

深冷处理对冷轧铜合金组织与性能的影响

刘克明¹, 盛晓春¹, 李小龙², 金莹³, 李沐林¹, 沈智¹, 付凯¹, 周海涛⁴

(1. 南昌工程学院 江西省精密驱动与控制重点实验室, 江西 南昌 330099)

(2. 中冶长天国际工程有限责任公司 工程技术研究中心, 湖南 长沙 410205)

(3. 江西省科学院 应用物理研究所, 江西 南昌 330096)

(4. 中南大学 材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410083)

摘要: 采用扫描电子显微镜、透射电子显微镜、X 射线衍射仪、万能试验机及电阻率测试仪等研究了深冷处理 (DCT) 对冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金组织和性能的影响。深冷处理使 30% 压下率冷轧合金显微组织细化和均匀化, 并且随着深冷处理时间增加, 细化和均匀化程度不断提高。深冷处理促使固溶 Ni、Co 和 Si 等原子不断从铜基体中析出, 在合金晶粒内和晶界处形成尺寸为 0.1~1 μm 之间的细小弥散球形和长条形第二相颗粒。冷轧前后合金的抗拉强度、电导率和延伸率均随着深冷处理时间延长而增加, 并在约 36 h 后趋于稳定。深冷处理 48 h 后, 冷轧前后合金的抗拉强度、电导率和延伸率分别增加了 5.4% 和 4.4%、6.7% 和 8.0%、及 13.2% 和 18.7%。冷轧后合金的抗拉强度高于冷轧前; 而冷轧后的电导率和延伸率低于冷轧前, 但差距均随着深冷处理时间增加而缩小。经深冷处理合金的拉伸断口韧窝的数量和深度比未经深冷处理合金大, 且分布更加均匀。

关键词: 铜合金; 冷轧; 深冷处理; 组织; 性能

中图分类号: TG146.1⁺1; TG156.93

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)01-0215-07

近几十年来, 高强铜合金已经成为许多工业领域不可或缺的材料^[1-6]。其中, Cu-Ni-Si 系合金因其高强高导和无磁性等优点被广泛用于制作大规模集成电路引线框架等^[7-8]。C7035 铜合金是重要的 Cu-Ni-Si 系合金之一, 主要成分为 1.0%~2.5% Ni、0.5%~1.2% Si、1.0%~2.0% Co 和余量 Cu。其服役性能由于 Co 元素的加入与 C7025 铜合金相比具有明显提升^[9-10]。但近年来随着微电子工业的迅猛发展, 超大规模集成电路等对 Cu-Ni-Si 系合金的强度、电导率及综合性能等提出了更高要求。

基于高新技术领域的重大需求, 各国科技工作者针对 Cu-Ni-Si 系合金开展了广泛研究^[11-12]。彭丽军等^[13]研究了不同热机械处理工艺对 Cu-Ni-Co-Si 合金组织与性能的影响, 发现对热轧试样进行 1000 °C/1 h 固溶处理, 再进行 60% 压下率的冷变形和 500 °C/2 h 的时效处理后, 合金基体中出现了大量圆形正交结构 (Ni, Co)₂Si 相, 合金的综合性能优良。Zhao 等^[14]采用多级热机械处理工艺制备了一种 Cu-Ni-Co-Si 合金, 其优化的抗拉强度、电导率和延伸率组合达到 810 MPa、57.5% IACS (international annealed copper

standard) 和 3.4%。Suzuki 等^[15]研究发现结合微量 Fe 加入、冷变形和时效处理可提高 Cu-Ni-Si 系合金的综合性能, 并提出了一种多级时效耦合冷变形的新工艺。Ban 等^[16]设计了一种新型 Cu-Ni-Co-Si 合金, 经适当的热机械处理后, 合金的强度、电导率和延伸率分别达到 857 MPa、42.8% IACS 和 7%。

深冷处理也称超低温处理, 是指采用液氮等低温液态介质作为制冷剂, 并在 -130 °C 以下对材料进行保温处理以提高材料性能的实验方法。近几十年来, 深冷处理作为一种提高材料性能的方法, 在钢铁、铝和镁等部分有色金属合金及非晶合金等材料中获得了广泛应用^[17-20]。Jovičević-Klug 等^[21]研究了深冷处理对不锈钢、冷作工具钢、热作工具钢和轴承钢显微结构和组织演变的影响, 发现深冷处理增加了碳化物的析出量, 并使析出粒子球化、细化且分布更加均匀。王瑶等^[22]研究了深冷处理对 TC4 钛合金组织与性能的影响, 发现深冷处理后合金的组织更加致密和均匀, 表面硬度获得提高, 从而使合金工件的表面光整度和表面加工纹理等经滚磨光整加工后提升更加明显。Barylski 等^[23]研究了深冷处

收稿日期: 2022-03-14

基金项目: 江西省自然科学基金 (20202ACBL20087, 20192BAB206001); 国家自然科学基金 (51861025)

作者简介: 刘克明, 男, 1974 年生, 博士, 教授, 南昌工程学院江西省精密驱动与控制重点实验室, 江西 南昌 330099, 电话: 0791-88125978, E-mail: 2016994619@nit.edu.cn

理对 Mg-Y-Nd-Zr 合金显微组织和力学性能的影响,发现深冷处理加速了固溶原子的析出,从而提高 Mg-Y-Nd-Zr 合金强度。

上述分析表明,超大规模集成电路等高新技术领域对 Cu-Ni-Si 合金的强度和电导率等提出了更高要求,深冷处理作为超低温处理技术是提高材料性能的一种有效方法。因此,本工作重点研究了深冷处理对 Cu-Ni-Co-Si 合金显微组织、拉伸性能和电导率的影响,旨在优化合金的热机械处理制度,提高合金的强度、延伸率和电导率,使其满足不同高新技术领域应用需求。

1 实验

实验材料为一种商用 Cu-Ni-Co-Si 合金带,其初始宽度和厚度分别为 28.00 和 0.30 mm,主要化学成分为(质量分数,下同):Ni1.34%,Co1.02%,Si0.61%和 Cu 余量。

采用四辊轧机对合金带进行两道次室温冷轧,压下量分别为 0.05 和 0.04 mm。制得厚度为 0.21 mm、轧制压下率为 30%的 Cu-Ni-Co-Si 合金样品。然后将轧制合金样品直接浸入液氮罐中进行深冷处理。深冷处理时间分别为 0、6、12、24、36 和 48 h。深冷处理结束后将合金样品取出液氮罐升至室温。

采用 FEI Quanta 200 环境扫描电子显微镜(SEM)分析样品的显微组织。通过 JEM-2000EX 透射电子显微镜(TEM)观察样品的析出相形态、大小和分布。基于 Rigaku D/Max 2500 X 射线衍射仪(XRD)和能量色散光谱仪(EDS)实验结果确定析出相种类。样品拉伸性能测试在 Instron 3369 万能试验机上完成。样品电导率通过 QJ36s DC 电阻率测试仪测试结果计算获得。

2 结果与讨论

2.1 显微组织

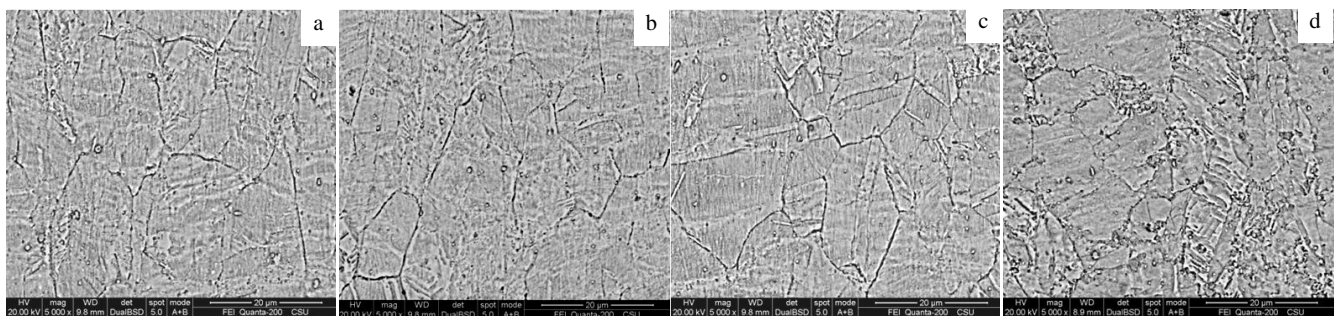


图 1 30%压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金经不同时间深冷处理后的显微组织

Fig.1 Microstructures of the Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si alloy after cold rolling reduction of 30% with the cryogenic treatment for different time: (a) 0 h, (b) 6 h, (c) 24 h, and (d) 48 h

图 1a 所示为经 30%压下率冷轧后的 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金显微组织。图 1b、1c 和 1d 所示为 30%压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金在液氮中经不同时间深冷处理后的显微组织。深冷处理后,合金样品的晶粒组织得到了细化,如图 1b 所示。随着深冷处理时间的增加,合金样品的晶粒组织细化更加明显,合金基体中的晶粒分布更加均匀,如图 1c 和 1d 所示。这是由于在液氮深冷处理过程中,Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金温度急剧降低、内部晶粒间隙减小、体积收缩,从而减少合金内部缺陷;同时,与热胀冷缩原理类似,在深冷处理过程中合金体积收缩使合金内部产生压应力,促使内部晶粒细化和均匀化;随着深冷处理时间增加,合金内部缺陷减少和内部压应力增加程度持续上升,促使晶粒细化和均匀化程度不断提高^[17,20,22]。同时从图 1a~1d 可以发现,经深冷处理一定时间后,合金组织内的细小点状相数量明显增加,这可能与深冷处理促使固溶原子析出有关。相关分析将在 2.2 节析出相中作进一步证实。

2.2 析出相

图 2 所示为深冷处理前和深冷处理 48 h 后 30%压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的 TEM 形貌。对比图 2a 和 2b 可以发现,合金在液氮中经 48 h 深冷处理后,晶粒内部和晶界处明显析出了更多细小且弥散分布的第二相颗粒,与图 1 中 SEM 显微组织分析提到的细小点状相数量明显增加的结果相吻合。这是由于深冷处理使 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金基体温度持续快速下降,引起固溶体的稳定性降低,促使固溶于基体中的 Ni、Co 和 Si 元素不断析出,并在化学势的驱动下不断扩散和聚集形成细小且弥散分布的第二相^[20,22-23]。析出的第二相颗粒主要为长条形和球形 2 种,其中长条形第二相颜色较深,球形第二相颜色较浅。2 种形貌的第二相各有大小之分,且第二相的平

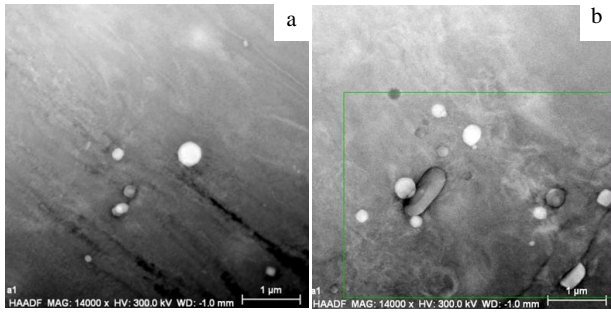


图 2 深冷处理前后 30%压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的 TEM 形貌

Fig.2 TEM morphologies of the Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si alloy after cold rolling reduction of 30% without (a) and with (b) the deep cryogenic treatment for 48 h

均尺寸基本介于 0.1~1 μm 之间,如图 2b 所示。图 2b 中的方框为后续析出相分析的选择区域。

图 3 所示为深冷处理前和深冷处理 48 h 后 30%压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的 X 射线衍射图谱。由图可知,经深冷处理 48 h 后,尽管细小弥散析出相的数量明显增加,但未发现形成新相,深冷处理前后 30%压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的析出相均主要为 Ni₂Si、CoSi 和 Cu₁₅Si₄。同时发现深冷处理 48 h 后 Cu(200)峰发生了明显变化,这可能与深冷处理对晶粒的细化等有关。

图 4 所示为高角度环形暗场 Z 衬度像图 2b 中选区部分的第二相 EDS 成分分析。在图 2b 的选区图 4a 中,将析出颗粒基于图 3 的 XRD 分析和颜色差异分成 A、B 和 C 3 类,并分别选出代表性颗粒 Ax、Bx 和 Cx 进行 EDS 成分分析,具体见图 4c、4d 和 4e 及表 1 中 Ax、Bx 和 Cx 的成分分析。图 4b 为图 2b 选区 EDS 的面扫描全元素分布图。由图 4b 可见,Cu 元素在合金基体内分布较为均匀,但在某些第二相区域内含量相对较少,如图中蓝色区域,可判断该类第二相中 Cu 元素含量很少或者几乎不含 Cu 元素。同时从图 4b 中还可以看出,大部分 Ni、Co 和 Si 元素已从基体中析出并形成第二相,主要有含 Cu 相与不含 Cu 相、富 Si 相和贫 Si 相等。其中 A 类第二相颜色最深,主要有长条形和球形 2 种,包含有 Ni、Co 和 Si 元素,同时含有极少量的 Cu 元素。基于 Ax 能谱和 Ax 成分分析可知,其 Ni 元素与 Si 元素的原子比接近 2:1,结合图 3 中 XRD 分析结果可确定 A 类第二相为 Ni₂Si。B 类第二相颜色较深,主要为球形,包含有 Cu、Ni 和 Co 元素,同时含有少量的 Si 元素。基于 Bx 能谱和 Bx 成分分析可知,其 Cu 元素与 Si 元素的原子比接近 15:4,结合图 3 中 XRD 分析结果可确定 B 类第二相为 Cu₁₅Si₄。C

类第二相颜色较浅,主要为球形,包含有 Cu、Ni、Co 和 Si 元素。基于 Cx 能谱和 Cx 成分分析可知,其 Co 元素与 Si 元素的原子比接近 1:1,结合图 3 中 XRD 分析结果可确定 C 类第二相为 CoSi。图 5a、5b 和 5c 分别为 Ax、Bx 和 Cx 的选区电子衍射花样及标定结果,其与 EDS、XRD 结果一致,进一步表明析出相 A、B 和 C 分别为 Ni₂Si、Cu₁₅Si₄ 和 CoSi。

2.3 强度

图 6 所示为 30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金在液氮中深冷处理 0、6、12、24、36 和 48 h 的抗拉强度变化曲线。由图可见,30%压下率冷轧后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的抗拉强度明显高于冷轧前,这与已有的研究结果相类似^[20,24]。同时,在各种深冷处理时间下,冷轧后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的抗拉强度均高于冷轧前。从图中还可发现,30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的抗拉强度均随着深冷处理时间的延长而增加;当深冷处理时间达到 36 h 左右,合金的抗拉强度趋于稳定。深冷处理 48 h 后,冷轧前后合金的抗拉强度分别达到 886 和 899 MPa,增加了 5.4% 和 4.4%。在深冷处理起始阶段,抗拉强度随着深冷处理时间延长快速上升;此后,随着深冷处理时间进一步延长,抗拉强度的增速逐渐下降,并在达到一定时间后趋于 0,即随着深冷处理时间延长抗拉强度基本保持不变。这是由于深冷处理使合金温度急剧下降,促使内部晶粒细化和均匀化;随着深冷处理时间不断延长,合金温度持续降低,晶粒细化和均匀化程度不断提高,并在达到一定时间后,深冷影响趋于稳定,晶粒细化和均匀化基本完成。

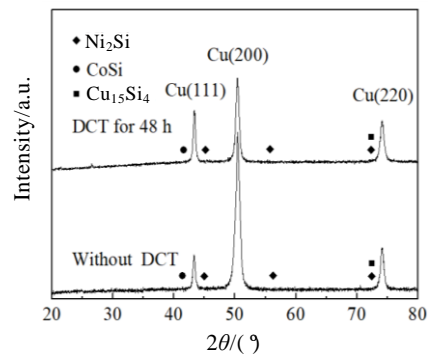


图 3 深冷处理前和深冷处理 48 h 后 30%压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的 XRD 图谱

Fig.3 XRD patterns of the Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si alloy after cold rolling reduction of 30% without and with the deep cryogenic treatment for 48 h

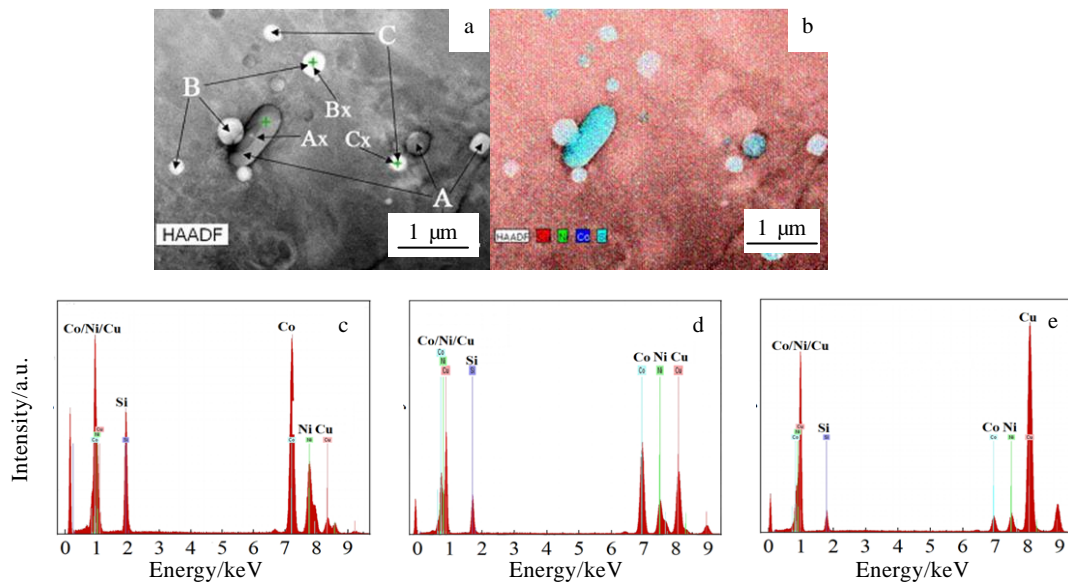


图 4 高角度环形暗场 Z 衬度像图 2b 选区部分的析出相 EDS 成分分析

Fig.4 EDS component analysis of the precipitate particles for the high angle annular dark field Z-contrast image of Fig.2b: (a) a selected area of Fig.2b; (b) distribution of all elements in the selected area; EDS spectra of Ax (c), Bx (d), and Cx (e) marked in Fig.4a

表 1 图 4a 中 Ax、Bx 和 Cx 的成分分析

Table 1 Composition analysis of particles Ax, Bx and Cx marked in Fig.4a

Element	Particle Ax		Particle Bx		Particle Cx	
	$\omega/\%$	at%	$\omega/\%$	at%	$\omega/\%$	at%
Cu	5.324 39	4.294 79	44.013 22	39.731 35	86.084 200	82.795 503
Ni	37.266 66	34.423 80	14.146 26	13.852 24	6.467 784	6.735 002
Si	8.144 81	15.728 77	5.023 18	10.364 35	2.410 135	5.244 821
Co	49.264 14	45.552 64	36.817 34	36.052 06	5.037 878	5.224 674

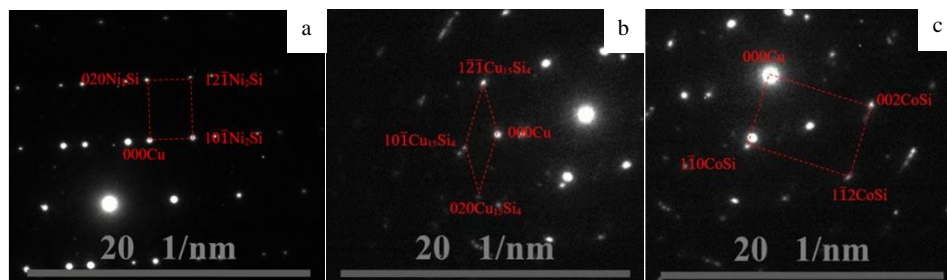


图 5 高角度环形暗场 Z 衬度像图 2b 选区部分的析出相选区电子衍射花样

Fig.5 Selected area electron diffraction (SAED) patterns of the precipitate particles for the high angle annular dark field Z-contrast image of Fig.2b: (a) Ax, (b) Bx, and (c) Cx

2.4 延伸率

图 7 所示为 30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金在液氮中深冷处理 0、6、12、24、36 和 48 h 的延伸率变化曲线。由图可见，与深冷处理对抗拉强度的影响规律相类似，30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的延伸率随着深冷处理时间的延长而增加；当深冷处理时间达到 36 h 左右，合

金的延伸率趋于稳定。深冷处理 48 h 后，冷轧前后合金的延伸率分别达到 4.30%和 4.25%，增加了 13.2%和 18.7%。在深冷处理起始阶段，延伸率随着深冷处理时间延长快速上升；此后，随着深冷处理时间进一步延长，延伸率的增速逐渐下降，并在达到一定时间后趋于 0，即随着深冷处理时间延长延伸率基本保持不变。这是由于深冷处理使合金温度急剧降低，促使

内部晶粒间隙减小、体积收缩,从而减少合金内部缺陷;随着深冷处理时间延长,温度影响不断减小,合金内部缺陷逐渐趋于平衡。此外,30%压下率冷轧后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的延伸率明显低于冷轧前。但 30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的延伸率差距随着深冷处理时间的延长而不断缩小,如图 7 所示。

图 8 所示为深冷处理前和深冷处理 48 h 后 30%压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的 SEM 拉伸断口形貌。由图可见,两者均为典型韧窝状断口,但经液氮深冷处理 48 h 后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的韧窝数量和深度比未经深冷处理合金大,且韧窝分布也更加均匀,与图 1 所示 SEM 显微组织观察到的深冷处理后晶粒组织更细小、晶粒分布更均匀的结果相一致。这进一步验证了图 7 的分析结果,即深冷处理可提高 30%压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的冷加工变形能力。

2.5 电导率

图 9 所示为 30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金在液氮中深冷处理 0、6、12、24、36 和 48 h 的电导率变化曲线。由图可见,30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的电导率随着深冷处理时间的延长而增加;当深冷处理时间达到 36 h 左右,合金的电导率趋于稳定。深冷处理 48 h 后,冷轧前后合金的电导率分别达到 49.21%IACS 和 49.12%IACS,增加了 6.7%和 8.0%。在深冷处理起始阶段,电导率随着深冷处理时间增加快速上升;此后,随着深冷处理时间进一步增加,电导率的增速逐渐下降,并在达到一定

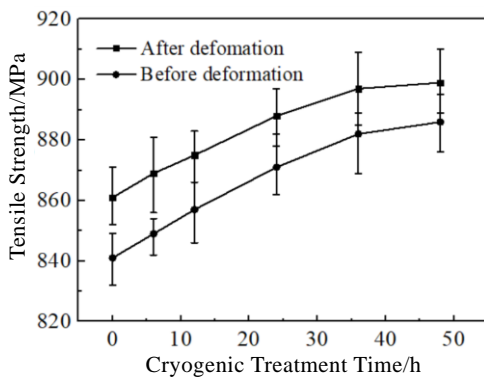


图 6 30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金在液氮中深冷处理 0、6、12、24、36 和 48 h 的抗拉强度变化曲线

Fig.6 Tensile strength curves of the Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si alloy before and after cold rolling reduction of 30% with the cryogenic treatment in liquid nitrogen for 0, 6, 12, 24, 36 and 48 h

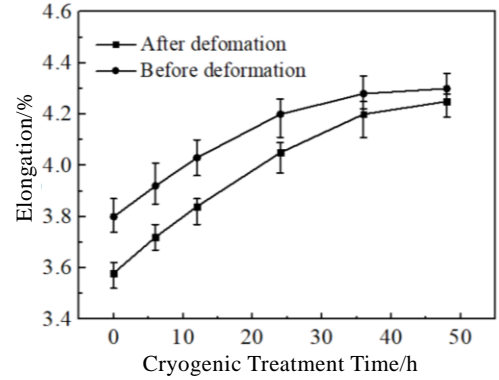


图 7 30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金在液氮中深冷处理 0、6、12、24、36 和 48 h 的延伸率变化曲线

Fig.7 Elongation curves of the Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si alloy before and after cold rolling reduction of 30% with the cryogenic treatment in liquid nitrogen for 0, 6, 12, 24, 36 and 48 h

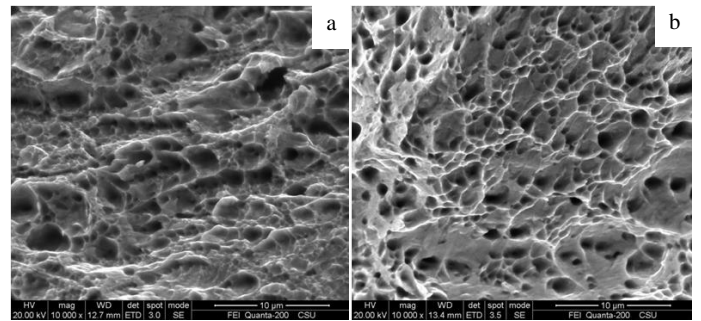


图 8 深冷处理前后 30%压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的 SEM 拉伸断口形貌

Fig.8 Fracture surface SEM morphologies of the Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si alloy after cold rolling reduction of 30% without (a) and with (b) deep cryogenic treatment for 48 h

时间后趋于 0,即随着深冷处理时间增加电导率基本保持不变。与已有研究结果相类似^[15-16,25],30%压下率冷轧后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的电导率明显低于冷轧前。但 30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的电导率差距随着深冷处理时间的增加而不断缩小,如图 9 所示。

深冷处理促使 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金内晶粒和晶界处析出细小弥散分布的第二相,析出颗粒数量随着深冷处理时间延长而增加,一定时间后,第二相颗粒析出基本完成。这促使 30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金抗拉强度随着深冷处理

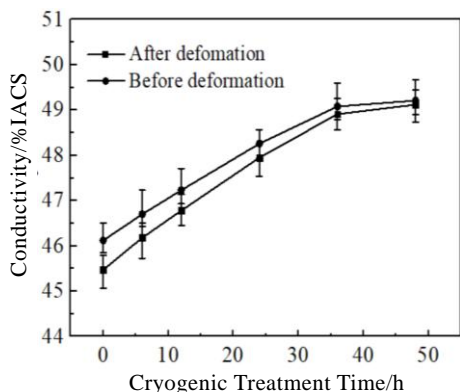


图 9 30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金在液氮中深冷处理 0、6、12、24、36 和 48 h 的电导率变化曲线

Fig.9 Conductivity curves of the Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si alloy before and after cold rolling reduction of 30% with the cryogenic treatment in liquid nitrogen for 0, 6, 12, 24, 36 and 48 h

时间延长而增加，并在达到一定时间后趋于稳定。同时，已有研究表明，铜合金的电导率不仅受声子、位错和界面散射的影响，而且还受合金内部杂质和缺陷等的影响^[26-28]。根据 Matthiessen 定则，铜基体的电阻率 ρ_{Cu} 主要由 4 个部分构成，如下^[27]：

$$\rho_{Cu} = \rho_{pho} + \rho_{dis} + \rho_{int} + \rho_{imp} \quad (1)$$

其中， ρ_{pho} 、 ρ_{dis} 和 ρ_{int} 分别是声子散射电阻率、位错散射电阻率和界面散射电阻率； ρ_{imp} 是杂质散射电阻率。室温下，冷轧压下率相同的铜合金有相近的声子散射电阻率和位错散射电阻率。同时，冷轧压下率相同的铜合金有类似的界面结构和界面密度，故有相近的界面散射电阻率。由式 (1) 可知，深冷处理前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的电导率差异主要是因为基体中固溶原子的含量不同。因此，30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的电导率随着深冷处理时间的延长而增加，并在达到一定时间后趋于稳定。

3 结 论

1) 深冷处理使 30% 压下率冷轧 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金显微组织细化和均匀化，并且随着深冷处理时间延长，组织细化和均匀化程度不断提高。

2) 深冷处理使固溶 Ni、Co 和 Si 等原子不断从铜基体中析出，在合金晶粒内和晶粒界面处形成尺寸为 0.1~1 μm 之间的细小弥散球形和长条形第二相颗粒。

3) 30%压下率冷轧前后 Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si 合金的抗拉强度随着深冷处理时间延长而增加，并在一定时间后趋于稳定；深冷处理 48 h 后，冷轧前后合金的抗拉强度分别增加了 5.4% 和 4.4%；且冷轧后的抗拉强度均高于冷轧前。

4) 合金的电导率随着深冷处理时间延长而增加，并在一定时间后趋于稳定；深冷处理 48 h 后，冷轧前后合金的电导率分别增加了 6.7% 和 8.0%；冷轧后的电导率低于冷轧前，但两者的电导率差距随着深冷处理时间增加而缩小。

5) 合金的延伸率随着深冷处理时间延长而增加，并在一定时间后趋于稳定；深冷处理 48 h 后，冷轧前后合金的延伸率分别增加了 13.2% 和 18.7%；冷轧后的延伸率低于冷轧前且差距随着深冷处理时间延长而缩小；经深冷处理合金的拉伸断口韧窝的数量和深度比未经深冷处理合金大，且分布更加均匀。

参考文献 References

- [1] Kim H, Ahn J H, Han S Z *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 832: 155 059
- [2] Liu Keming(刘克明), Lu Deping(陆德平), Zhou Haitao(周海涛) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(11): 1931
- [3] Huang A H, Wang Y F, Wang M S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 746: 211
- [4] Liu K M, Huang Z K, Zhang X W *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 673: 1
- [5] Zhao H M, Fu H D, Xie M *et al. Vacuum*[J], 2018, 154: 190
- [6] Liu Keming(刘克明), Lu Deping(陆德平), Zhou Haitao(周海涛) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2013, 23(11): 3165
- [7] Goto M, Yamamoto T, Han S Z *et al. Materials Letters*[J], 2021, 88: 129 353
- [8] Chalou J, Guérin J D, Dubar L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 667: 77
- [9] Liu F, Li J, Peng L J *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 862: 158 667
- [10] Pan S B, Wang Y J, Yu J X *et al. Materials & Design*[J], 2021, 209: 109 929
- [11] Zhang R, Li Z, Sheng X F *et al. Fusion Engineering and Design*[J], 2020, 159: 11 176
- [12] Zhao Z, Zhang Y, Tian B H *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 797: 1327
- [13] Peng Lijun(彭丽军), Ma Jimiao(马吉苗), Liu Xingyu(刘兴

- 宇) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(6): 1969
- [14] Zhao Z L, Xiao Z, Li Z *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 759: 396
- [15] Suzuki S, Shibutani N, Mimura K *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2006, 417(1-2): 116
- [16] Ban Y J, Geng Y F, Hou J R *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2021, 93: 1
- [17] Fan S C, Hao H, Zhang X G. *Steel Research International*[J], 2021, 92(5): 2 000 554
- [18] Liu W, Cheng W J, Yuan S J. *International Journal of Mechanical Sciences*[J], 2021, 195: 106 266
- [19] Xue P, Huang Y J, Pauly S *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 871: 159 570
- [20] Jia J J, Meng M, Zhang Z M *et al. Journal of Materials Research and Technology*[J], 2022, 16: 74
- [21] Jovičević-Klug P, Jovičević-Klug M, Sever T *et al. Journal of Materials Research and Technology*[J], 2021, 14: 1007
- [22] Wang Yao(王 瑶), Li Yonggang(李永刚), Li Wenhui(李文辉) *et al. Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2021, 45(11): 1289
- [23] Barylski A, Aniolek K, Dercz G *et al. Wear*[J], 2021, 468: 203 587
- [24] Yan Y M, Liu K, Luo Z X *et al. Metals*[J], 2021, 11(12): 1940
- [25] Funk P A, Kanaan A, Shank C *et al. International Journal of Engineering Science*[J], 2021, 167: 103 521
- [26] Lei Q, Li S Y, Zhu J L *et al. Materials Characterization*[J], 2019, 147: 315
- [27] Liu K M, Lu D P, Zhou H T *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 584: 114
- [28] Huang J Z, Xiao Z, Dai J *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2019, 744: 754

Influence of Deep Cryogenic Treatments on Microstructure and Properties of Cold Rolled Cu-Based Alloy

Liu Keming¹, Sheng Xiaochun¹, Li Xiaolong², Jin Ying³, Li Mulin¹, Shen Zhi¹, Fu Kai¹, Zhou Haitao⁴

(1. Jiangxi Key Laboratory for Precision Actuation and Control, Nanchang Institute of Technology, Nanchang 330099, China)

(2. Engineering Technology Research Center, Zhongye Changtian International Engineering Co., Ltd, Changsha 410205, China)

(3. Institute of Applied Physics, Jiangxi Academy of Sciences, Nanchang 330096, China)

(4. School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The influence of deep cryogenic treatments (DCT) on the microstructure and properties of a cold rolled Cu-1.34Ni-1.02Co-0.61Si alloy was investigated using scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), X-ray diffractometer (XRD), mechanical testing machine and low resistance tester. The DCT can refine and homogenize the microstructure of the alloy after cold rolling reduction of 30%. The grain refinement of the alloy becomes more obvious and the microstructure distribution becomes more uniform with increasing DCT time. The DCT promotes the precipitation of the solid solution elements Ni, Co and Si from the Cu matrix to form many fine and evenly distributed 0.1~1 μm spherical and strip second phase particles in the grain and grain boundary. The tensile strength, conductivity and elongation of the alloy before and after cold rolling reduction of 30% increase with increasing DCT time, and tend to be stable at about 36 h. After DCT for 48 h, the tensile strength, conductivity and elongation of the alloy before and after cold rolling increase by 5.4% and 4.4%, 6.7% and 8.0%, 13.2% and 18.7%, respectively. The tensile strength of the alloy after cold rolling is higher than that before cold rolling. The conductivity and elongation of the alloy after cold rolling are lower than those before cold rolling. However, the both differences decrease with increasing DCT time. The dimple quantity and depth of the alloy with DCT are larger, and the dimple distribution is more uniform than that without DCT.

Key words: copper alloy; cold rolling; deep cryogenic treatment; microstructure; properties

Corresponding author: Liu Keming, Ph. D., Professor, Jiangxi Key Laboratory for Precision Actuation and Control, Nanchang Institute of Technology, Nanchang 330099, P. R. China, Tel: 0086-791-88125978, E-mail: 2016994619@nit.edu.cn