

# 单晶铜 ECAP/Bc 路径形变结构与力学性能

郭廷彪<sup>1,2</sup>, 王 晨<sup>1</sup>, 李 琦<sup>1</sup>, 张 锋<sup>1</sup>, 贾 智<sup>1,2</sup>

(1. 兰州理工大学 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050)

(2. 有色金属合金及加工教育部重点实验室, 甘肃 兰州 730050)

**摘 要:** 采用电子背散射衍射技术(EBSD)、XRD, 研究了单晶铜在等通道转角挤压(ECAP)/Bc 路径 4 道次变形过程中的形变结构演变, 并检测了变形材料的力学性能。结果表明: 低道次变形不改变单晶铜的宏观取向; 2 道次变形后, 材料微观组织中出現取向一致的剪切带, 与 ED 轴成 15°~20°角, 晶粒内部出现了形变织构{111}<112>; 经过 4 道次变形后, 剪切带与 ED 轴夹角不变, 但倾斜方向与 2 道次相反, 形变织构不发生改变, 且未出现大角度晶界; 5 道次变形后, 抗拉强度由 168 MPa 提高至 395 MPa, 延伸率则从 63%降至 26.5%, 硬度由 600 MPa 提高到 1250 MPa, 之后趋于平缓; 由于位错堆积, 材料塑性变差, 断口颈缩面积变大。ECAP 可使单晶铜在晶粒未破碎的情况下得到强化。

**关键词:** 等通道转角挤压; 电子背散射衍射; 织构; 单晶铜

中图分类号: TG376.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)10-3096-08

近年来, 单晶铜以良好的导电导热和延伸性能被广泛应用于国民经济的各个关键领域<sup>[1]</sup>, 但其较低的强度成为制约其扩大应用范围的阻碍。因此, 单晶材料的强化成为一个亟待解决的问题, 单晶的强化手段越来越受到人们的重视。固溶强化, 形变强化, 晶界强化是金属最主要的强化方式<sup>[2]</sup>。合金化能大幅度提高材料强度但会严重破坏单晶材料的特性; 同时晶界强化难以在单晶中实施。剧烈塑性变形(severe plastic deformation, SPD)是形变强化的有效手段, 而等通道转角挤压 (ECAP) 是 SPD 中研究最早, 应用最广泛的技术。该技术是 20 世纪 80 年代由前苏联科学家 Segal 等<sup>[3]</sup>提出的, 其最大的优点是可以获得块状超细晶, 且截面尺寸在挤压过程中保持不变, 并且可以通过多道次挤压累积应变量, 精确控制变形量大小, 因而受到了诸多研究者的关注<sup>[4-8]</sup>。

在 ECAP 中, 其工艺路径可分为 3 种, 即路径 A、路径 B、路径 C, 其中路径 B 又可细分为 Ba 和 Bc。前期研究表明<sup>[9,10]</sup>, 不同工艺路径对材料的组织及强化效应有不同的影响: A 路径下会形成特殊取向的高密度剪切带, Bc 路径下形成胞状结构, 晶粒被大量的位错分割成亚晶, C 路径下变形比较均匀, 但边缘变形量较小, 故其组织依然趋于不均匀分布。从 Furukawa 等<sup>[11]</sup>研究中可以得出, 相比于 A、C 路径,

Bc 路径强化作用更强。

材料织构可以体现微观结构及其演变规律, 因此织构的研究受到众多研究者的关注<sup>[12-14]</sup>。单晶体不存在晶界的影响, 且变形过程相对简单, 更具有代表性, 因此采用单晶铜来研究变形过程中织构的变化。吴世丁等<sup>[15]</sup>研究表明, 不同初始取向的单晶体在 ECAP 变形后取向变化规律不同。Fukuda<sup>[16]</sup>等对 2 种不同取向单晶铜进行 1 道次挤压发现其组织变为细长的宽度约为 0.2  $\mu\text{m}$  的亚晶, 而织构的变化与单晶初始取向有关。Skrotzki 等<sup>[17]</sup>研究表明, 单晶镍在低应变量下其取向发生刚性旋转, 在高应变量下晶体破碎形成 C 型织构。但在这些文献中对于单晶铜的强化并没有描述。

由于单晶体具有各向异性, 若能将这种特性与单晶铜 ECAP 变形有效地结合, 既可以保持材料原有的全部优点, 又可使需要的性能在一定方向上得到显著提高。材料形变组织的结构和演变明显影响其力学性能。本实验主要采用 XRD 研究单晶铜的宏观取向演变, 用 EBSD 检测微区织构特征, 并关注其力学性能。

## 1 实 验

采用纯度为 99.999% 的高纯单晶铜为原材料, 线切割加工成  $\Phi 16 \text{ mm} \times 80 \text{ mm}$  的挤压棒材。在室温下用 YT071-100A 液压机在  $\Phi=120^\circ$ ,  $\psi=37^\circ$  的模具上对试样

收稿日期: 2017-10-29

基金项目: 国家自然科学基金 (51261016)

作者简介: 郭廷彪, 男, 1974 年生, 博士, 副教授, 兰州理工大学省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050, 电话: 0931-2757285, E-mail: gtb777@163.com



的其他取向岛状结构区域，且分布极为不均匀；4 道次变形后(图 2d)，剪切带分布较为均匀，但剪切带弯曲方向和 2 道次变形后不同；取向基本上趋于一致，2 道次变形后出现的不同取向岛状结构消失。

在 ECAP 变形加工过程中，完整的单晶晶粒发生变形，初始单一的取向逐渐发生变化，特别是在 2 道次变形后(图 2c)出现略带弯曲的片层状区域，即剪切带，可见，有较强取向的原始单晶铜在 ECAP 低应变变量下容易形成取向高度一致的剪切带，如图 2c 中白色方框所示。因为采用 Bc 路径对其进行挤压，每道次挤压后剪切面旋转 90°，所以受到交变剪应力，剪切带发生交互作用，产生偏斜，与 ED 轴成 15°~20°角。并且存在由于位错缠结形成孤岛状的组织，和周围其他部分有明显的取向差。在 4 道次变形后，还保留有连续的剪切带的痕迹，但在图 2d 中下半部分剪切带已经变得模糊，其原因是在 Bc 路径下进行挤压时，随着应变变量累积变大，材料经过多次不同方向的剪切变形，剪切带方向不断发生改变，导致其逐渐消失，组织趋于均匀化。4 道次变形后在 TD 面上的剪切方向和 2 道次相反，所以剪切带偏转的方向不同，如图 2d 中白色方框所示。孤岛状结构消失，是由于 4 道次变形后材料组织已经很均匀，在不断的剪切变形作用下，取向趋于一致。4 道次变形后材料取向仍偏向于<111>。

通过原始及 4 道次 ECAP 变形后试样的取向分布图可以看出，在 4 道次变形后，图 2d 中整体颜色趋于原始状态的蓝色，即<111>方向，说明两者取向相近，表明材料仍然具有较明显的单晶铜特征，初步推断单晶铜并未破碎。但要完全证实，还需进行进一步的检测分析。在下文中将从晶界角度，极图，ODF 图 3 个方面对其进行验证。

### 2.2 晶粒取向演变及统计分析

首先对挤压过程中材料的晶界角度进行统计分

析，以材料晶界的出现和晶界角度的演化来确认单晶的破碎情况。图 3 为 1、2、4 道次 ECAP 挤压后试样的晶界角度分布图。可以看出，随着挤压道次的增加，晶粒的晶界取向差变化较小。在 1 道次变形后其小角度晶界增加，且主要分布在 5°以下，在 3°附近出现峰值。说明在变形过程中新产生的晶界首先以亚晶界或以具有较小取向差的小角度晶界形式出现<sup>[18,19]</sup>。这是由于在较小的应变变量下晶粒内部的滑移和位错开始大量产生，故 1 道次下的小角度晶界增加；在 2 道次变形后晶界角度稍有提高，出现少量的晶界角度为 10°~20°之间的亚晶界，但总体来说晶界变化不大；继续增加应变变量，4 道次变形后晶界角度变化依然不大，仍以 5°以下的小角度晶界为主，10°以上的亚晶界数量很稀少，且并未发现大角度晶界。

以上结果说明，在较小的变形量下单晶不会立即破碎，其破碎是随着形变量的增大而逐渐发生的过程。较小的形变量只会使其发生轻微的变形和旋转，产生小角度晶界和亚晶界，但这些界面并没有吸收重组位错，产生大角度晶界，证明晶粒并未破碎，与前文取向分布图结果一致。

### 2.3 XRD 宏观取向

使用 XRD 技术研究 ECAP 过程中材料的宏观取向演变。图 4 为单晶铜原始试样和不同道次 ECAP 变形后的 XRD 图谱。由图可以看出，原始状态下，材料表现为(111)面的基面取向，有明显的主滑移面择优取向。1 道次变形后(111)面取向增加，2 道次变形后有所降低，之后随着变形道次的增加而变强；(220)和(311) 2 个衍射峰强度发生交替变化。说明在 Bc 路径下剪切方向连续 90°变化的方式有利于材料产生交滑移，使滑移系被交替激活。在 0~2 道次的挤压中，(200)晶面取向持续增强，但在 4 道次挤压后(200)晶面取向下降，在 6 道次挤压后又变强。(222)晶面取向在 2 道

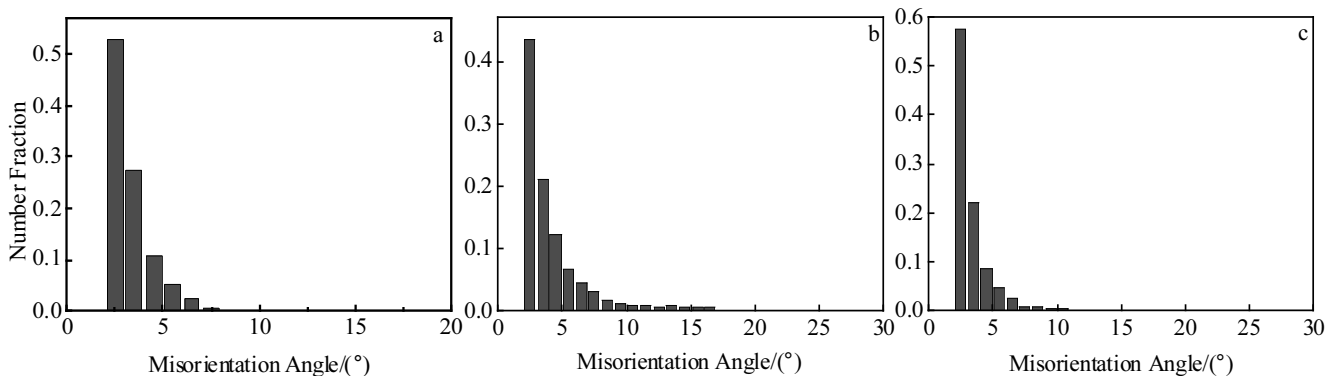


图 3 沿 Bc 路径经不同道次 ECAP 变形后试样的晶界角度分布图

Fig.3 Misorientation angle distribution of Cu samples ECAPed with different passes by route Bc: (a) 1 pass, (b) 2 passes, and (c) 4 passes

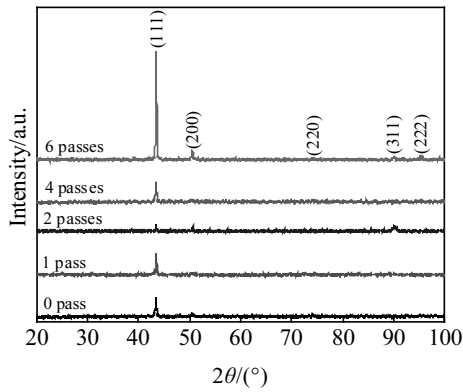


图 4 不同道次 ECAP 变形后单晶铜的 X 射线衍射图谱  
Fig.4 XRD patterns of single crystal copper after ECAP with different passes

次之前变化不明显，4 道次变形后变强，6 道次后又继续增大。从 XRD 分析的结果来看，晶粒的宏观取向一直具有(111)晶面取向最强的特征，与原始单晶铜趋于一致，保留有单晶铜的特征。

### 2.4 极图分析

为了进一步了解单晶铜在 ECAP 过程中的形变情况及取向转变，对其进行了 EBSD 检测并通过软件分析得到了不同道次下材料的极图。相比于取向分布图，极图可以更直观地看出材料的取向及其分布情况。图 5 为原始单晶铜及变形 1、2、4 道次状态下的极图，X0 为 ND 面即与挤压方向垂直，Y0 为 ED 面即挤压方向。通过极图图 5a 可以看出，原始的单晶铜有很强烈的取向性，为明显的单晶体特征，极密度值为 26.44。经 1 道次变形后(图 5b)，织构强度缓慢下降，其极密度值降为 26.26，但还是有很强的单晶体特征，在{111}极图中，相比于原始单晶铜，其取向沿 [111] 顺时针旋转了约 45°。2 道次变形后(图 5c)，织构强度变弱，极密度值为 18.19，其取向沿 [111] 顺时针旋转了约 135°。在 4 道次变形后(图 5d)，其极密度值为 24.06。经过 4 道次 ECAP 变形后取向仍均匀分布于主要取向周围，取向沿 [111] 旋转 180°。

在 1~4 道次的 ECAP 变形过程中，并未发现其他取向，且材料取向都是紧密围绕在极点附近，只有很少量的分散，这个现象表明单晶经过一定程度 ECAP 强化后仍保留有单晶的取向特征，单晶并未破碎。

### 2.5 ODF 图分析

通过极图很难得到材料具体的织构类型，而 EBSD 检测分析得到的 ODF 图能准确得出材料的织构组份，并通过分析 ECAP 过程中织构的演变机理确定单晶材料变形过程及破碎情况，因此对原始单晶铜及

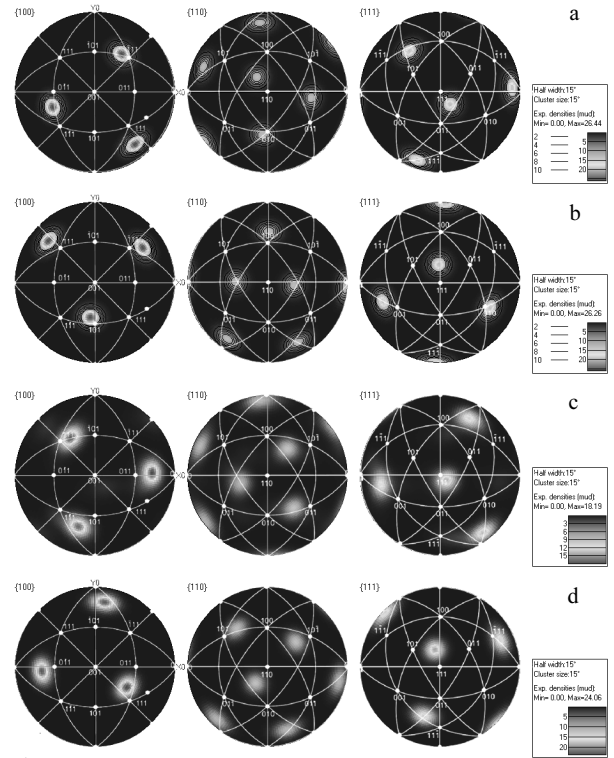


图 5 不同道次 ECAP 变形后的{100}，{110}，{111}面的极图  
Fig.5 {100}, {110} and {111} pole figures of samples after ECAP with different passes: (a) initial condition, (b) 1 pass, (c) 2 passes, and (d) 4 passes

不同道次下的材料进行 ODF 图分析。图 6 为不同道次 ECAP 变形后的晶粒取向等 Euler 角( $\varphi_2$ )ODF 截面图。可以清楚地看出，原始单晶铜(图 6a)在  $\varphi_2=45^\circ$  图中有非常强烈的{111}<112>织构，而且几乎没有其他的织构出现；1 道次变形后(图 6b)，{111}<112>织构消失，变为{112}<110>织构并且织构强度下降；2 道次变形后(图 6c)，织构变为{111}<112>，但是有少量的{111}<110>织构；4 道次变形后(图 6d)，为很强的{111}<112>织构。在 1 道次挤压后材料织构发生改变，但在 2、4 道次挤压后其织构均为原始的{111}<112>织构，证明单晶晶粒没有完全破碎，其织构还是趋于未变形的单晶织构，变形还是在一个晶粒内部进行。

在 4 道次变形后，没有发现取向不同的织构，其形变量还不足以使晶粒完全破碎。单晶体在 ECAP 变形后取向可以几乎不分散，仍保持一个单晶体的特征，且本文中 ECAP 变形后的极图显示取向保持了单晶体的特征，这和吴世丁等<sup>[15]</sup>的研究结论相吻合。

### 2.6 力学性能分析

材料的力学性能可直观表达出 ECAP 对单晶铜的

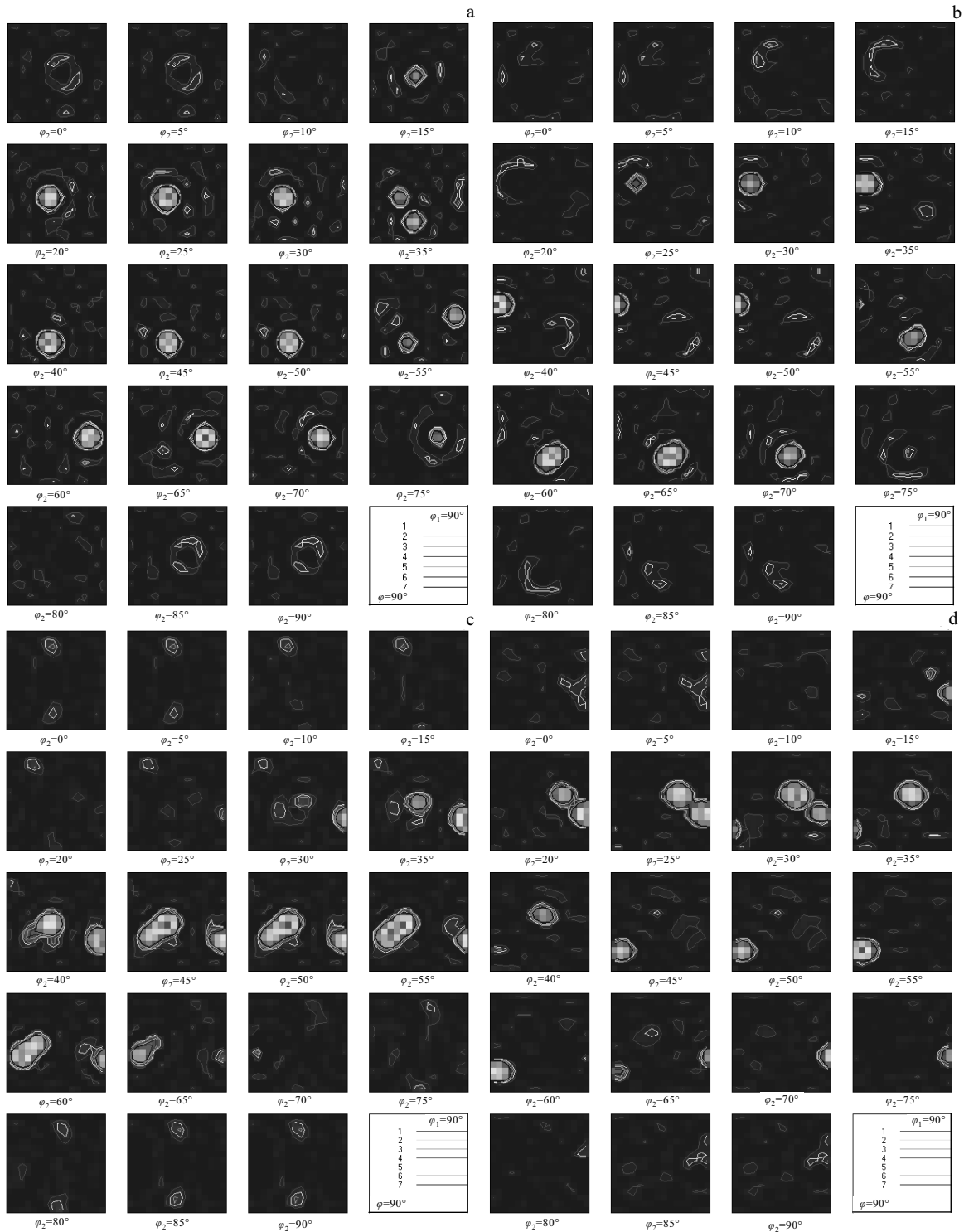


图 6 不同道次 ECAP 变形后的 ODF 图

Fig.6 Orientation distribution function (ODF) of samples after ECAP with different passes: (a) initial condition, (b) 1 pass, (c) 2 passes, and (d) 4 passes

强化程度，因此对其力学性能和硬度进行检测。图 7 所示为原始态与各道次 ECAP 变形后单晶铜的力学性能和硬度图。由图 7a 可以看出，试样在进行了 1 道次的 ECAP 变形后抗拉强度提升明显，从原始的 168 MPa

提升为 270 MPa，之后随着变形道次的增加抗拉强度持续变大，但上升的趋势逐渐减缓，最终经过 5 道次变形后其抗拉强度提升到了 395 MPa。原始态单晶铜的伸长率为 63%，在挤压 1 道次后变为 38%，2 道次

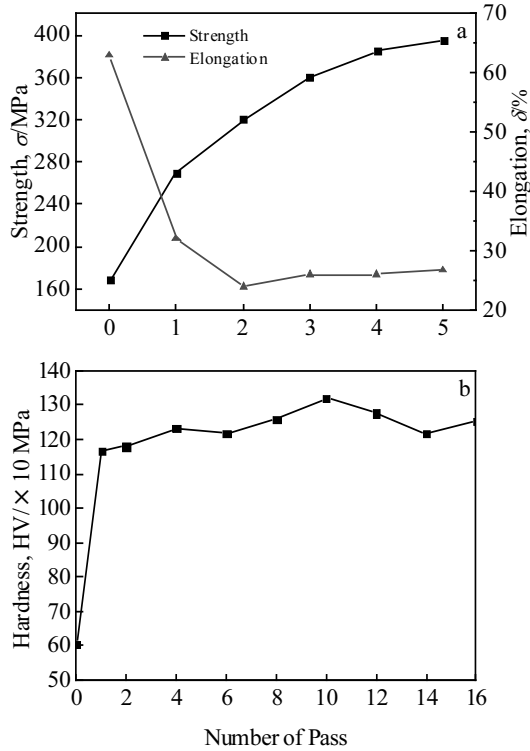


图 7 不同道次 ECAP 变形后试样的力学性能和硬度与挤压道次的关系

Fig.7 Mechanical properties of the samples after different extrusion passes (a) and relationship between extrusion pass and hardness (b)

后减小为 24%，并在随后的挤压变形中趋于平稳。3 道次变形后伸长率为 26%，5 道次后为 26.5%。材料的硬度在 1 道次变形后大幅度提高，从 600 MPa 提高到 1160 MPa，之后缓慢上升，并在 4 道次挤压后进入波动，随后材料硬度变化较小，趋于稳定。4 道次变形后试样的伸长率有所增加，主要是因为单晶铜在 ECAP 变形后形成的亚晶有定向排列的趋势，材料组织分布比较均匀，使塑性开始上升<sup>[20,21]</sup>。

经 ECAP 强化后，材料的强度、硬度大幅度提高，这是由于在 ECAP 过程中，剧烈的剪切变形产生了强烈的加工硬化所致。结合前文对原始态和不同道次变形后单晶铜试样的分析结果，可以得出，单晶铜可以通过 ECAP 技术在有限变形量下使晶粒不发生破碎、仍保持单晶铜各种特征的情况下得到强化，也就是单晶强化。

### 2.7 断口分析

通过断口形貌可以看出材料的断裂方式、塑性等信息，因此对断口形貌进行观察十分必要。图 8 所示为拉伸试样断口形貌 SEM 图。1 道次挤压后单晶铜试样(图 8a)的断口具有明显的塑性变形特征，其断口呈扁尖状<sup>[1]</sup>，表现出很强的韧性断裂，断口收缩非常剧烈，并且在断口上有非常明显的滑移线特征，其变形不均匀，同时可以清楚看到在试样断口的底部中心有一条细长的直线被认为是拉长了的显微孔洞<sup>[22]</sup>。

经过多次 ECAP 变形后，断裂方式逐渐开始发生

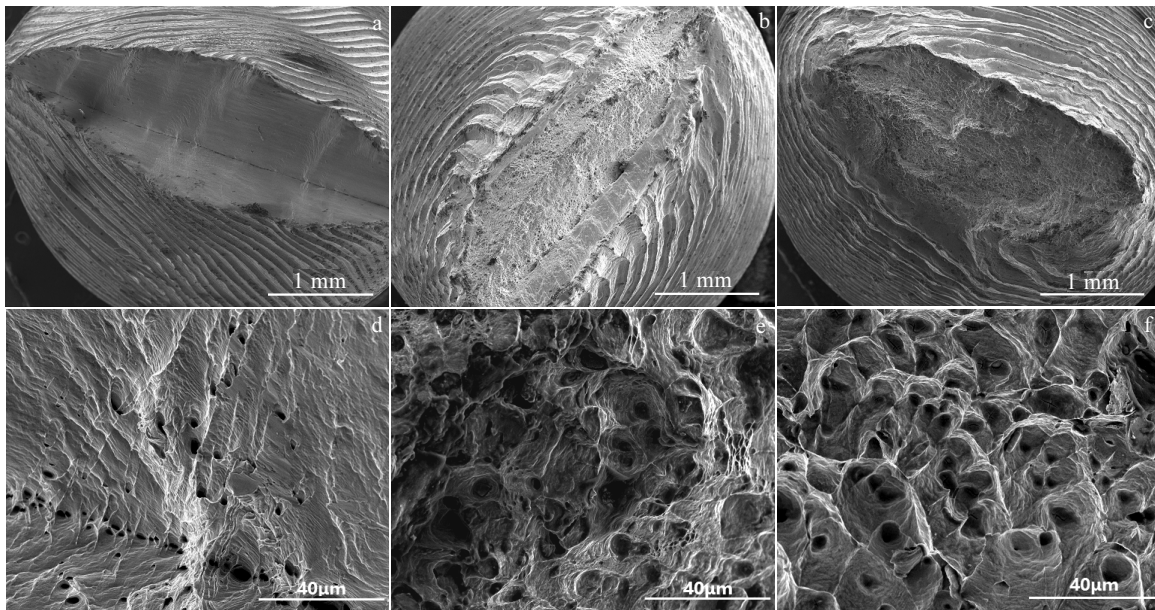


图 8 不同道次 ECAP 后单晶铜的拉伸断口特征

Fig.8 Tensile fracture characteristics of single crystal copper after ECAP with different passes: (a, d) 1 pass, (b, e) 3 passes, and (c, f) 5 passes

改变。挤压 1 道次后(图 8a), 韧窝开始出现, 数量较少且较浅, 断口底部的细长直线还非常清晰, 在分切应力的作用下, 断口成扁尖状, 宏观形貌上还是保留了典型的单晶铜特征。但挤压 3 道次后(图 8b), 底部中心的细长直线逐渐消失, 韧窝数量急剧增加, 而且较深(图 8e)。挤压 5 道次后(图 8c), 扁尖状断口彻底消失, 断口已经没有任何明显的单晶铜特征, 韧窝数量几乎不变(图 8f), 但相比于 3 道次变形后的韧窝深度略有加深。说明 5 道次变形后材料的塑性有所提高。断口颈缩面积明显变大, 断口由原本的扁尖状逐渐向不规则形状转变, 表明材料由韧性断裂向脆性断裂转变, 塑性变差, 但总体上仍是韧性断裂。

由断裂方式的改变可以看出, 随着挤压道次增加, 其断裂方式逐渐发生改变, 塑性变差, 但在 5 道次挤压后仍然保有单晶铜的断裂特征, 这与前文分析结果相符。

### 3 结 论

1) 拥有<111>初始取向的单晶铜在 2 道次 ECAP 变形后出现取向几乎一致的初始取向剪切带, 并与 ED 轴成 15°~20°角, 4 道次变形后其取向变化很小, 但剪切带偏转方向发生改变。

2) 在 4 道次变形后, 取向只发生旋转并未分散, 织构仍为 {111}<112>, 材料取向与原始单晶铜趋于一致, 晶界取向差变化不明显, 并未出现大角度晶界, 表明晶粒在 4 道次变形后并未被破碎。

3) 在 5 道次变形后, 抗拉强度由 168 MPa 提高到 395 MPa; 伸长率在开始变形后有所下降, 5 道次后回升到 26.5%; 材料硬度大幅度提高, 由 600 MPa 提高到 1250 MPa, 在 4 道次变形后逐渐趋于稳定。

4) 随着挤压道次的增加, 扁尖状断口消失, 且开始大量出现韧窝, 颈缩面积变大, 材料塑形变差, 但总体上保留了单晶体的断裂特征。

5) 单晶铜可以在有限的应变下使晶粒不破碎, 只产生亚晶和亚晶界, 提高材料强度, 从而使材料得到强化。

#### 参考文献 References

- [1] Ding Yutian(丁雨田), Xu Guangji(许广济), Guo Fawen(郭法文) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2003, 13(5): 1071
- [2] Yang Dezhuang(杨德庄). *Dislocation and Metal Strengthening mechanism* (位错与金属强化机制)[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 1991: 107
- [3] Segal V M, Reznikov V I, Drobyshevskii A E et al. *Metally*[J], 1981, 1: 115
- [4] Valiev R Z, Rezuikov V I, Tsenev N K et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 1991, 137(15): 35
- [5] Kang Zhixin(康志新), Peng Yonghui(彭勇辉), Kong Jing(孔晶) et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(2): 215
- [6] Wang Y L, Lapovok R, Wang J T et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 2015, 628: 21
- [7] Murashkin M, Medvedev A, Kazykhanov V et al. *Metals-Open Access Metallurgy Journal*[J], 2015, 5(4): 2148
- [8] Chrominski W, Olejnik L, Rosochowski A et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 2015, 636: 172
- [9] Guo Tingbiao(郭廷彪), Ding Yutian(丁雨田), Xu Guangji(许广济) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2010, 20(7): 1375
- [10] Mishra A, Kad B K, Gregori F et al. *Acta Materialia*[J], 2006, 55(1): 13
- [11] Furukawa M, Iwahashi Y, Horita Z et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 1998, 257(2): 328
- [12] Liu Xiaoyan(刘晓燕), Zhao Xicheng(赵西成), Yang Xirong(杨西荣) et al. *Materials Review*(材料导报)[J], 2011, 25(5): 11
- [13] Carpenter J S, Nizolek T, McCabe R J et al. *Acta Materialia* [J], 2015, 92: 97
- [14] Zhao Xicheng(赵西成), Xie Chen(解晨), Wang Gengjie(王耿洁) et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(6): 1139
- [15] Wu Shiding(吴世丁), An Xianghai(安祥海), Han Weizhong(韩卫忠) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(3): 257
- [16] Fukuda Y, Oh-ishi K, Furukawa M et al. *Journal of Materials Science*[J], 2007, 42: 1501
- [17] Skrotzki W, Tóth L S, Klöden B et al. *Acta Materialia*[J], 2008, 56(14): 3439
- [18] Hu Jing(胡静), Lin Dongliang(林栋梁), Wang Yan(王燕) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2009, 45(6): 652
- [19] Mishra A, Kad B K, Gregori F. *Acta Materialia*[J], 2007, 55: 13
- [20] Kommel L, Hussainova I, Volobuev O. *Materials and Design* [J], 2007, 28(7): 2121
- [21] Mishin O V, Jensen D J, Hansen N. *Materials Science & Engineering A*[J], 2003, 342(1-2): 320
- [22] Hu Rui(胡锐), He Ping(何平), Li Jinshan(李金山) et al. *Mechanical Science and Technology*(机械科学与技术)[J], 2005, 24(6): 71

## Deformation Structure and Mechanical Properties of Single Crystal Copper Deformed by Route ECAP/Bc

Guo Tingbiao<sup>1,2</sup>, Wang Chen<sup>1</sup>, Li Qi<sup>1</sup>, Zhang Feng<sup>1</sup>, Jia Zhi<sup>1,2</sup>

(1. State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Non-ferrous Metals,  
Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

(2. Key Laboratory of Nonferrous Metal Alloys and Processing, Ministry of Education, Lanzhou 730050, China)

**Abstract:** The deformation structure of single crystal copper during 4 passes equal channel angular pressing (ECAP) through route Bc was investigated by electron backscatter diffraction (EBSD) and XRD, and the mechanical properties of the deformed material were measured. The results show that the macroscopic orientation of the single crystal under low pass deformation does not change. After 2 passes, an orientation-ordered shear band appears and inclines within the range of  $15^{\circ}\sim 20^{\circ}$  in the ED direction, with a deformed texture  $\{111\}\langle 112\rangle$  on the grains; After 4 passes, the angle between the shear band and the ED direction is constant, while the inclined direction is opposite to that of the 2 passes, the texture of the material is still  $\{111\}\langle 112\rangle$  texture, and no large angle grain boundary is present; After 5 passes, the tensile strength increases from 168 MPa to 395 MPa, and the elongation decreases from 63% to 26.5%, the material hardness increases from 600 MPa to 1250 MPa, and then tends to change little. Because of the accumulation of dislocations, the plastic deformation ability of the material becomes deteriorated, and the necking area increases. ECAP has a positive effect on increasing the strength of single crystal copper with unbroken grains.

**Key words:** equal channel angular pressing; electron backscattered diffraction; texture; single crystal copper

---

Corresponding author: Guo Tingbiao, Ph. D., Associate Professor, State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Non-ferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, Tel: 0086-931-2757285, E-mail: gtb777@163.com