

一个单滑移取向铜单晶体疲劳位错结构的热稳定性研究*

郭巍巍¹⁾ 任焕¹⁾ 齐成军¹⁾ 王小蒙¹⁾ 李小武^{1)2)†}

1) (东北大学理学院材料物理与化学研究所, 沈阳 110004)

2) (东北大学材料各向异性与织构教育部重点实验室, 沈阳 110004)

(2011年11月19日收到; 2012年1月6日收到修改稿)

利用扫描电镜电子通道衬度 (SEM-ECC) 技术观察研究了 [4 18 41] 单滑移取向铜单晶体在不同塑性应变幅度下的疲劳饱和位错结构及其在不同温度等时退火条件下的热稳定性. 结果表明, 在退火温度为 300 °C 时, 疲劳位错结构 (如脉络结构、驻留滑移带 PSB 楼梯结构、PSB 胞结构和迷宫结构等) 均发生了明显回复. 当退火温度高于 500 °C, 上述这些疲劳位错结构基本消失, 均发生了明显的再结晶现象, 并大都伴随有退火孪晶的形成. 分析认为, 再结晶的发生和退火孪晶的出现不仅与退火温度和外加塑性应变幅有关, 还与累积循环塑性应变变量有着密切的关系.

关键词: 铜单晶体, 疲劳位错结构, 再结晶, 退火孪晶

PACS: 62.20.me, 65.40.-b, 81.40.Zf, 81.70.Pg

1 引言

从微观尺度上揭示材料的循环变形损伤机理有助于深刻理解各种材料的疲劳失效问题, 因此, 对循环变形后的材料进行微观位错结构的研究就显得尤为重要^[1-3], 而与此相关的“能量输入对微观位错结构影响”的研究也一直受到关注. 20世纪80年代, Tabata 等人^[4]开始研究能量输入对驻留滑移带 (PSB) 结构的影响, 他们将循环变形后含有 PSB 梯状结构和脉络结构的铜单晶体制成电镜样品, 在高压电子显微镜内直接退火进行观察. 结果表明, 在 350 °C 条件下, 保温 18 min, PSBs 和脉络结构迅速消失. 随后又有学者断续研究了退火处理后单晶铜和多晶铜位错结构的热稳定性. 例如, Chen 和 Gottstein^[5]曾研究了 [169] 单滑移取向铜单晶疲劳位错结构在 200—850 °C 退火条件下的热稳定性, 观察到的动力学现象非常类似再结

晶行为, 但再结晶没有发生, 只有位错回复出现. Wang^[6]对平均晶粒尺寸为 80 μm 的多晶铜疲劳位错结构热稳定性进行研究, 在所采用的温度范围内 (150—650 °C) 退火处理后, 也没有观察到再结晶的发生. 最近, 朱荣等人^[7]还考察了退火处理 (300 °C) 对 [149] 单滑移取向铜单晶体疲劳后形成的 PSB 梯状结构的影响, 结果表明, PSB 的某些部位逐步细化, 甚至消失, 但仍未观察到再结晶现象. 肖素红等人^[8]采用高密度脉冲电流处理疲劳后铜单晶体引发再结晶现象, 在脉络区域形成多边形的再结晶晶粒, 在 PSB 处形成近椭圆的再结晶晶粒, 其长轴沿 PSB 方向, 这可能是因为电脉冲作用时间短, 疲劳位错结构短时间释放应变能所致.

一般来说, 循环变形后的位错组态可分为两组, 即平衡位错结构和非平衡自组织位错结构. Kuhlman-Wilsdorf^[9,10]提出的低能位错结构 (LEDS) 模型和 Glazov 等人^[11]提出的自组织位错结构 (SODS) 理论分别对这两类位错组态的

* 国家自然科学基金 (批准号: 51071041) 和中央高校基本科研业务费 (批准号: N110105001) 资助的课题.

† E-mail: xwli@mail.neu.edu.cn

形成进行了合理的描述,并用于解释金属晶体的循环变形机理.但是,这些模型和理论仍需要在各方面(尤其是在实验上)得到进一步的证实和完善.鉴于此,本文系统研究了一个典型单滑移取向铜单晶体在不同塑性应变幅下形成的饱和位错结构的等时退火行为,以期丰富对金属晶体疲劳位错结构热稳定性的认识,这有助于加深理解和完善 LEDS 理论.

2 实验过程

实验所用 [4 18 41] 单滑移取向 (其 Schmid 因子 $\Omega = 0.5$) 铜单晶体采用纯度为 99.999% 的高导电性无氧铜,通过 Bridgman 方法生长得到.疲劳试样由电火花线切割机加工而成,晶体疲劳试样的总体尺寸为 $6\text{ mm} \times 6\text{ mm} \times 65\text{ mm}$,标距区的尺寸为 $6\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 16\text{ mm}$.疲劳试验前,所有试样均

在 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 下真空退火处理 2 h,然后经电解抛光消除试样表面的残余应变.对称拉-压循环形变实验在 5 kN 电液伺服疲劳实验机上,在室温和空气环境中进行,采用恒塑性应变幅控制.应变控制信号为三角波形,频率为 0.05—0.4 Hz.疲劳试验循环至饱和后停止^[12].具体实验条件及数据如表 1 所示.

疲劳试验后,从循环饱和后的单晶样品的标距区内切取尺寸相同的 4 个小样品,其长、宽、高分别为 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 6\text{ mm}$.其中,一个样品不做处理,直接作为参考样品以观察饱和位错结构,其它三个样品分别在 $300\text{ }^\circ\text{C}$, $500\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 进行真空退火处理.退火过程采取程序控温,升温速率为 $3\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$,达到设定温度后保温 30 min,然后随炉冷却至室温,取出样品对其进行机械抛光和电解抛光,再利用扫描电镜电子通道衬度 (SEM-ECC) 技术^[3,13]对退火后样品的微观结构和可能发生的再结晶现象进行观察.

表 1 [4 18 41]铜单晶体的疲劳试验条件和循环饱和数据

塑性应变幅 γ_{pl}	循环周次 N	累积塑性应变变量 $\gamma_{pl,cum}$	循环饱和应力 τ_s/MPa
3.3×10^{-4}	14000	49.8	27.2
1.3×10^{-3}	19600	182.4	28.2
7.7×10^{-3}	2100	165.9	31.2

3 实验结果

图 1 为 [4 18 41] 单滑移取向铜单晶体在塑性应变幅为 $\gamma_{pl} = 3.3 \times 10^{-4}$ 下形成的疲劳饱和位错结构的 SEM-ECC 图像,其中图 1(a) 和 (b) 分别对应观察面垂直和平行于加载轴的图像.从图 1(a) 可以看到,一些松散的基体脉络结构比较均匀地分布在样品上,而在图 1(b) 中发现,除基体脉络结构以外,还观察到大量的沿着主滑移面平行排列的 PSB 楼梯结构.这即为典型的“PSB 楼梯/基体脉络”双相位错结构^[1-3].对该应变幅下循环饱和后的样品分别在不同温度下进行退火处理,然后利用 SEM-ECC 技术观察其微观结构的变化,结果如图 2 所示.显然,在 $300\text{ }^\circ\text{C}$ 退火处理后,样品表面仍可观察到大量的脉络结构(图 2(a)),但与疲劳后未退火的样品结果相比(见图 1(a)),PSB 楼梯结构消失,脉络结构的图像衬度有所降低,这表明位错密度有所降低,样品的微观结构发生了明显的回复.当退火温度升高到 $500\text{ }^\circ\text{C}$ 时,再结晶发生,此时观

察到大量退火孪晶和少量晶界的出现,有的退火孪晶横穿晶粒,并穿越小角晶界,这种孪晶一般被称为完整退火孪晶;有的孪晶则一端终止在晶内,成为不完整退火孪晶,如图 2(b) 和 (c) 所示.当温度上升到 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 时,由于退火温度的升高,其晶粒尺寸不断增大,孪晶消失,表面只观察到一些直的或弯曲的长晶界,如图 2(d) 所示.

随着塑性应变幅升高至 $\gamma_{pl} = 1.3 \times 10^{-3}$ (此时累积塑性应变变量也大大增加,见表 1),未退火的 [4 18 41] 铜单晶体的疲劳饱和位错结构发生了明显的变化,如图 3 所示.在垂直和平行于加载轴的观察面上均可看到,基体仍是清晰的脉络结构,试样表面上仍有大量的 PSB 楼梯结构沿着主滑移方向形成,但 PSB 楼梯中出现了很多胞结构,许多单个 PSB 随着应变幅的增大而沿主滑移面聚集形成这种由 PSB 楼梯和胞构成的粗滑移带,以承担相对较高的塑性应变.在 $300\text{ }^\circ\text{C}$ 对其进行退火处理后,PSB 楼梯结构和 PSB 胞结构由于回复而基本消失,基体的脉络结构变得松散,位错密度明显

下降. 但是当退火温度为 500 °C 时, 发生了明显的再结晶现象 (图 4(b)), 有退火孪晶出现, 且依旧有孪晶穿过小角晶界 (图 4(c)), 与 $\gamma_{pl} = 3.3 \times 10^{-4}$ 的结果 (图 2(a)—(c)) 基本类似. 然而, 当退火温度为 800 °C 时, 发生了明显的再结晶现象, 且在一部

分再结晶的晶粒中还能够观察到退火孪晶的出现, 有的退火孪晶比较粗大, 如图 4(d) 所示. 该现象在低应变幅疲劳样品中未观察到 (图 2(d)). 这表明, 退火孪晶的形成不仅与退火温度有关, 而且与塑性应变幅和累积塑性应变变量密切相关.

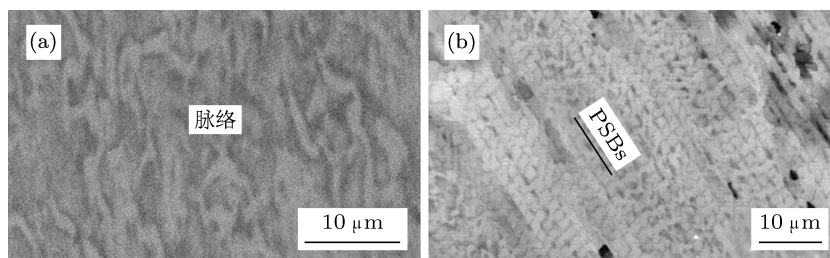


图 1 $[\bar{4} 18 41]$ 单滑移取向铜单晶体在应变幅 $\gamma_{pl} = 3.3 \times 10^{-4}$ 下循环饱和后的微观位错结构 (a) 观察面垂直加载轴; (b) 观察面平行加载轴

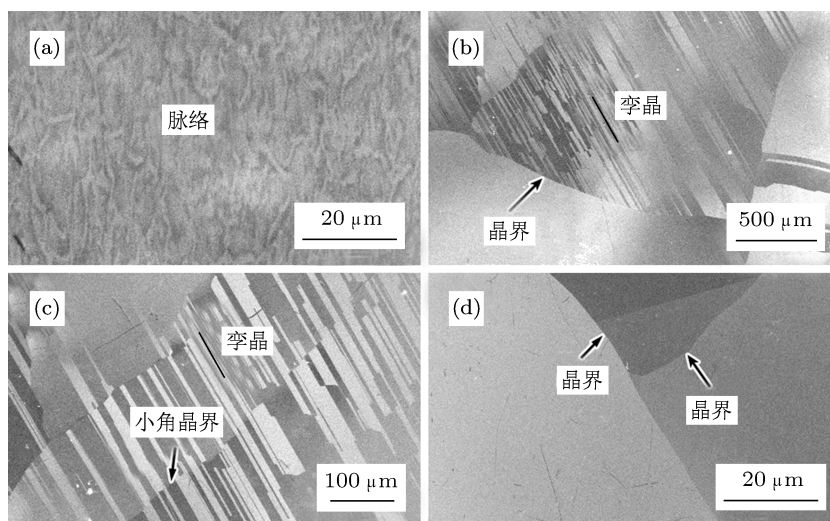


图 2 $[\bar{4} 18 41]$ 单滑移取向铜单晶体在应变幅 $\gamma_{pl} = 3.3 \times 10^{-4}$ 下循环饱和后再在不同温度下退火 30 min 后的微观结构 (a) 300 °C; (b), (c) 500 °C; (d) 800 °C

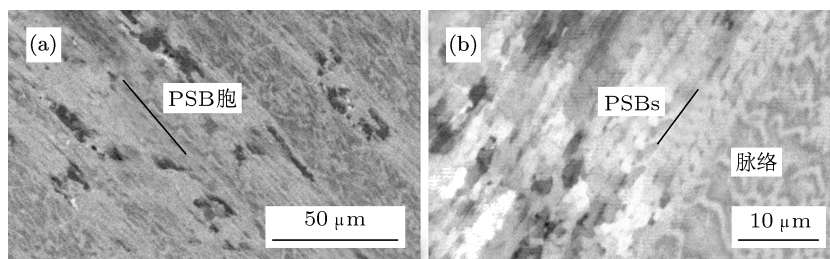


图 3 $[\bar{4} 18 41]$ 单滑移取向铜单晶体在应变幅 $\gamma_{pl} = 1.3 \times 10^{-3}$ 下循环饱和后的微观位错结构 (a) 观察面垂直加载轴; (b) 观察面平行加载轴

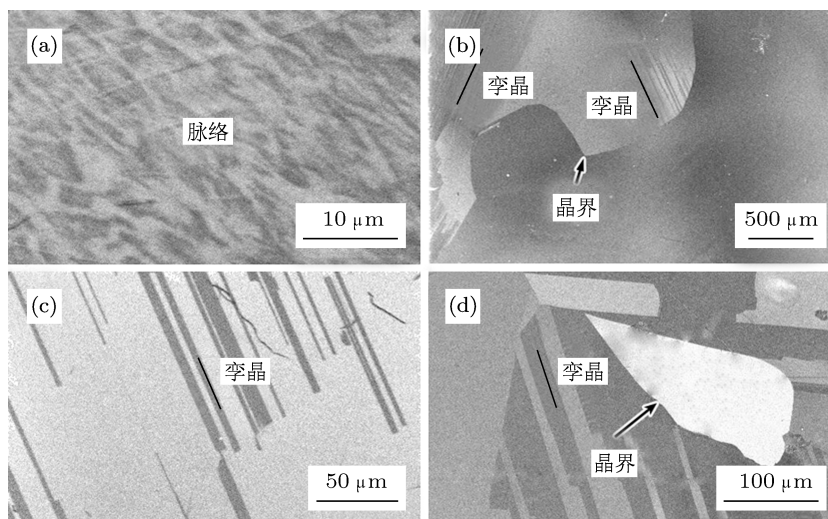


图 4 $[\bar{4}1841]$ 单滑移取向铜单晶体在应变幅 $\gamma_{p1} = 1.3 \times 10^{-3}$ 下循环饱和后再在不同温度退火 30 min 后的微观结构 (a) 300 °C; (b), (c) 500 °C; (d) 800 °C

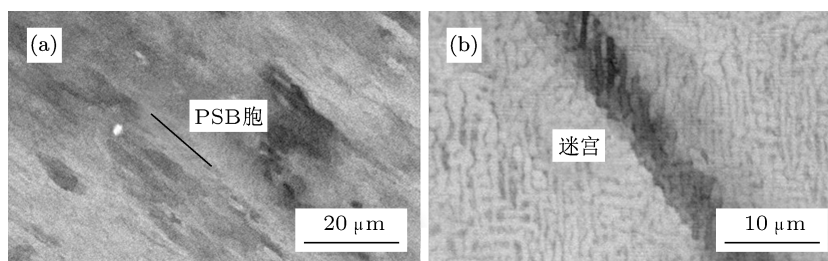


图 5 $[\bar{4}1841]$ 单滑移取向铜单晶体在应变幅 $\gamma_{p1} = 7.7 \times 10^{-3}$ 下循环饱和后的微观位错结构 (a) 观察面垂直加载轴; (b) 观察面平行加载轴

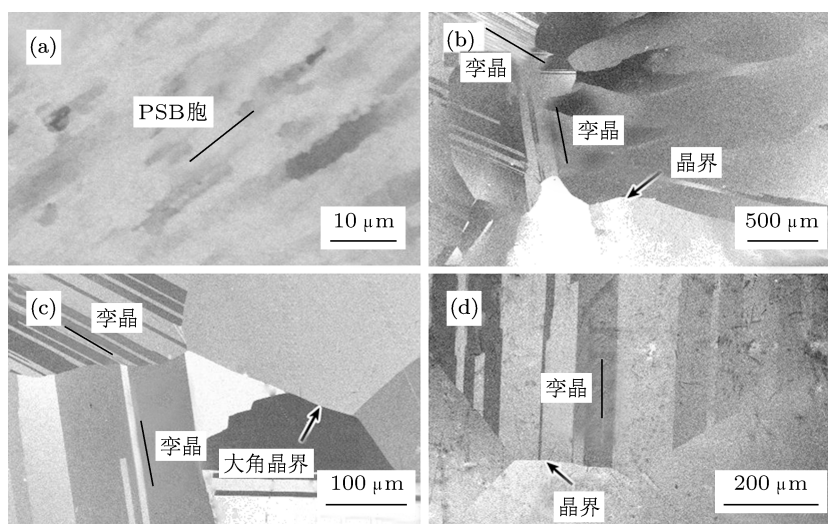


图 6 $[\bar{4}1841]$ 单滑移取向铜单晶体在应变幅 $\gamma_{p1} = 7.7 \times 10^{-3}$ 下循环饱和后再在不同温度退火 30 min 后的微观结构 (a) 300 °C; (b), (c) 500 °C; (d) 800 °C

当塑性应变幅进一步增加到 $\gamma_{pl} = 7.7 \times 10^{-3}$ 时, 形成了如图 5 所示的饱和位错组态. 低应变幅下形成的位错脉络结构基本未观察到, 只观察到能够承担更大塑性变形量的沿着主滑移面排列的狭长的 PSB 胞 (图 5(a)) 以及迷宫结构 (图 5(b)). 图 6 给出了疲劳后试样在不同温度下退火后得到的相应微观结构图像. 同样, 300 °C 退火处理后, 图像衬度显著下降, PSB 胞结构发生了明显的回复, 位错密度大大下降 (图 6(a)). 在 500 °C 进行退火后, 再结晶现象发生, 退火孪晶形成, 其微观结构与 $\gamma_{pl} = 1.3 \times 10^{-3}$ 时相比, 再结晶晶粒尺寸变小, 退火孪晶数量略有增加, 且与前面两个应变幅下的情形有所不同的是, 在该应变幅下再结晶形成的大都是大角晶界. 当退火温度达到 800 °C 时, 依然发生了明显的再结晶和出现大量的退火孪晶, 且退火孪晶比较粗大, 其宽度达到了 100 μm .

4 讨论

再结晶的发生需要一定的能量条件, 能量达不到临界值, 退火时间再长也不会出现再结晶现象. 从上面的实验结果可以发现, 所有的样品在 500 °C 和 800 °C 退火后都出现了明显的结构变化, 疲劳后的微观位错结构基本消失不见, 发生了再结晶现象, 还出现了大量的退火孪晶. 图 7 示意性地总结了这两个退火温度下的再结晶和孪晶等微观结构: 在 500 °C 退火 30 min 后, 都发生了再结晶, 并且出现了退火孪晶, 但是在 $\gamma_{pl} = 3.3 \times 10^{-4}$ 和 $\gamma_{pl} = 1.3 \times 10^{-3}$ 这两个较低应变幅下形成的大都是小角晶界, 所以出现退火孪晶穿过小角晶界的情况, 而在应变幅 $\gamma_{pl} = 7.7 \times 10^{-3}$ 的条件下, 再结晶发生得比较剧烈, 形成了许多大角晶界, 退火孪晶只出现在单个的晶粒内, 这说明再结晶的剧烈程度与塑性应变幅有一定关系.

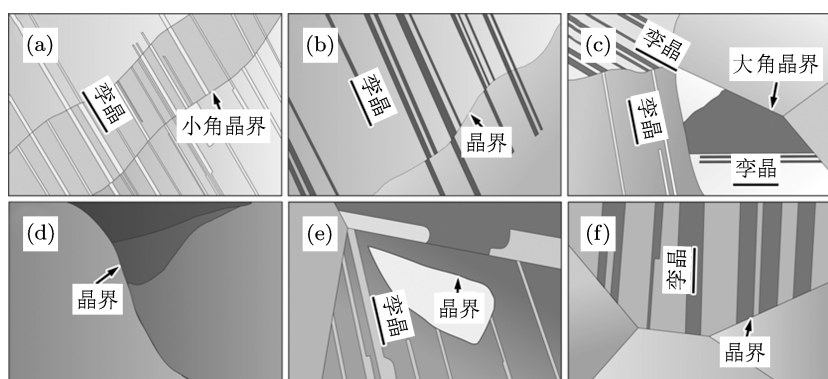


图 7 [4 18 41]单滑移取向铜单晶体在不同应变幅下循环饱和后再在不同温度退火 30 min 后再结晶及退火孪晶示意图 (a)—(c) 500 °C; (d)—(f) 800 °C; (a), (d) $\gamma_{pl} = 3.3 \times 10^{-4}$; (b), (e) $\gamma_{pl} = 1.3 \times 10^{-3}$; (c), (f) $\gamma_{pl} = 7.7 \times 10^{-3}$

800 °C 退火处理后, 再结晶都非常剧烈, 但是在图 7(d) 中没有观察到退火孪晶, 这是由于退火孪晶是在晶粒生长过程中形成的, 当晶粒通过晶界迁移生长时, 原子层在晶界角处 (111) 面上的堆垛顺序偶然错堆, 就会出现一共格的孪晶界并随之而在晶界处形成退火孪晶. 再结晶的速度 v 与温度 T 满足如下关系式^[14]:

$$v = A \exp(-Q/kT), \quad (1)$$

式中 A 是常数, Q 为再结晶激活能. 显然, 温度越高, 再结晶速度越快, 晶界迁移速率越高. 孪晶由晶界处因原子错排而萌生需要一定的孕育期, 如果晶

界迁移速率很高, 就可能抑制退火孪晶的大量形成. 然而, 在另外两个应变幅下观察到大量退火孪晶, 这应该与不同应变幅下循环饱和后累计塑性应变变量大小的不同有关. 实际上, 金属晶体在循环变形时所消耗的功一部分以热量的形式散失掉, 另一部分则以高位错密度所引起的严重晶格畸变能的形式存在. 由于储存畸变能的存在, 使循环塑性变形后的金属晶体的自由能升高, 在热力学上处于不稳定的亚稳状态, 它具有向形变前的稳定状态转化的趋势. 如果在一定温度的退火条件下, 原子获得足够高的活动能力, 循环变形后的金属就可能由亚稳态向稳定态转变, 从而引起微观组织的变化, 而

储存能是这一转变过程的主要驱动力. 对于循环变形而言, 累积塑性应变变量是循环载荷作用下的损伤累积的名义量度, 它在一定程度上反映了循环变形后的储存能的高低, 其定义如下 [2]:

$$\Gamma = 4 \sum_{i=1}^N \gamma_{pl,i}, \quad (2)$$

式中 $\gamma_{pl,i}$ 是第 i 个循环中的塑性分解切应变幅, N 是疲劳总循环数. 对于塑性应变幅固定为 γ_{pl} 的试验 $\Gamma = 4\gamma_{pl}N$. 经计算, 低应变幅 $\gamma_{pl} = 3.3 \times 10^{-4}$ 下疲劳样品的累积塑性应变变量只有 49.8, 而另外两个应变幅下累积塑性应变分别达到了 182.4 和 165.9, 这为再结晶发生和退火孪晶出现提供了足够的驱动力. 对比前人的研究工作, 能够更进一步的说明累积塑性应变的大小直接决定着再结晶是否发生. Wang 的工作 [3] 研究的是铜多晶, 累积塑性应变变量约为 12.0, 而 Chen 和 Gottstein 的工作 [2] 采用的是总应变幅控制的疲劳试验, 经简单估算可知, 其累积塑性应变变量小于 8.0. 而本实验采取的是恒塑性应变幅控制, 实验中样品内部累积的应变变量都很大. 这应该就是 Wang 和 Chen 的工作 [3] 中只发现位错回复现象, 而本研究却观察到再结晶和退火孪晶等现象的主要原因.

在本实验中, 再结晶的形核方式应为亚晶转动聚合形核, 因为本实验中铜单晶的疲劳变形均达到了循环饱和, 变形量很大, 且由于铜单晶的层错能相对较高, 疲劳达到饱和后, 样品内部由于大量交滑移的发生而形成脉络、PSBs、迷宫等典型的波状滑移型位错结构, 这些结构中密度较高的地方 (如脉络、PSB 楼梯和迷宫结构中的位错墙) 就

类似于亚晶界, 亚晶界曲率不大, 不易迁移. 但是在退火过程中, 这些类亚晶界中的位错可以通过攀移和交滑移而迁出, 使类亚晶界内的位错消失, 相邻的类亚晶转动聚合成为更大的亚晶, 消失的位错进入邻近的亚晶界中, 当聚合的亚晶达到形核临界尺寸时, 便会发生再结晶现象.

5 结论

对不同塑性应变幅下循环饱和后的 [4 18 41] 单滑移取向铜单晶体的微观位错结构进行不同温度下的真空等时退火处理, 考察了其热稳定性, 得到以下主要结论:

1. [4 18 41] 单滑移取向铜单晶在不同塑性应变幅下循环变形后, 其饱和疲劳位错结构分别为 PSB 楼梯结构和基体脉络结构, PSBs 聚集形成的粗滑移带结构, 以及由位错胞排列而成的 PSBs 和局部区域的迷宫结构. 对循环饱和后单晶体进行不同温度下的等时退火处理发现, 当退火温度为 300 °C 时, 位错结构均发生了明显回复, 而当温度高于 500 °C 时, 均观察到再结晶的发生以及退火孪晶的形成 (低应变幅 $\gamma_{pl} = 3.3 \times 10^{-4}$ 下循环饱和和样品在 800 °C 退火下的情况除外).

2. 再结晶的出现和退火孪晶的形成与否不仅与退火温度和外加塑形应变幅有关, 还与累积塑性应变变量的大小密切相关. 随着塑性应变幅和累积塑性应变变量的增加, 应变集中程度明显增加, 为孪晶的萌生和再结晶的发生提供了所需的更大局部应变能. 再结晶的形核方式可能为亚晶转动聚合形核.

- [1] Basinski Z S, Basinski S J 1992 *Prog. Mater. Sci.* **36** 89
 [2] Suresh S 1998 *Fatigue of Materials*. 2nd edition (London: Cambridge University Press)
 [3] Li X W, Hu Y M, Wang Z G 1998 *Mater. Sci. Eng. A* **248** 299
 [4] Tahata T, Fujita H, Hiraoka M, Onishi IC 1983 *Philos. Mag.* **47A** 841
 [5] Chen S, Gottstein S 1989 *Mater. Sci. Eng.* **110** 9
 [6] Wang Z R 1998 *Scripta Mater* **39** 493
 [7] Zhu R, Li S X, Li Y, Li M Y, Chao Y S 2004 *Acta Metall Sin.* **40** 467 (in Chinese) [朱荣, 李守新, 李勇, 李明扬, 晁月盛 2004 金属学报 **40** 467]
 [8] Xiao S H, Guo J D, Wu S D, He G H, Li S X 2002 *Acta Metall Sin.* **38** 161 (in Chinese) [肖素红, 郭敬东, 吴世丁, 何冠虎, 李守

新 2002 金属学报 **38** 161]

- [9] Kuhlman-Wilsdorf D, Comins N R 1983 *Mater. Sci. Eng.* **60** 7
 [10] Kuhlman-Wilsdorf D 1999 *Philos. Mag. A* **79** 955
 [11] Glazov M, Llanes L M, Laird C 1995 *Phys. Stat. Sol. (a)* **149** 297
 [12] Zhou Y, Li X W, Zhang G P, Zhang Z F 2009 *Mater. Sci. Tech.* **17** 649 (in Chinese) [周杨, 李小武, 张广平, 张哲峰 2009 材料科学与工艺 **17** 649]
 [13] Li X W, Zhang Z F, Wang Z G, Li S X, Umakoshi Y 2001 *Def. Diffus. Forum* **188-190** 153
 [14] Feng D 1999 *Metal Physics-Mechanical Properties of Metals* (Volume 3) (Beijing: Science Press) p22 (in Chinese) [冯端 1999 金属物理学 - 金属力学性质 (第三卷) (北京: 科学出版社 p22)

Investigations on the thermal stability of fatigue dislocation structures in a single-slip-oriented copper single crystal*

Guo Wei-Wei¹⁾ Ren Huan¹⁾ Qi Cheng-Jun¹⁾ Wang Xiao-Meng¹⁾ Li Xiao-Wu^{1)2)†}

1) (*Institute of Materials Physics and Chemistry, College of Sciences, Northeastern University, Shenyang 110004, China*)

2) (*Key Laboratory for Anisotropic and Texture of Materials, Ministry of Education, Northeastern University, Shenyang 110004, China*)

(Received 19 November 2011; revised manuscript received 6 January 2012)

Abstract

The fatigue dislocation structures in cyclically saturated $[\bar{4} 18 41]$ single-slip-oriented Cu single crystal at different values of plastic strain amplitude γ_{pl} , as well as their thermal stabilities under annealing at different temperatures for 30 min are studied using the electron channeling contrast (ECC) technique in scanning electron microscopy (SEM). It is found that the dislocation structures, such as veins, PSB ladders, PSB cells, Labyrinths, etc. undergo an obvious process of recovery after annealing at 300 °C. However, when the annealing temperature is higher than 500 °C, those dislocation structures basically disappear, and the recrystallization takes place in all specimens, meanwhile, annealing twins form in most cases. The occurrence of the recrystallization and the formation of annealing twins are related not only to the annealing temperature and applied γ_{pl} , but also closely to the accumulated cyclic plastic strain.

Keywords: copper single crystal, fatigue dislocation structure, recrystallization, annealing twin

PACS: 62.20.me, 65.40.-b, 81.40.Zf, 81.70.Pg

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 51071041), and the Fundamental Research Funds for the Central Universities of China (Grant No. N110105001).

† E-mail: xwli@mail.neu.edu.cn