因子， $p = 0$ <sup>[19]</sup>； $(1-p)$  为界面非弹性散射因子。 $l_0$  为电子自由行程，RT 下，Cu 的电子自由行程为  $43 \text{ nm}$ <sup>[20]</sup>； $t$  为 Nb 相间距。

将表 1 中的  $t$  值代入上式，可分别得到试样 1 到试样 3 的电阻率分别为 2.41，2.74 和  $2.95 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 。

由于本实验所用设备最大能测量线材直径为 1.2 mm，因此只给出试样 2 和试样 3 的电阻率，如表 3 所示。其中，每个电阻值均为同一试样 3 次测量值的平均值，其标准偏差小于 5.5%。可以看出，实验所得

表 3 RT 和 77 K 下 Cu-Nb 复合线材导电性

Table 3 Electroconductivity of the Cu-Nb wires at RT and 77 K

Samples	Nb size/ nm	True strain	Resistance/ uΩ cm		Electroconductivity/ %IACS	
			RT	77 K	RT	77 K
Reference[10]	130	23.5	-	-	73	391
Sample 1	160	25.5	2.01	0.315	86	547
Sample 2	100	26.4	2.16	0.334	80	516
Sample 3	72	27.0	2.33	0.381	74	453

值均小于公式 (6) 的估算值，即线材实际导电性能较理论估算值高。分析认为，这主要是由于中间纯 Cu 大范围存在，且应变较小，从而有利于导电性能的提高，同时抵消了边缘区域界面密度诱发的导电性能的下降。

将实验值与中间未含纯 Cu 的线材的测量结果<sup>[10]</sup>进行对比，如表 3 所示。对于试样 2 和试样 3 来说，试样 3 的变形量大于试样 2 的变形量，所以试样 3 的电阻率比试样 2 大，即试样 3 的导电率比试样 2 小；然而，试样 2 和试样 3 的变形量都大于文献[10]中线材的变形量，在同一温度下，试样 2 和试样 3 的导电性反而比文献[10]中的导电性好。Cu-Nb 复合线材的导电性主要由 Cu 基体决定，试样 2 和试样 3 中间较小应变的纯 Cu 抵消了由于界面密度引起的散射，减缓了电阻率的增加，从而改善了其导电性。

综上所述，中间纯 Cu 的引入在没有明显降低强度的情况下，改善了其导电性，在一定程度上缓解了 Cu-Nb 复合线材在强度和导电性上的矛盾关系，为这类复合线材在更高强脉冲磁场中的应用提供了可能。

### 3 结 论

1) RT 和 77 K 下中间纯 Cu 区域断口呈现等轴韧窝特征，为正断断裂方式；RT 下韧窝远大于 77 K 下的韧窝尺寸。往边沿的区域则为剪切撕裂断裂方式。

2) 在 Nb 含量和尺寸相当的情况下，中间纯 Cu 的引入可优化线材强度和导电性的匹配。

3) 当 Nb 丝间距小于 100 nm 时，Nb 丝间距产生的尺寸效应对强度影响显著，而在 Nb 丝间距大于 300 nm 时，该效应对强度的贡献很小。

### 参考文献 References

[1] Han K, Toplosky V J, Walsh R *et al.* *IEEE T Appl Supercon*[J], 2002, 12(1): 1176  
 [2] Vidal V, Thilly L. *Acta Mater*[J], 2006, 54: 1063  
 [3] Thilly L, Lecouturier F, Stebut J. *Acta Mater*[J], 2002, 50(20): 5049

- [4] Han W Z, Misra A, Mara N A *et al. Philos Mag*[J], 2011, 91(32): 4172
- [5] Carpenter J S, Vogel S C, LeDonne J E *et al. Acta Mater*[J], 2012, 60: 1576
- [6] Pantsyrnyi V I. *IEEE T Appl Supercon*[J], 2002, 12: 1189
- [7] Spitzig W A, Pelton A R, Laabs F C. *Acta Metallurgica*[J], 1987, 35(10): 2427
- [8] Chung J H, Song J S, Hong S I. *J Mater Process Tech*[J], 2001, 113(1-3): 604
- [9] Liang Ming(梁明), Chen Zili(陈自力), Lu Yafeng(卢亚峰) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(10): 1774
- [10] Liang M, Lu Y, Chen Z *et al. IEEE T Appl Supercon*[J], 2010, 20(3): 1619
- [11] Spitzig W A, Downing H L, Laabs F C *et al. Metall Trans A*[J], 1993, 24: 7
- [12] Bevk J, Harbison J P, Bell J L. *Applied Physics*[J], 1978, 49: 6031
- [13] Leprince-Wang Y, Han K, Huang Y *et al. Mat Sci Eng A*[J], 2003, 351(1-2): 214
- [14] Thilly L, Veron M, Ludwig O *et al. Mat Sci Eng A*[J], 2001, 309: 510
- [15] Thilly L, Lecouturier F, Coffe G *et al. Physica B*[J], 2001, 294-295: 648
- [16] Dupouy F, Ask6nazy S, Peyrade J P *et al. Physica B*[J], 1995, 211: 43
- [17] Verhoeven J D, Downing H L, Chumbley L S *et al. J Appl Phys*[J], 1989, 65: 1293
- [18] Deng L, Han K, Hartwig K T *et al. J Alloy Compd*[J], 2014, 602: 331
- [19] Heringhaus F, Schneider-Muntau H J, Gottstein G. *Mat Sci Eng A*[J], 2003, 347(1-2): 9
- [20] Heringhaus F, Raabe D, Gottstein G. *Acta Metall Mater*[J], 1995, 43(4): 1467

## Effect of Extra Cu on the Strength and Conductivity of Cu-Nb Microcomposite Wires

Deng Liping<sup>1,2</sup>, Han Ke<sup>2</sup>, Yang Xiaofang<sup>1</sup>, Sun Zeyuan<sup>1</sup>, Liu Qing<sup>1</sup>

(1. Chongqing University, Chongqing 400044, China)

(2. National High Magnet Field laboratory, Florida 32310, USA)

**Abstract:** Mechanical strength and electrical conductivity of Cu-Nb microcomposite wires with Cu core were investigated by tensile tests and resistivity measurements. Microstructure and fracture were examined by scanning electron microscopy. The results show that the fracture mode changes from normal fracture to shear fracture from the fracture core to the edge. The additional Cu core optimizes the conductivity and strength. The strength of deformed wires increases greatly with the decreasing of Nb filament spacing by a power law. Obvious size effect shows up when the spacing is below 100 nm. At the same time, the strength increases faster at 77 K than that at RT with decrease of spacing. When the spacing is above 300 nm, the size effect is slight for the strength.

**Key words:** Cu-Nb microcomposite wires; extra Cu; strength; conductivity; size-effect

---

Corresponding author: Yang Xiaofang, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400044, P. R. China, Tel: 0086-23-65106407, E-mail: yangxf@cqu.edu.cn