

0.02 mm 厚钼箔材的显微组织、织构及性能

李 艳¹, 陈文帅^{1,2,3}, 周增林^{1,2,3}, 何学良¹, 惠志林¹

(1. 有研工程技术研究院有限公司, 北京 101407)

(2. 有研科技集团有限公司智能传感功能材料国家重点实验室, 北京 100088)

(3. 北京有色金属研究总院, 北京 100088)

摘 要: 以粉末冶金烧结坯为原料, 通过多道次轧制和中间退火制备了抗拉强度 >795 MPa、延伸率 >1% 的 0.02 mm 厚钼箔。采用场发射扫描电子显微镜、电子背散射衍射以及室温拉伸等手段分析了该箔材的组织、织构及力学性能特征, 并与相同工艺下的 0.06 mm 钼箔进行对比。结果表明: 较之于 0.06 mm 钼箔, 0.02 mm 钼箔显微组织特征在于晶粒形状皆为颗粒状或细长纤维状, 更为均匀细小且长径比更大; 其小角度晶界占比降低, 尤其是亚晶界的减少更为明显。0.02 mm 钼箔中织构组成具有更加向 α 线织构集中的特点, 其晶粒占比达 99.7%; 虽然 2 种钼箔的主织构皆为 $\{001\}\langle 110\rangle$, 但变形量更大的 0.02 mm 的 $\{001\}\langle 110\rangle$ 组分占比远低于 0.06 mm 钼箔, 而 $\{112\}\langle 110\rangle$ 占比则明显更高。0.02 mm 钼箔不同方向的力学性能差距更为突出, 用以表征各向异性程度的 IPA 值在 3 项力学性能指标上都有不同程度的提升; 随着厚度减薄, 钼箔不同方向的抗拉强度 \bar{R}_m 、屈服强度 \bar{R}_p 和延伸率 \bar{A}_{15} 、屈服比 \bar{R}_p/\bar{R}_m 呈现不同的变化趋势, 揭示出 RD、TD 方向加工硬化, 45°-RD 方向则形变初化。

关键词: 0.02 mm 钼箔; 显微组织; 织构; 力学性能; 真空电子器件

中图分类号: TG146.4⁺12

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)04-1426-06

由于钼及其合金具备高熔点、高高温强度及低蒸气压、低热膨胀系数等“二高二低”的性能特点^[1-3], 且较之于钨成本低、密度低且加工性能好, 电子、电气、核能、航空、航天等高新技术领域所需真空电子器件结构材料多倾向于选用钼及其合金^[4-5]。但是, 因为该应用场景加工过程复杂、对精度要求严苛且服役条件恶劣, 对所需钼板带箔棒管材的性能要求往往远高于普通应用场合^[6-7]。以变形量超大的箔材为例, 电真空用钼箔材要求组织均匀细小、强塑性高且匹配, 具有优良的加工和保型性能^[8-9]。同时, 在保证加工和使用性能的前提下, 器件大功率、高增益、小型化的发展趋势也导致对钼箔材的尺寸规格及精度要求愈加苛刻, 特别是 0.10 mm 以下厚度钼箔的应用日渐增多^[10]。相对地, 目前针对 0.10 mm 以下特别是 0.05 mm 以下厚度钼箔制备与性能的公开报道并不多见。国家标准 GB/T 3877-2006《钼箔》中, 对于 0.10 mm 以下厚度钼箔的力学性能并未给出明确规定。ASTM 标准 B386-2011 规定了室温下厚度 ≤ 0.025 mm 钼箔垂直于最终加工方向的抗拉强度、 $\sigma_{0.2\%}$ 屈服强度、50 mm 延伸率的最低值要求,

分别为 795 MPa、655 MPa 和 1%^[11]。贾东明等^[12]通过不同温度下 0.05 mm 钼箔的热处理实验, 在 800 °C 下退火制得了抗拉强度 1020 MPa、屈服强度 975 MPa、延伸率 4.1% 的 0.05 mm 钼箔。但是, 除以钼丝轧制而成、宽度多低于 5 mm 的电光源用钼窄箔带外^[13-16], 目前尚未见到可供真空电子器件生产使用的 0.02 mm 厚度较宽幅钼箔制备、组织及性能等的相关公开报道。

本研究通过多道次轧制制备了抗拉强度 >795 MPa、延伸率 >1% (垂直于最终加工方向) 的 0.02 mm 厚钼箔, 采用 FESEM、EBSD 及室温拉伸等手段分析其显微组织、织构及力学性能, 并与相同制备工艺制得的 0.06 mm 厚钼箔进行对比, 以期了解变形量大于 99.9%、厚度极小尺寸的钼箔的组织、织构特征及其对力学性能的影响。

1 实 验

厚度 25 mm 的钼烧结板坯经多道次交叉热轧、温轧、冷轧变形及热处理后得到尺寸为 $0.02 \times 180 \times L$ mm³ 的退火态钼箔, 其化学成分如表 1 所示。作为对照

收稿日期: 2022-04-01

基金项目: 国家重点研发计划专项 (2017YFB0306000)

作者简介: 李 艳, 女, 1979 年生, 博士, 教授级高工, 有研工程技术研究院有限公司, 北京 101407, E-mail: liy@grimm.com

的 0.06 mm 钼箔,除变形量不同外,与 0.02 mm 钼箔的制备工艺保持一致。

分别从 0.02、0.06 mm 厚钼箔上线切割切取 5 mm × 10 mm 的 EBSD 样品,经砂纸打磨至 2000#,再机械磨抛至表面光亮,最后以 Leica EMTIC 3X 进行离子束切割。采用配置 EBSD 探头的场发射环境扫描电镜 (FEI QUAN FEG 450) 和 HKL-Channel 5 数据处理系统进行取向成像分析,设置扫描步长 0.1 μm,扫描区域 30 μm × 全厚。

采用线切割分别沿 RD 方向 (与轧制方向成 0°)、45°RD 方向 (与轧制方向成 45°) 以及 TD 方向 (与轧制方向成 90°) 切取钼箔标准室温拉伸试样;每个方向取 3 个平行样,试样平行段剖切面均进行磨光处理。采用 WDW20 型微控电子万能试验机在室温下进行 3 个方向抗拉强度 R_m 、屈服强度 R_p 、延伸率 A_{15} 的力学性能测试,每个方向均以 3 个试样的测试结果求取平均值 \bar{R}_m 、 \bar{R}_p 和 \bar{A}_{15} 。设定拉伸速率为 1 mm/min,试样原始标距为 15 mm。

2 结果与讨论

2.1 显微组织

图 1 为 0.02、0.06 mm 厚度钼箔 ND-RD 平面的全厚 EBSD 取向成像衬度图 (0.02 mm 钼箔因制样过程减薄造成相对较大的厚度损失,附全厚金相组织像)。对比可以发现:

(1) 在 ND-RD 平面内 2 种厚度钼箔的晶粒均呈沿 RD 方向的细长纤维状,相互搭接交错。变形量稍小的 0.06 mm 钼箔晶粒纤维层宽多在 0.5~1.0 μm,长径比相对较小,局部为颗粒状、棒状晶粒,也存在多个层宽大于 3 μm 的云片状大晶粒。0.02 mm 钼箔组织则更为均匀,晶粒皆为细长纤维状或颗粒状,层宽多在 0.2~0.5 μm,长径比更大,有的晶粒甚至横贯 RD 方向整个视场。

(2) 0.02 mm 钼箔组织中,5°晶界和 15°晶界均匀、密集分布,说明其变形量大且组织内部晶粒变形均匀 (参见图 1a 全厚金相显微组织)。0.06 mm 钼箔中,表面层 (距表面约 1/6 厚度内)、亚表面层 (距表面约 1/3 厚度处) 和中心层的显微组织存在明显不同:表面层、中心部位与 0.02 mm 钼箔组织

比较相似,晶界分布明显密集,晶粒“碎化”更为严重,多为纤维状、颗粒状或短棒状;亚表面层明显晶界稀疏,组织多为横贯 RD 方向的云片状晶粒。这说明 0.06 mm 钼箔内部变形程度存在一定差异,表面层、中心部位变形程度高,晶粒细化程度高,且经退火后部分细长纤维状的形变晶粒发生再结晶形成了极细小的等轴晶粒;亚表面层变形程度相对较低,晶粒沿 ND 方向变形较小,晶粒细化不明显,且由于形变储能相对较低,同等强度下退火后并未发生明显的回复和再结晶。

(3) 2 种厚度钼箔 ND-RD 平面组织内,红色 5°晶界的密集程度较之于黑色 15°晶界都更高。这是因为去应力退火状态下 2 种钼箔只发生了回复和部分再结晶过程,通过点缺陷消除、位错应力松弛、对消和重组实现了部分组织的结构完整化;位错重新排列形成的小角度晶界和亚晶界依然大量存在,并未进展到完全再结晶的大角度晶界比例占绝对优势的随机分布状态。

为了获得更多晶界类型的细节并对其进行半定量分析,统计 EBSD 面扫描数据中每个晶粒内部任一数据点与相邻晶粒数据点之间的取向差,形成了晶界两侧晶

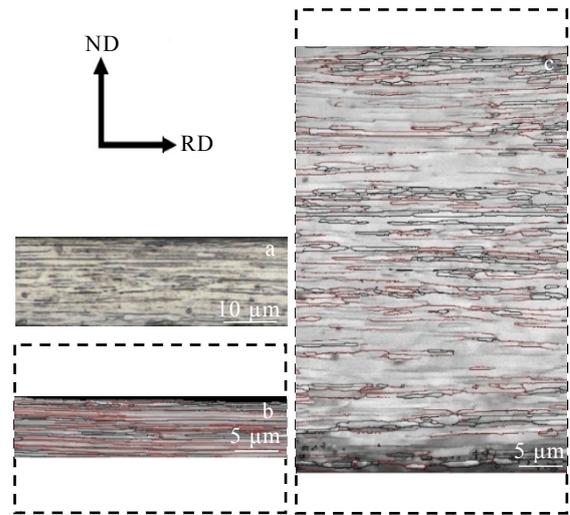


图 1 0.02 mm 钼箔 ND-RD 平面的全厚金相组织及 0.02、0.06 mm 钼箔 ND-RD 平面的全厚 EBSD 取向成像衬度图

Fig.1 Full-thickness metallographic microstructure (a) of 0.02 mm molybdenum foil ND-RD plane; contrast map of full-thickness EBSD orientation images of 0.02 mm (b) and 0.06 mm (c) molybdenum foils on ND-RD planes (the black line is the 15° grain boundary, the red line is the 5° grain boundary, and the dotted line is the surface position of the sample before sample preparation)

表 1 0.02 mm 钼箔的化学成分

Mo, ω/%	Impurity element content/μg·g ⁻¹									
	Fe	Ni	Al	Si	Ca	Mg	C	O	N	W
> 99.9	20	< 5	11	17	17	6	5	60	10	87

粒取向差分布图 (见图 2a) 及大小角度及亚晶界分布统计表 (见表 2)。一般认为, 取向差 $\theta > 10^\circ \sim 15^\circ$ 时为大角度晶界, $\theta < 10^\circ \sim 15^\circ$ 为小角度晶界。单个晶粒内部亚晶的界面称为亚晶界, 其取向差通常为 $\theta < 2^\circ$ ^[8,17]。

结合图 2a 与表 2 分析可知:

(1) 两钼箔样品的晶界中, 小角度晶界所占比例较高, 均超过 60%, 0.06 mm 钼箔甚至达到 75%; 大角度晶界相对较少。这一点, 同钼箔显微组织观察中得到的结果是一致的, 且说明该退火温度下大变形量钼箔组织内部产生的大量亚晶界和小角度晶界依然得以保留, 两钼箔样品的退火过程处于回复和部分再结晶阶段, 并未进展到完全再结晶状态。

(2) 较之于 0.06 mm 钼箔, 0.02 mm 钼箔中大角度晶界占比更高, 小角度晶界占比更低, 尤其是亚晶界的差别更为明显。这是因为随着应变的增加, 晶粒边界处存储的位错数量越来越多, 导致边界的平均取向差增加, 大角度晶界的数量增多。并且同样的退火制度下, 变形量更大、储能能更高的 0.02 mm 钼箔回复过程进行的相对充分, 形变损伤形成的各种缺陷得到了更为充分的消除, 位错对消和位错环收缩形成亚晶界、重排列成低能量的小角度晶界之后形成大角度晶界的进程相对 0.06 mm 钼箔明显趋前, 也造成了小角度晶界特别是亚晶界的部分消失^[18]。

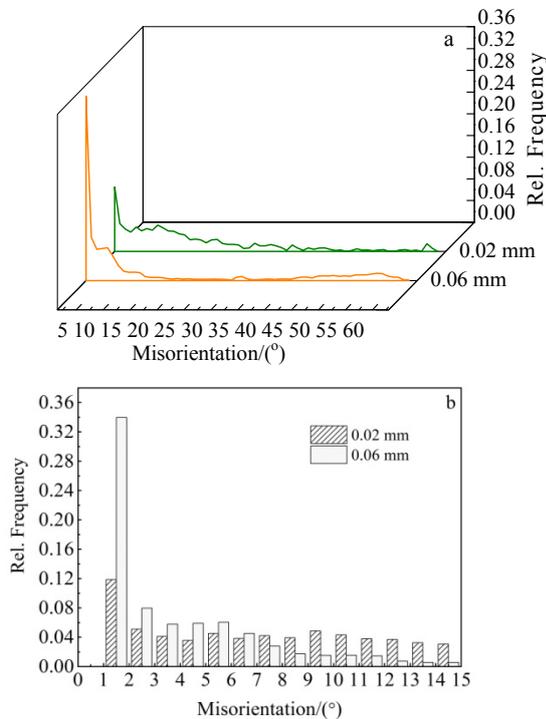


图 2 2 种厚度钼箔的晶界取向差及分布

Fig.2 Grain boundary misorientation and distribution of molybdenum foils with two thicknesses: (a) grain boundary with $\theta \in (0^\circ, 60^\circ)$; (b) low angle grain boundary ($\theta < 15^\circ$)

表 2 2 种厚度钼箔的大、小角度及亚晶界分布频率
Table 2 High and low angle and sub-grain boundary distribution frequency of molybdenum foils with two thicknesses

Thickness of molybdenum foil/mm	0.02	0.06
Deformation/%	99.9	99.8
High angle grain boundary	0.36	0.25
Low angle grain boundary	0.64	0.75
Subgrain boundary	0.12	0.34

(3) 0.02 mm 钼箔大角度晶界取向差集中分布于 $(15^\circ, 30^\circ)$ 区间, 而 0.06 mm 钼箔大角度晶界取向差则集中分布于 $(40^\circ, 60^\circ)$ 区间。仅从大角度晶界取向差部分考量, 0.06 mm 钼箔的晶界取向差分布相对更趋近于随机状态。

图 2b 为两钼箔样品 $\theta < 15^\circ$ 小角度晶界的分布频率。从图中可以看出, 0.06 mm 钼箔的小角度晶界分布仅在 $\theta < 7^\circ$ 范围内占优势, 0.02 mm 钼箔在 $\theta > 7^\circ$ 甚至更大范围 $(7^\circ, 40^\circ)$ 内占优。其原因可能是该退火制度下两钼箔样品主要发生回复过程但回复程度不同。回复程度相对低的 0.06 mm 钼箔组织主要处于相互缠绕的位错通过滑移和攀移、发生多边化、形成亚晶界的阶段, 使得更小角度的晶界取向差较多; 而回复程度相对高的 0.02 mm 钼箔组织主要处于亚晶相互合并、小角度晶界及角度偏小的大角度晶界大量形成的阶段, 导致亚晶界比例减少, 而小角度乃至大角度晶界比例增多。

2.2 织构及分布

0.02、0.06 mm 钼箔 ND-RD 平面的全厚 EBSD α 线+ γ 线取向成像图 (15° 晶界) 如图 3 所示。可以看出, 0.02 mm 钼箔中织构组分具有更加向 α 线织构集中的特点, 棕色 α 线织构 ($<110>/RD$) 晶粒占据视野的绝大多数, 仅存在个别蓝色 γ 线织构 ($<111>/ND$) 晶粒。这一点在表 3 的 α 线+ γ 线晶粒比例 (15° 晶界) 数据中也可以得到印证, 0.02 mm 钼箔中 α 线织构晶粒占比 99.7%, 而 γ 线织构晶粒占比仅为 2.66%。0.06 mm 钼箔中颗粒状或短棒状的蓝色 γ 线织构晶粒散布于大量存在的条带状棕色 α 线织构晶粒中, γ 线织构晶粒的长径比明显小于 α 线织构晶粒, 且 2 类织构的含量差别明显低于 0.02 mm 钼箔。两类织构此消彼长的原因, 可能是同等强度下退火时, 形变储存能较高的 0.02 mm 钼箔部分再结晶程度相对比较高, 在这个过程中晶界迁移速率较低的 $\{111\}<uvw>$ 晶粒会更多的被迁移速率高的 $\{hkl\}<110>$ 晶粒吞噬^[19]。

具体到典型织构组分的比例 (见图 4、图 5), 2

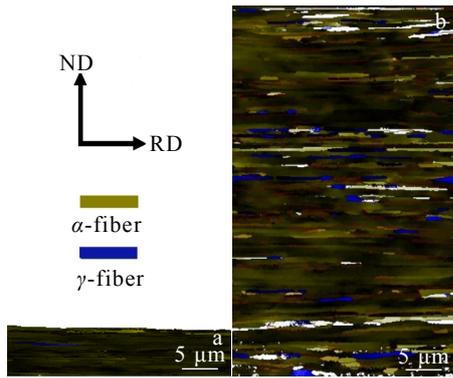


图3 0.02、0.06 mm钼箔ND-RD平面全厚EBSD α线+γ线取向成像图(15°晶界)

Fig.3 Full-thickness orientation images (15° grain boundary) of α-line and γ-line texture of ND-RD plane in 0.02 mm (a) and 0.06 mm (b) molybdenum foils

表3 2种厚度钼箔α线与γ线晶粒比例(15°晶界)

Table 3 Ratio of α-line and γ-line grains of molybdenum foils with two thicknesses (15° grain boundary)

Thickness of molybdenum foil/mm	0.02	0.06
α-fiber ratio/%	99.7	93.4
γ-fiber ratio/%	2.66	9.87

种钼箔的主织构成分均为α线织构的{001}<110>成分^[20-21],但不同于0.06 mm钼箔的主织构成分占比85.6%,0.02 mm的主织构成分仅占比59.4%,同为α线织构的{112}<110>织构组分占比高达20.9%,远高于0.06 mm钼箔的2.1%。其原因在于0.06 mm钼箔向0.02 mm减薄时,由于设备规格限制主要采取了单向轧制而非交叉轧制,随变形量的增加,{112}<110>织构得到强化。另外,0.02 mm钼箔中γ线织构组分{111}<110>、{111}<112>占比均远低于0.06 mm钼箔,因此造成了0.02 mm钼箔中γ线织构的明显弱势。

2.3 力学性能

所得0.02 mm钼箔与同工艺下所得0.06 mm钼箔的室温拉伸性能如表4所示。对比数据可以发现:

表4 0.02/0.06 mm钼箔样品的室温拉伸性能

Table 4 Room-temperature tensile properties of 0.02/0.06 mm molybdenum foils

Thickness of molybdenum foil/mm	Direction	\bar{R}_m /MPa	\bar{R}_p /MPa	\bar{A}_{15} /%	\bar{R}_p/R_m (%)	IPA1/%	IPA2/%	IPA3/%
0.02	RD	832	759	4.8	91.2			
	TD	798	725	2.4	90.9	11.7	10.7	77.8
	45°-RD	671	630	16.2	93.9			
0.06	RD	728	727	7.2	99.9			
	TD	687	681	4.9	99.4	5.7	9.4	48.3
	45°-RD	686	636	11.7	92.7			

(1)在2种厚度钼箔性能数据中同时观察到的规律是,不同方向抗拉强度 \bar{R}_m 、屈服强度 \bar{R}_p 从高到低排序均为RD>TD>45°RD,不同方向延伸率 A_{15} 从高到低排序均为45°RD>RD>TD;但是0.02 mm钼箔不同方向的力学性能差距更为明显,因此引入IPA值来对其进行定量比较。

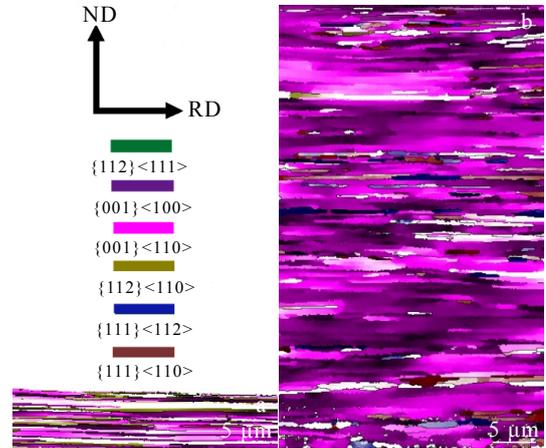


图4 0.02、0.06 mm钼箔ND-RD平面全厚EBSD典型织构组分取向成像图(15°晶界)

Fig.4 Full-thickness orientation images (15° grain boundary) of typical texture components of ND-RD plane in 0.02 mm (a) and 0.06 mm (b) molybdenum foils

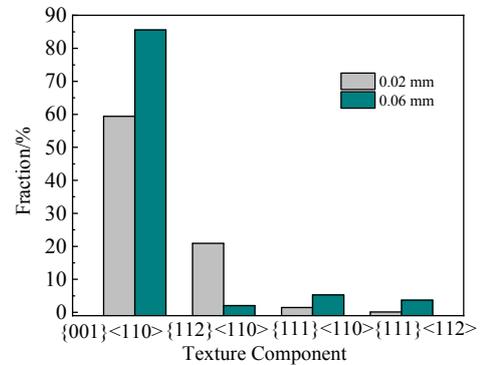


图5 0.02、0.06 mm钼箔样品典型织构组分比例

Fig.5 Ratio of typical texture components of 0.02 and 0.06 mm molybdenum foil samples

IPA (in-plane anisotropy) 可以用来表征板带箔材的各向异性程度, 其计算表达式为:

$$IPA = \frac{[2X_{\max} - X_{\text{mid}} - X_{\min}]}{2X_{\max}} \quad (1)$$

式中, X 代表力学性能参数 $R_m/R_p/A_{15}$ 。分别计算了不同参数的 IPA 值并列于表 4, 其中 IPA1、IPA2、IPA3 分别对应抗拉强度 \bar{R}_m 、屈服强度 \bar{R}_p 及延伸率 A_{15} 的各向异性程度。可以看出, 较之于 0.06 mm 铝箔, 变形量更大的 0.02 mm 铝箔强度、延伸率的各向异性程度均有不同程度的提升, 其中抗拉强度各向异性程度的增幅最为明显。这说明后续附加的变形量赋予 0.02 mm 铝箔更大的室温拉伸各向异性。在多晶体形变过程中, 晶粒取向的择优即织构的出现, 使得原来随机取向的伪各向同性的多晶演变为类似于单晶的各向异性, 从而造成性能上的各向异性^[22]; 而变形量的增大带来的晶粒取向择优程度即织构强度的提高, 势必导致更强的材料性能各向异性^[23-24]。如上文 2.2 部分所述, 0.02 mm 铝箔的 α 线织构晶粒占比 99.7%, 明显高于 0.06 mm 铝箔。因此, 0.02 mm 铝箔强度、延伸率的各向异性程度均表现出了不同程度的提升。

(2) 不同的力学性能参数中, 0.02 mm 铝箔 RD、TD 方向的抗拉强度 \bar{R}_m 、屈服强度 \bar{R}_p 较之于 0.06 mm 铝箔有明显提高, 45°-RD 方向强度变化与 RD、TD 则相反, 出现了小幅下降; 而延伸率 A_{15} 的变化趋势与屈强比 \bar{R}_p/R_m 相似, 即 RD、TD 方向出现延伸率、屈强比的明显降低, 但 45°-RD 方向却有提高。总之, 随着厚度减薄、变形量增大, 铝箔不同方向的力学性能参数抗拉强度 \bar{R}_m 、屈服强度 \bar{R}_p 和延伸率 A_{15} 、屈强比 \bar{R}_p/R_m 分别呈现了 2 种不同的变化趋势。如果可以将 4 种力学性能简单地归为 2 类, 抗拉强度 \bar{R}_m 、屈服强度 \bar{R}_p 为强度一类, 延伸率 A_{15} 、屈强比 \bar{R}_p/R_m 为韧性一类, 那么 RD、TD 方向上强度提高而韧性下降说明 0.02 mm 铝箔中这 2 个方向发生了加工硬化, 45°-RD 方向强度下降而韧性提高说明这个方向发生了形变韧化。这种不同方向上性能的不同变化趋势, 只能归因于导致材料性能各向异性的织构, 而不能归因为显微组织的变化, 因为这 3 个方向同属于 RD-TD 平面内, 轧制过程中其晶粒尺寸的变化趋势均为压扁拉长。但是, 具体是哪一类甚至哪一个织构成分是这个变化的主导因素, 还需要更进一步的研究。

3 结 论

1) 较之于 0.06 mm 铝箔, 0.02 mm 铝箔显微组织的特征在于晶粒皆为细长纤维状或颗粒状, 更为

均匀细小且长径比更大; 大角度晶界占比更高, 小角度晶界占比更低, 尤其是亚晶界的差别更为明显。其原因可能是在同一退火制度下 0.02 mm 铝箔的回复及再结晶程度相对较高。

2) 0.02 mm 铝箔织构组成具有更加向 α 线织构集中的特点, α 线织构晶粒占比高达 99.7%; 虽然 2 种铝箔的主织构成分皆为 $\{001\}\langle 110 \rangle$ 成分, 但变形量更大的 0.02 mm 的 $\{001\}\langle 110 \rangle$ 仅占比 59.4%, 远低于 0.06 mm 铝箔的 85.6%; 而同为 α 线织构的 $\{112\}\langle 110 \rangle$ 织构组分占比达到 20.9%, 明显高于 0.06 mm 铝箔。

3) 力学性能方面, 2 种厚度铝箔不同方向抗拉强度 \bar{R}_m 、屈服强度 \bar{R}_p 从高到低排序均为 RD>TD>45°RD, 不同方向延伸率 A_{15} 从高到低排序均为 45°RD>RD>TD; 但是 0.02 mm 铝箔不同方向的力学性能差距更为明显, 用以表征各向异性程度的 IPA 值在 3 项力学性能指标上都有不同程度的提升。同时, 随着厚度减薄, 铝箔不同方向的力学性能参数抗拉强度 \bar{R}_m 、屈服强度 \bar{R}_p 和延伸率 A_{15} 、屈强比 \bar{R}_p/R_m 呈现不同的变化趋势, 揭示出 RD、TD 方向加工硬化, 45°-RD 方向则形变韧化。

参考文献 References

- [1] Xu Kedian(徐克玷). *Material Science and Engineering of Molybdenum*(钼的材料科学与工程)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2014: 700
- [2] Liu G, Zhang G J, Jiang F et al. *Nature Materials*[J], 2013, 12(4): 344
- [3] Fu X Y, Zhou Z L, Li Y et al. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2020, 93: 105 341
- [4] Li X Y, Zhang L, Wang G H et al. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2020, 93: 105 294
- [5] Xing H R, Hu P, Zhou Y H et al. *Materials Characterization*[J], 2020, 165: 110 357
- [6] Zhou Zenglin(周增林), Li Yan(李艳), Xie Yuanfeng(谢元锋) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(8): 2502
- [7] Wu Yaqin(吴亚琴). *Chinese Patent*(中国专利), 201110090556.0[P], 2011
- [8] Fu Xiaoying(付霄荧), Zhou Zenglin(周增林), Li Yan(李艳) et al. *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2022, 46(2): 137
- [9] Li Yan(李艳). *Chinese Patent*(中国专利), 201811465938.5[P], 2018
- [10] Wu Yaqin(吴亚琴). *Chinese Patent*(中国专利), 201310476742.7[P], 2013

- [11] *Standard Specification for Molybdenum and Molybdenum Alloy Plate, Sheet, Strip, Foil, and Ribbon*, ASTM B386/B0386M-19E1[S]. Beijing: Standards Press of China, 2019
- [12] Jia Dongming(贾东明), Huang Lirong(黄丽荣). *China Molybdenum Industry*(中国钼业)[J], 2017, 41(6): 44
- [13] Yu Hailiang(喻海良). *Chinese Patent*(中国专利), 201710448842.7[P], 2017
- [14] Liu Xiande(刘先德), Kui Zubin(隗祖斌). *China Light & Lighting*(中国照明电器)[J], 2017(1): 42
- [15] Yang Yufeng(杨宇锋), Tang Yuanchun(唐元春). *Rare Metals Letters*(稀有金属快报)[J], 2004, 23(4): 5
- [16] Leichtfried G, Thurner G, Weirather R. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*[J], 1998, 16(1): 13
- [17] Yu Yongning(余永宁). *Principle of Metallograph, Third edition*(金属学原理, 第3版, 上册)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2020: 414
- [18] Babinsky K, Weidow J, Knabl W *et al.* *Materials Characterization*[J], 2014, 87: 95
- [19] Primig S, Clemens H, Knabl W *et al.* *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*[J], 2015, 48: 179
- [20] Zhang N, Mao W M. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*[J], 2019, 80: 210
- [21] Bonk S, Reiser J, Hoffmann J *et al.* *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2016, 60: 92
- [22] Yu Yongning(余永宁). *Principle of Metallograph, Third Edition*(金属学原理, 第3版, 下册)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2020: 103
- [23] Nikolic V, Wurster S, Firneis D *et al.* *Nuclear Materials and Energy*[J], 2016, 9: 181
- [24] Reiser J, Bonnekoh C, Karcher T *et al.* *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*[J], 2020, 86: 105 084

Microstructure, Texture and Properties of 0.02 mm Molybdenum Foil

Li Yan¹, Chen Wenshuai^{1,2,3}, Zhou Zenglin^{1,2,3}, He Xueliang¹, Hui Zhilin¹

(1. GRIMAT Engineering Institute Co., Ltd, Beijing 101407, China)

(2. State Key Laboratory of Advanced Materials for Smart Sensing, GRINM Group Co., Ltd, Beijing 100088, China)

(3. General Research Institute for Nonferrous Metals, Beijing 100088, China)

Abstract: Using powder metallurgy sintered billet as raw material, 0.02 mm molybdenum foil with tensile strength exceeding 795 MPa and elongation exceeding 1% was prepared by multi-pass rolling and intermediate annealing. The microstructure, texture and mechanical properties of the foil were analyzed by means of field emission scanning electron microscopy, electron backscatter diffraction and room temperature tensile test, and were compared with the 0.06 mm one under the same process. The results show that the microstructure characterization of 0.02 mm foil is granular or slender fibrous grain shape, more uniform and finer, and the aspect ratio is larger than 0.06 mm foil. The distribution frequency of low-angle grain boundaries is lower, especially the difference of sub-grain boundaries is more obvious. The texture composition in 0.02 mm molybdenum foil is more concentrated in α -line texture, and its grains account for 99.7%. Although the main texture of two molybdenum foils is $\{001\}\langle 110\rangle$, the proportion of $\{001\}\langle 110\rangle$ component of 0.02 mm foil with larger deformation is much lower than that of 0.06 mm one, while the proportion of $\{112\}\langle 110\rangle$ is significantly higher. The disparity in mechanical properties of 0.02 mm foil in different directions is more prominent, and the IPA value, which is used to characterize the degree of anisotropy, has been improved to different degrees on three mechanical properties. As the foil is thinned, two different trends which show in tensile strength, yield strength, elongation and yield ratio of molybdenum foil in different directions reveal work hardening in the RD and TD directions, and deformation toughening in the 45°-RD direction.

Key words: 0.02 mm molybdenum foil; microstructure; texture; mechanical properties; vacuum electronics

Corresponding author: Li Yan, Ph. D., Professor, GRIMAT Engineering Institute Co., Ltd, Beijing 101407, P. R. China, Tel: 0086-10-60662616, E-mail: liy@grinm.com