



终锻温度对多向锻造高纯铜组织及硬度的影响

张伟华^{1,2}, 朱庆丰^{1,2}, 余杰², 宝磊^{1,2}, 崔建忠^{1,2}

(1. 东北大学 材料电磁过程研究教育部重点实验室, 沈阳 110819;

2. 东北大学 材料科学与工程学院, 沈阳 110819)

摘 要: 研究终锻温度(120~450 °C)对高纯铜组织及硬度的影响。结果表明: 6 道次锻造后, 高纯铜试样心部均出现一个“X”形的细晶区。终锻温度为 380 °C 和 450 °C 时, 试样发生再结晶, 晶粒尺寸由边部向心部逐渐减小, 晶粒呈等轴晶状、存在大量孪晶, 终锻温度变化对相同部位晶粒尺寸影响不大。终锻温度 270 °C 试样的组织为变形组织, 由边部向心部逐渐变细, 心部晶粒拉长, 晶界模糊, 孪晶消失; 终锻温度为 120 °C 试样的变形组织进一步破碎细化。终锻温度为 380 °C 和 450 °C 时, 终锻温度对硬度影响不大, 试样沿竖直中线方向硬度在 60 HV 至 70 HV 间波动。终锻温度为 270 °C 和 120 °C 时, 试样硬度值沿竖直中线呈“拱”形分布, 中心高、边部低。终锻温度由 270 °C 降至 120 °C 时, 试样心部硬度由 113 HV 升至 134 HV, 表面附近的硬度由 75 HV 升至 102 HV。

关键词: 多向锻造; 高纯铜; 变形组织; 硬度; 再结晶

文章编号: 1004-0609(2020)-06-1307-10

中图分类号: TG430.40

文献标志码: A

铜及铜合金溅射靶材已被广泛的应用到集成电路的制造^[1], 随电子信息技术的不断发展, 对溅射用铜及铜合金靶材的要求越来越高^[2]。高质量铜和铜合金靶材要具备高纯度、晶粒细小均匀且特定取向一致等一系列特点^[3]。由于纯度高且铸造过程中冷却速率有限, 高纯铜的铸态组织均比较粗大, 晶粒可达毫米级^[4]。铸态组织根本无法满足高质量靶材对细晶组织的要求, 必须利用塑性变形及后续的再结晶过程调控高纯铜靶材的晶粒尺寸。

传统的变形方式, 如轧制、锻造、挤压等工艺由于总变形量有限, 难以获得晶粒特别细小的高纯铜靶材。而经过液氮浸泡后的低温轧制变形^[5]虽能够获得细小的晶粒, 但并不适合工业化生产。相比于常规变形方法, 大塑性变形可持续增加材料的累积应变量, 为块状材料晶粒的细化提供了更有效的方法。科研人员将累积叠轧^[6-8]、ECAP 等^[9-10]大塑性变形法应用到高纯铜靶材的制备过程, 取得了良好的细化效果。但叠轧过程会因板材的折叠引入杂质, ECAP 则因为试样前后两端易形成“舌尾”, 而造成材料的浪费, 这些问题在一定程度上制约了这两种技术的应用。

多向锻造作为一种可以制备大块材料的大塑性方

法, 已被广泛的应用于制备镁合金^[11-12]和铝合金^[13-14]块状材料。作者所在的课题组^[15-17]研究了多向锻造工艺对高纯铝变形组织的影响, 发现多向锻造后高纯铝的变形组织不均匀, 在易变形的边部“X”型区域的晶粒细小, 而在难变形的边部区域的晶粒粗大, 通过改变锻造道次和锻造温度无法消除这种组织不均匀性。采用多向锻造与轧制相结合的工艺解决了高纯铝变形组织细化和均匀性的问题, 并制备了 1400 mm×350 mm×20 mm 的细晶高纯铝板材^[18]。

尽管利用多向锻造技术制备细晶金属块状材料的相关研究已经被广泛开展, 但利用多向锻造制备细晶高纯铜的相关研究却比较少, 高纯铜在多向锻造过程中的组织如何演变尚有待系统研究。本文主要研究多向锻造过程中终锻温度对高纯铜组织演变规律的影响, 旨在通过相关研究为高品质铜靶材的生产提供技术支持。

1 实验

实验所用的材料为 DC 铸造法制备的高纯铜铸

基金项目: 国家重点研发计划资助项目(2017YFB0305504); 国家自然科学基金资助项目(51674078, 51374067); 中央高校基本科研项目(N180913003)

收稿日期: 2019-07-11; **修订日期:** 2019-10-08

通信作者: 朱庆丰, 副教授, 博士; 电话: 024-83685967; E-mail: zhuqingfeng@cpm.neu.edu.cn

锭，其纯度 $\geq 99.99\%$ (质量分数)，成分如表 1 所列。高纯铜原始铸锭的直径为 220 mm。

表 1 高纯铜成分表

Table 1 Composition of high purity copper (mass fraction, %)

Si	S	P	Fe	Al	O
0.0002	<0.0002	0.0002	0.0001	0.0001	0.0001

将铸锭切成尺寸为 30 mm×41 mm×52 mm 的小块。车光表面后将其置于电阻炉中加热至 850 ℃，保温 2 h 后，取出进行多向锻造。多向锻造在 300 t 油压机上进行。多向锻造过程如图 1 所示，先将试样沿长边(Z)方向压下，待压至 30 mm 时抬起锤头，将试样翻转 90°，沿新形成的长边(Y)方向压下，待压至 30 mm 时再次抬起锤头，再将试样翻转 90°，沿新形成的长边(X)方向压下，压至 30 mm，如此反复，实现在保持试样形状基本不变的同时获得持续增加的变形量。锻造过程中通过控制上下锤头的温度和调整锻造道次间隔时间控制试样的温降，进而控制终锻温度。锻造过程中锤头的压下速度为 5 mm/s，用内卡钳控制各道次的压下量，用表面测温仪测量试样温度。不同试样的工艺条件以及试样编号如表 2 所列。各个试样终锻温度控制在 120~450 ℃之间，锻造道次均为 6 次。

将试样沿末道次锤头接触面的短边中线切开(如图 1 所示)。试样经磨光后对其进行宏观腐蚀(腐蚀液

为：盐酸 30 mL、氯化铁 10 g、水 120 mL，腐蚀时间 10 s)，观察试样的宏观形貌并用相机拍照。在宏观试样上取小试样进行微观组织观察，小试样经磨光后进行电解抛光(抛光液为：磷酸 30 mL、水 40 mL)，用金相显微镜对试样进行组织观察。用 4525VD 型维氏硬度仪对不同试样进行硬度测试，在试样中线方向上每隔 3 mm 取点进行硬度测量，每个位置测量相邻的 3 点，取平均值。硬度测量时，加载载荷为 3 kg，加载时间为 15 s。

2 实验结果

2.1 铸态组织

图 2 所示为本实验所用高纯铜($\geq 99.99\%$)铸锭的宏观组织，由图 2 可以看出，其铸态组织为粗大且不均匀的柱状晶，晶粒在铸锭边部形核向心部生长，并在铸锭心部汇合，部分粗大晶粒的长度可以达到铸锭半径的一半。

2.2 多向锻后试样的形貌

经 6 道次锻造获得的不同终锻温度试样的形貌如图 3 所示，可以看出，经 6 道次多向锻造后不同终锻温度试样的形状基本一致。这表明多向锻造过程中可以保证试样的形状基本不变。终锻温度高的试样左右两侧变形更加对称，尖角处更圆滑。这表明高温锻造时试样的变形更加协调。由试样外形还可以清楚的看出终锻温度 450 ℃、380 ℃试样表面覆盖着一层黑色的氧化皮，终锻温度 270 ℃试样表面则覆盖着一些分散的黑色氧化皮，而终锻温度 120 ℃试样的表面则基本没有氧化皮。通过对锻造过程观察分析可知，铜在高温变形时容易与空气中的氧反应生产氧化皮，这些塑性差的氧化皮在变形过程中会脱落，当终锻温度高时，变形完成后试样表面会继续被氧化形成的氧化皮层；当终锻温度低时，试样表面则不易被继续氧化。

表 2 高纯铜多向锻造工艺条件

Table 2 Experimental parameters of multi-directional forging

No.	Initial forging temperature/℃	Forging pass	Forging temperature/℃	Cumulative strain
1	850	6	120	3
2	850	6	270	3
3	850	6	380	3
4	850	6	450	3

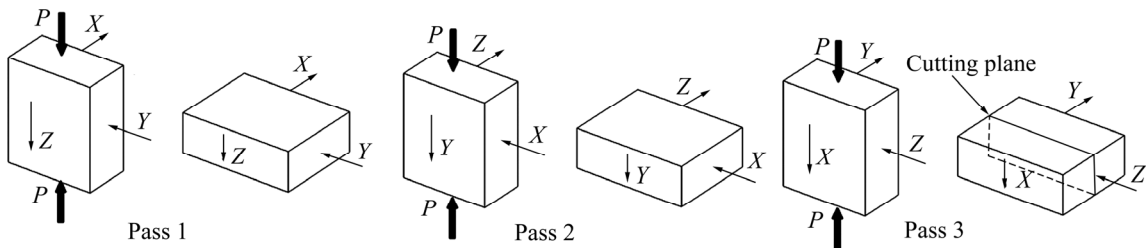


图 1 多向锻造过程示意图

Fig. 1 Schematic diagram of multi-directional forging

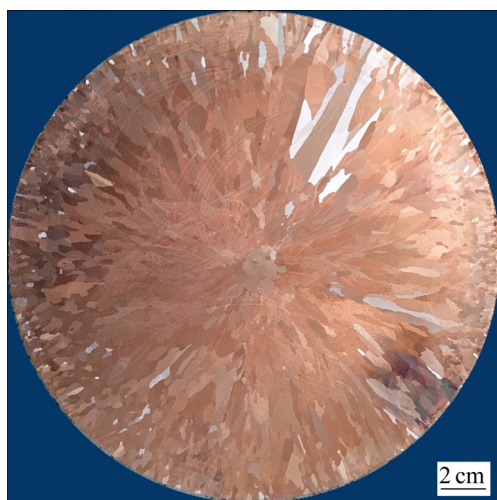


图 2 高纯铜 DC 铸锭的宏观组织

Fig. 2 Macrostructure of DC casting ingot

2.3 多向锻后的宏微观组织

图 4 所示为终锻温度不同试样横截面的宏观组织, 可以看出各试样形貌基本一致, 上下两个锤头压下面比较平直, 而左右两侧呈单鼓形。各个试样横截面上的组织不均匀, 在试样横截面上均存在一个“X”形状细晶区, 各试样 4 个边处均存在一个近似半圆形的粗晶区, 这个区域的晶粒随离边部距离的增加而变细; 在各试样横截面的外侧还存在着一层 1~2 mm 厚的细晶层。当终锻温度为 450 °C 时, 试样心部为细小的等轴晶粒, 边部分布着比较粗大的晶粒(见图 4(a)); 当终锻温度降为 380 °C 时, 各种晶粒在截面上的分布情况与终锻温度 450 °C 的试样相近(见图 4(b))。

当终锻温度继续降至 270 °C 时, 细晶区仍成“X”形分布, 但试样各部分的组织变形变细, 在试样心部存在一个组织比较粗大的区域(见图 4(c))。当终锻温度为 120 °C 时, 试样心部“X”形的细晶区的晶粒进一步细化, 肉眼无法辨别, 但试样两侧区域的晶粒较粗大(见图 4(d))。

为了进一步观察不同多向锻造试样的组织演变情况, 对图 4 各虚线框图范围的组织进行微观组织观察, 并拼接成如图 5 所示的微观组织图。可以看出, 各试样的边部均存在一层与图 4 中相应的细晶层, 在细晶层的上部是粗大的晶粒, 这些晶粒与细晶层界限清晰。在粗大晶粒上部, 随距边部距离的增加晶粒逐渐变细。当终锻温度为 450 °C 时(见图 5(a)), 晶粒由边部细晶区上部相试样中心逐渐变细, 距离试样边部 3 mm 处晶粒的平均尺寸为 298.5 μm , 试样心部晶粒的平均尺寸约 63.2 μm , 试样不同区域均存在一些孪晶。当终锻温度降低至 380 °C 时(见图 5(b)), 试样内晶粒形貌及分布与终锻温度 450 °C 试样的相近, 距离试样边部 3 mm 处晶粒的平均尺寸为 346.3 μm , 心部的平均晶粒尺寸为 70.8 μm 。当终锻温度降低至 270 °C 时(见图 5(c)), 试样中部和心部的组织均较终锻温度为 380 °C 试样明显变细, 心部组织中的晶界变得模糊, 为典型的变形组织, 在心部还存在着一些粗大的块状组织, 与图 4(c)中心部的粗晶区相对应。当终锻温度降至 120 °C 时(见图 5(d)), 试样的微观组织由边部至心部破碎程度逐渐增加, 粗大块状组织消失。

图 5 中位置 1~4 处放大组织照片如图 6(a)~(d)所示, 当终锻温度为 450 °C 时, 试样微观组织为晶粒尺

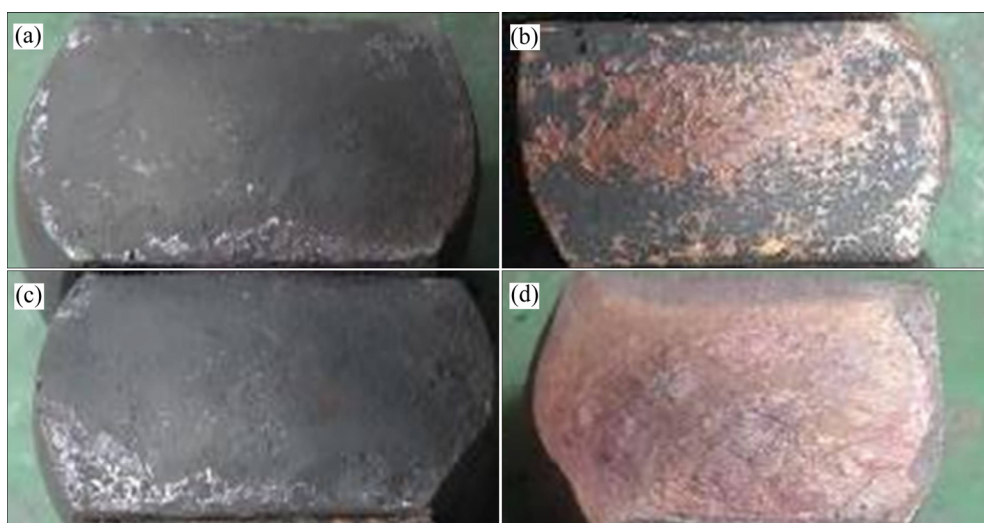


图 3 不同终锻温度锻造试样的形貌

Fig. 3 Morphologies of samples after forged by 6 passes at different temperatures: (a) 450 °C; (b) 270 °C; (c) 380 °C; (d) 120 °C

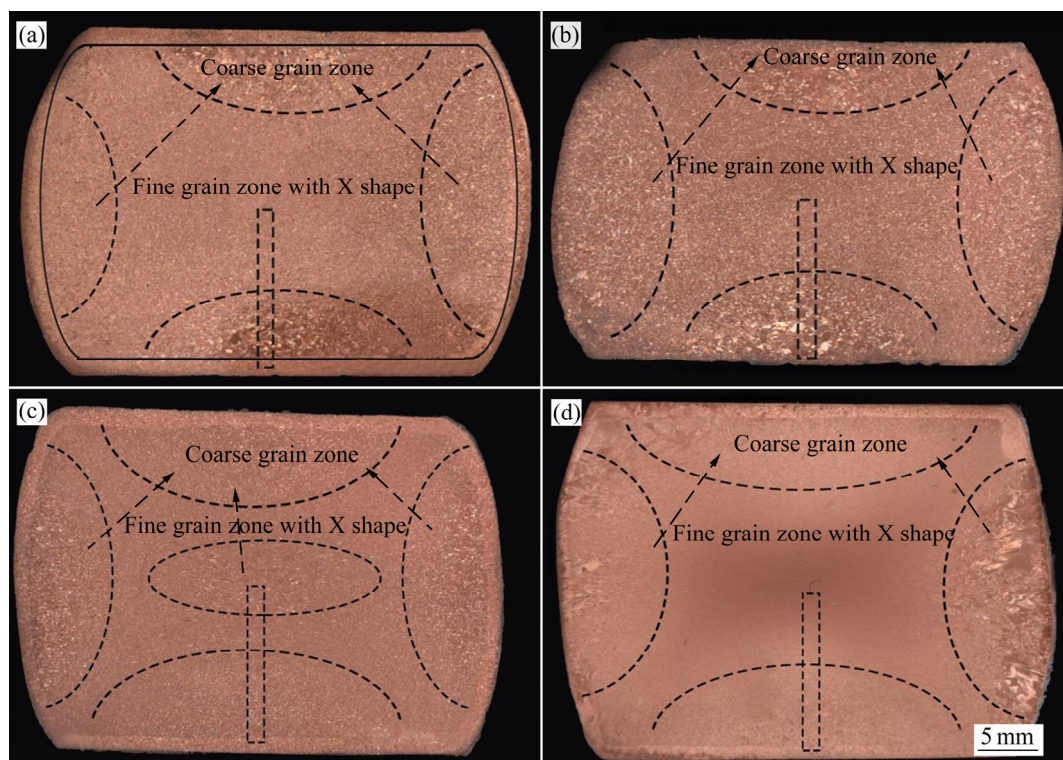


图 4 终锻温度不同的试样的宏观组织

Fig. 4 Macrostructure of the samples with different final forging temperatures: (a) 450 °C; (b) 380 °C; (c) 270 °C; (d) 120 °C

寸不均匀、明暗程度不同的等轴晶晶粒，一些晶界笔直孪晶存在于一个晶粒内，一些晶界笔直的孪晶则成为了新的晶界(见图 6(a))；当终锻温度降至 380 °C 时，试样相同位置晶粒的形貌变化不大(见图 6(b))，但是晶粒尺寸略有增加。当终锻温度降至 270 °C 时，晶粒明显变细，晶界轮廓弯曲，部分晶粒破碎，在局部存在一些晶界发生变形弯曲未被完全破坏的孪晶(见图 6(c))；继续将终锻温度降至 120 °C，晶粒进一步变细，晶粒的破碎程度更加明显，晶界更加模糊，孪晶基本消失(见图 6(d))。

图 5 中位置 5~8 处放大组织照片如图 7(a)~(d)所示。当终锻温度为 450 °C 时，试样的心部组织为尺寸较为均匀的等轴晶，部分晶粒内存在一定数量的孪晶(见图 7(a))；当终锻温度降至 380 °C 时，试样心部晶粒的形貌和尺寸变化不大(见图 7(b))；当终锻温度降至 270 °C 时，试样心部为典型的变形组织，晶界变得模糊不清，晶粒沿变形方向被拉长，孪晶消失(见图 7(c))，在局部区域还存在一些未完全破碎的较大的大尺寸晶粒，这些组织特征与卢柯等^[19]研究高温动态塑性变形的过程中观察到的组织相似。继续将终锻温度降至 120 °C，试样心部的组织被进一步破碎，大尺寸晶粒

消失，在细小的晶粒破碎组织中间还存在一些尺寸较大的未完全破碎晶粒(见图 7(d))。

不同终锻温度的试样沿竖直中线方向的硬度分布如图 8 所示，当终锻温度为 380 °C、450 °C 时，沿试样竖直中线上硬度值波动不大，维氏硬度值在 60~70 HV 之间。当终锻温度为 270 °C 时，沿试样竖直中线的硬度值均呈“拱”形分布，试样中心的硬度值较高，而边部的硬度值较低，中心处的硬度值可以达到 113 HV，而上下表面附近的硬度值分布在 75~79 HV 之间；当终锻温度降至 120 °C 时，试样沿竖直中线的硬度特征与终锻温度 270 °C 试样相似，但各位置的硬度值均高于终锻温度为 270 °C 的试样，试样心部的硬度值可达到 134 HV，上下表面附近的硬度值分布在 97~102 HV 之间。

3 分析与讨论

高纯铜多向锻造过程是一个累计应变量不断增加的过程，这个过程中试样局部累积变形量不同且变形方向不断改变。高纯铜的组织演变受其自身晶体学特



图 5 对应图 4 中虚线框图内的微观组织

Fig. 5 Microstructures of different samples corresponding to zones signed by dotted rectangular frame in Fig. 4: (a) 450 °C; (b) 380 °C; (c) 270 °C; (d) 120 °C

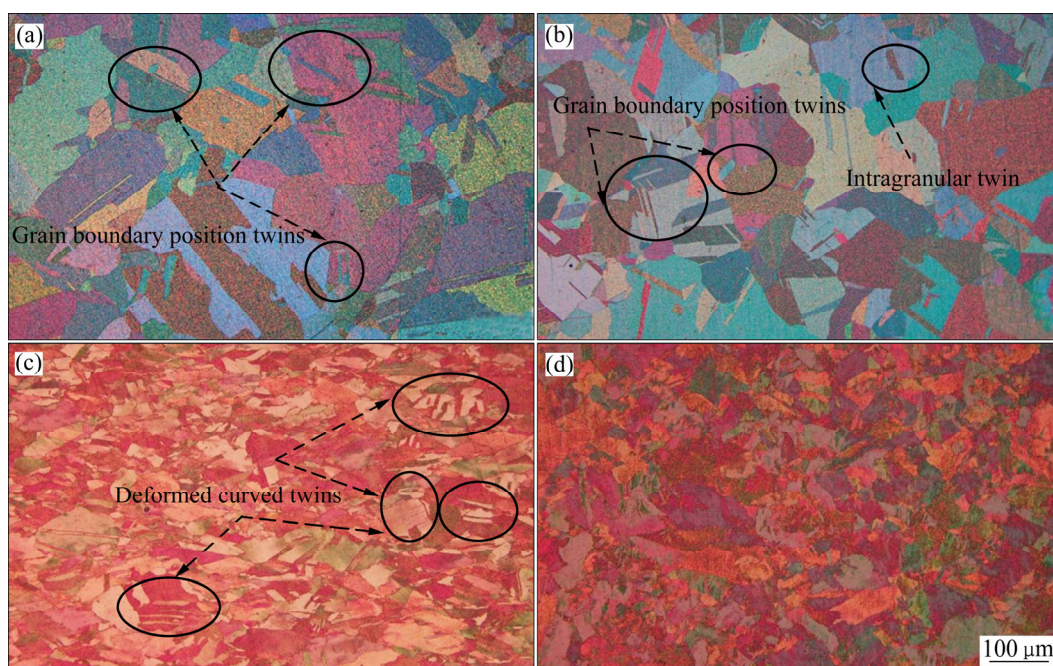


图 6 对应图 5 中虚线框图(5、6、7、8 区域)处的微观组织

Fig. 6 Microstructures of different samples corresponding to 5, 6, 7 and 8 zones signed by dotted box in Fig. 5: (a) 450 °C; (b) 380 °C; (c) 270 °C; (d) 120 °C

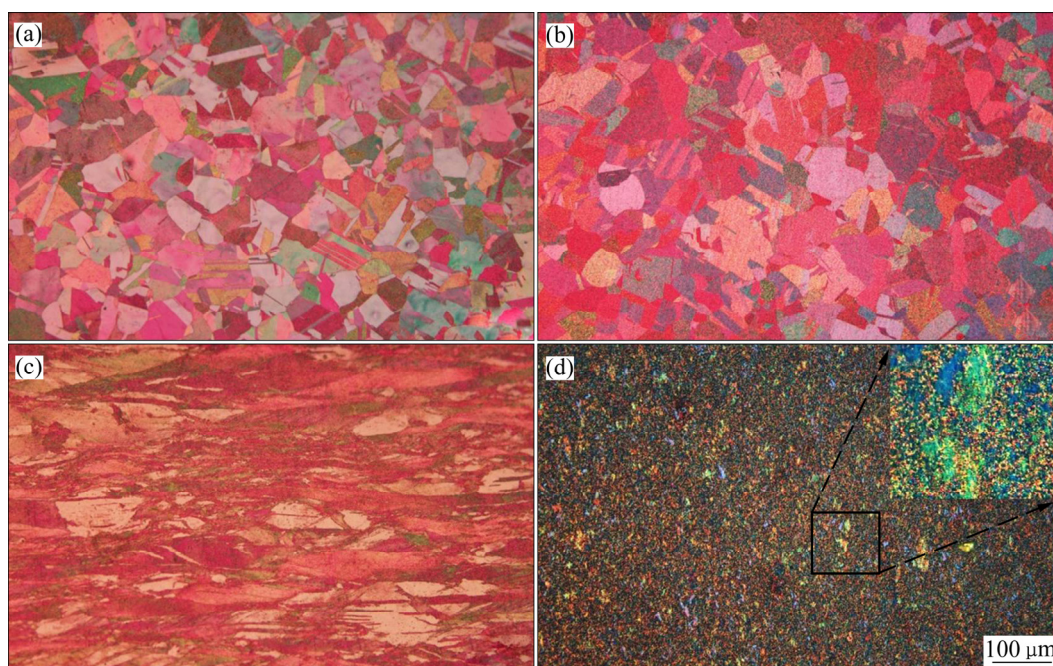


图 7 不同终锻温度试样心部(对应图 5 中的 1、2、3、4 区域)细晶区微观组织

Fig. 7 Microstructures of different samples corresponding to 1, 2, 3 and 4 zones signed by dotted box in Fig. 5: (a) 450 °C; (b) 380 °C; (c) 270 °C; (d) 120 °C

性, 变形温度、累计变形量、局部变形特点以及变形速率等因素的影响。

锻造方向交替变化的多向锻造过程中, 锤头及自由变形区附近累积变形量小, 而心部“X”形易变形

区的累积变形量大。经过 6 次多向锻造后, 不同终锻温度试样均出现了一个“X”形的细晶区和 4 个位于侧面中心附近的粗晶区, 如图 4 所示, 这表明改变终个试样不同位置处硬度差别不大。这表明两个试样均

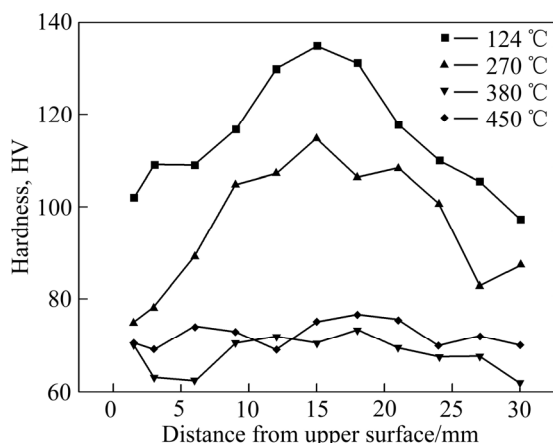


图8 不同终锻温度试样宏观硬度

Fig. 8 Macro-hardness distribution along vertical midline of different samples

发生了比较充分的再结晶, 变形储能的充分释放使得不同试样以及试样不同位置的硬度差别不大。对比终锻温度为 380 °C 和 450 °C 的试样, 可以看出, 竖直方向上相同区域的晶粒尺寸差别不大, 这表明在再结晶温度以上变形时, 终锻温度对变形量及变形特征相同区锻温度不能消除因变形不均匀引发的变形组织不均匀性。

当终锻温度高于高纯铜的再结晶温度时, Cu 在多向锻造过程中会发生动态再结晶^[20-24]。终锻温度为 380 °C 和 450 °C 的试样内均出现了大量的等轴晶, 两域的晶粒尺寸影响不大。这种组织变化与高纯铝的多向锻造过程中的组织演变有所不同(高纯铝随着终锻温度的提高晶粒明显变粗^[25]), 这可能与两种金属的再结晶机制不同有关。Cu 元素作为层错能低的金属更容易在变形过程中发生动态再结晶, 通过晶粒的形核长大降低变形过程中的位错密度, 这个过程中晶粒的形核速度和长大速度是决定再结晶晶粒尺寸的主要因素。随着终锻温度的增加, 动态再结晶晶粒的形核长大速度均增加, 在形核与长大的竞争作用下, 再结晶晶粒可能增加也可能减小, 在本实验条件下终锻温度由 380 °C 升至 450 °C 时, 心部的动态再结晶晶粒尺寸略有减小。

当锻造温度低于高纯铜的再结晶温度时, 随着多向锻造过程中累积应变的增加, 高纯铜只能通过回复作用部分的消除因变形产生的位错, 此时, 晶粒内部的位错密度不断增加, 变形量大且剧烈变形试样的心部区域组织破碎更加严重、位错密度更大, 终锻温度

270 °C 试样的心部硬度明显高于边部的硬度, 这表明该合金的再结晶温度高于 270 °C, 此时材料的变形主要是通过滑移, 晶粒破碎, 扭转等机制进行。这个过程中心部的某些大晶粒由于自身取向和受力方向的匹配, 不利于其产生变形或破碎, 因此导致了试样心部存在一定的大尺寸晶粒, 在纯铜低温变形过程中同样观察到了这种组织^[5, 19, 26]。在变形量较小的试样边部, 较小的变形量不足以完全破坏孪晶界, 因此在局部保留了未被完全破碎的孪晶, 如图 6(c)所示。对比终锻温度为 270 °C 和 120 °C 的试样, 可以看出, 两个试样相同区域的晶粒破碎程度不同, 两者的硬度存在明显的差异, 这表明应变量相同时, 降低变形温度可以有效增加晶粒的破碎程度, 增加晶粒内的位错密度。

当晶体受力方向不利于晶体通过滑移实现变形时, 金属晶体往往通过孪晶的方式发生变形, 特别是在层错能低的金属中。Cu 合金作为层错能较低的金属, 其变形和退火过程中均容易产生孪晶, 根据相关报道^[27-28]铜及其合金中观察到的孪晶多为退火孪晶。本实验研究法范围内, 当终锻温度高于 380 °C 时, 试样的心部和边部均存在着一定数量的孪晶。由于终锻温度较高, 这些孪晶是变形过程中产生的还是退火过程中产生的尚无法判断, 需要进一步开展研究。而当终锻温度低于 270 °C 时, 试样心部在光学显微照片中观察不到孪晶。

4 结论

1) 经 6 道次不同终锻温度(120~450 °C)的锻造后, 高纯铜试样变形组织不均匀, 各试样在心部均出现了一个“X”形的细晶区, 改变终锻温度对组织均匀性的影响不大。

2) 终锻温度高于 380 °C 时, 经 6 道次锻造后的高纯铜均发生再结晶, 晶粒为存在大量孪晶的等轴晶粒, 终锻温度变化对相同部位晶粒尺寸影响不大。终锻温度低于 270 °C 时, 经 6 道次锻造后的高纯铜未发生再结晶, 试样内的组织为变形组织, 试样边部为未完全破碎的等轴晶, 而心部则为沿变形破碎的变形组织; 锻温度降至 120 °C 时, 边部和心部的组织被进一步破碎细化。

3) 终锻温度高于 380 °C 时, 终锻温度对试样心部竖直方向不同位置处的硬度影响不大, 其维氏硬度值在 60~70 HV 之间波动; 终锻温度低于 270 °C 时, 沿

试样竖直中线的硬度分布呈“拱”形,硬度值中心高两边低;终锻温度为270℃时,试样心部硬度为113HV,表面附近的硬度值在75~79HV之间;终锻温度为120℃时,试样心部的硬度值为至134HV,表面附近的硬度值在97~102HV之间。

REFERENCES

- [1] 禹泽海, 孙 鹏, 汪春平, 杨 艳. 高纯铜溅射靶材的发展及现状[J]. 山西冶金, 2007(5): 4-6.
YU Ze-hia, SUN Peng, WANG Chun-ping, YNAG Yan. Development and current tendency of high purity copper sputtering targets[J]. Shanxi Metallurgy, 2007(5): 4-6.
- [2] 何金江, 贺 昕, 熊晓东, 王兴权, 廖 赞. 集成电路用高纯金属材料及高性能溅射靶材制备研究进展[J]. 新材料产业, 2015(9): 47-52.
HE Jin-jiang, HE Xin, XIONG Xiao-dong, WANG Xing-quan, LIAO Zan. Research progress in preparation of high purity metal materials and high performance sputtering targets for integrated circuits[J]. Advanced Materials Industry, 2015(9): 47-52.
- [3] 何金江, 陈 明, 朱晓光, 罗俊锋, 尚再艳, 贺 昕, 熊晓东. 高纯贵金属靶材在半导体制造中的应用与制备技术[J]. 贵金属, 2013, 34(S1): 79-83.
HE Jin-jiang, CHEN Ming, ZHU Xiao-guang, LUO Jun-feng, SHANG Zai-yan, HE Xin, XIONG Xiao-dong. Application and fabrication method of high purity precious metal sputtering targets used in semiconductor[J]. Precious Metals, 2013, 34(S1): 79-83.
- [4] LIU S, JIA S Q, CHEN M. Research on grain structure of super high purity copper sputtering target[C]// The 10th China-Russia System on Advanced Materials and Technologies. China: Chinese Society of Nonferrous Metal, 2009: 460-463.
- [5] KONKOVA T, MIRONOV S, KORZNIKOV A, SEMIATIN S L. On the room-temperature annealing of cryogenically rolled copper[J]. Materials Science & Engineering A, 2011, 528(24): 7432-7443.
- [6] 康志新, 彭勇辉, 赖晓明, 李元元, 赵海东, 张卫文. 剧塑性变形制备超细晶/纳米晶结构金属材料的研究现状和应用展望[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(4): 587-598.
KANG Zhi-xin, PENG Yong-hui, LAI Xiao-ming, LI Yuan-yuan, ZHAO Hai-dong, ZHANG Wei-wen. Research status and application prospect of ultrafine grained and/or nano-crystalline metallic materials processed by severe plastic deformation[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(4): 587-598.
- [7] 周 蕾. 大变形异步叠轧与热处理调控超细晶铜组织结构与性能研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2013: 62-71.
ZHOU Lei. Study on microstructure and properties of ultrafine grained copper regulated by large deformation asynchronous rolling and heat treatment[D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2013: 62-71.
- [8] 周 蕾, 史庆南, 王军丽. 异步累积叠轧制备超细晶纯铜微观组织演化规律及细化机制[J]. 航空材料学报, 2014, 34(5): 49-54.
ZHOU Lei, SHI Qing-nan, WANG Jun-li. Microstructure evolution and refinement mechanism of ultra-fine copper prepared by asymmetrical accumulative roll bonding[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2014, 34(5): 49-54.
- [9] FERRASSE S, ALFORD F, GRABMEIER S. ECAE targets with sub-micron grain structures improve sputtering performance and cost-of-ownership[J]. Semiconductor Manufacturing, 2003, 4(10): 76-92.
- [10] 石凤健. ECAP 法制备纯铜的组织与性能[J]. 江苏科技大学学报(自然科学版), 2006, 20(2): 85-88.
SHI Feng-jian. Microstructure and properties of pure copper fabricated by equal channel angular pressing[J]. Journal of Jiangsu University of Science and Technology(Natural Science Edition), 2006, 20(2): 85-88.
- [11] ZHUQ F, WANG G S, WANG X J, LIU F Z, BAN C Y, CUI J Z. Dynamic strain aging precipitation of Mg17Al12 in AZ80 magnesium alloy during multi-directional forging process[J]. Materials Science and Engineering, 2017, 194(1): 012015.
- [12] ZHU Q F, LI L, ZHANG Z Q, ZHAO Z H, ZUO Y B, CUI J Z. Microstructure evolution of AZ80 magnesium alloy during multi-directional forging process[J]. Materials Transactions, 2014, 55(2): 270-274.
- [13] 朱庆丰, 王 嘉, 左玉波, 崔建忠. 多向锻造道次对 5182 铝合金变形组织的影响[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2015, 36(11): 1572-1576.
ZHU Qing-feng, WANG Jia, ZUO Yu-bo, CUI Jian-zhong. Effects of forging pass on the structure of 5182 aluminum alloy during multi-direction forging process[J]. Journal of Northeastern University(Natural Science), 2015, 36(11): 1572-1576.
- [14] 朱庆丰, 李展志, 闫 玮, 王高松, 左玉波, 崔建忠. 多向锻造道次及终锻温度对 5182 铝合金组织性能的影响[J].

- 材料与冶金学报, 2015, 14(4): 269–274.
- ZHU Qing-feng, LI Zhan-zhi, YAN Wei, WANG Gao-song, ZUO Yu-bo, CUI Jian-zhong. Effect of forging passes and final forging temperature on the structure and property of 5182 aluminum alloy during multi-direction forging process[J]. Journal of Materials and Metallurgy, 2015, 14(4): 269–274.
- [15] ZHU Q F, LI L, BAN C Y, ZHAO Z H, ZUO Y B, CUI J Z. Structure uniformity and limits of grain refinement of high purity aluminum during multi-directional forging process at room temperature[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(5): 1301–1306.
- [16] ZHU Q F, WANG J, LI L, BAN C Y, ZHAO Z H, CUI J Z. Effect of forging temperature on deformability and structure evolution of high purity aluminium during multi-directional forging process[J]. Materials Science Forum, 2016, 877: 371–379.
- [17] 朱庆丰, 张 扬, 朱 成, 班春燕, 崔建忠. 高纯铝多向锻造大塑性变形过程的数值模拟及实验研究[J]. 材料工程, 2017, 45(4): 15–20.
- ZHU Qing-feng, ZHANG Yang, ZHU Cheng, BAN Chun-yan, CUI Jian-zhong. Numerical simulation and experimental investigation on multi-direction forging behaviors of high purity aluminum[J]. Journal of Materials Engineering, 2017, 45(4): 15–20.
- [18] 班春燕, 朱庆丰, 崔建忠. 一种超高纯铝细晶、高取向靶材的制备方法: CN102002653A[P]. 2011–04–06.
- BAN Chun-yan, ZHU Qing-feng, CUI Jian-zhong. Preparation method of ultra-high purity aluminum fine crystal and high orientation target: CN102002653A[P]. 2011–04–06.
- [19] LI Y S, TAO N R, LU K. Microstructural evolution and nanostructure formation in copper during dynamic plastic deformation at cryogenic temperatures[J]. Acta Materialia, 2008, 56(2): 230–241.
- [20] 崔忠圻, 刘北兴. 金属学与热处理原理[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 1998: 209–212.
- CUI Zhong-qi, LIU Bei-xing. Metallurgy and heat treatment principles[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 1998: 209–212.
- [21] 曾 祥. 超高纯铜晶粒控制及晶界特征分布研究[D]. 北京: 北京有色金属研究总院, 2015: 29–31.
- ZENG Xiang. Research on grain control and grain boundary character distribution of ultra high purity copper[D]. Beijing: General Research Institute for Nonferrous Metals, 2015: 29–31.
- [22] 姜 科, 孙圣洁. 动态再结晶临界判据和机理的研究[J]. 有色金属加工, 2009, 38(6): 19–37.
- JIANG Ke, SUN Sheng-jie. Research of dynamic recrystallization critical criterion and mechanism[J]. Nonferrous Metals Processing, 2009, 38(6): 19–37.
- [23] 姜 科, 孙圣洁. 动态再结晶临界判据和机理的研究(续)[J]. 有色金属加工, 2010, 39(1): 25–27.
- JIANG Ke, SUN Sheng-jie. Research of dynamic recrystallization critical criterion and mechanism[J]. Nonferrous Metals Processing, 2010, 39(1): 25–27.
- [24] 侍新琳, 刘 轶. 纯铜形变中动态再结晶分析[J]. 沈阳航空工业学院学报, 2000, 17(4): 19–21.
- SHI Xin-lin, LIU Yi. Dynamic recrystallization analysis of pure copper deformation[J]. Journal of Shenyang Aerospace University, 2000, 17(4): 19–21.
- [25] 钱 鹏. 多向锻造与轧制大塑性变形作用下纯铝组织演变[D]. 沈阳: 东北大学, 2012: 21–23.
- QIAN Peng. The microstructure evolution of severe plastic deformation by multiple forging and rolling on pure aluminium[D]. Shenyang: Northeastern University, 2012: 21–23.
- [26] KONKOVA T, MIRONOV S, KORZNIKOV A, SEMIATIN S L. Microstructure instability in cryogenically deformed copper[J]. Scripta Materialia, 2010, 63(9): 921–924.
- [27] 蔡正旭. 基于退火孪晶的纯铜晶界特征分布优化研究[D]. 淄博: 山东理工大学, 2010: 9–10.
- CAI Zheng-xun. Twin-induced grain boundary character distribution (GBCD) in pure copper[D]. Zibo: Shandong University of Technology, 2010: 9–10.
- [28] 夏 爽, 李 慧, 周邦新, 陈文觉. 金属材料中退火孪晶的控制及利用 —— 晶界工程研究[J]. 自然杂志, 2010, 32(2): 94–100.
- XIA Shuang, LI Hui, ZHOU Bang-xin, CHEN Wen-jue. Control and application of annealing twins in metallic materials: Grain boundary engineering[J]. Chinese Journal of Nature, 2010, 32(2): 94–100.

Effect of final forging temperature on microstructure and hardness of multi-directional forged high purity copper

ZHANG Wei-hua^{1,2}, ZHU Qing-feng^{1,2}, YU Jie², BAO Lei^{1,2}, CUI Jian-zhong^{1,2}

(1. Key Laboratory of Electromagnetic Processing of Materials, Ministry of Education, Northeastern University, Shenyang 110819, China;

2. College of Materials Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

Abstract: The effect of final forging temperature (120–450 °C) on the microstructure and hardness of high purity copper was studied. The results show that after 6 passes of forging, an “X”-shaped fine-grained zone appears in the center of the high-purity copper sample. When the final forging temperature are 380 °C and 450 °C, the dynamic re-crystallization (DRX) occurs on the whole sample, the grain size gradually decreases from the edge to the center, the recrystallized grain presents as equiaxed and composed many twins. The change of final forged temperature has little effect on the grain size in the same position of the sample. The structure of the sample with final forging temperature of 270 °C is character as deformed structure. The deformed structure is tapered from the edge to the center, grains in the center area are elongated along horizontal direction, and the twins disappear. When the final forging temperature is 120 °C, the deformed structure of the part is further broken and refined. When the final forging temperature is higher than 450 °C, the final forging temperature has little effect on the hardness, and the hardness along the vertical midline of the two specimen is between 60 HV and 70 HV. When the final forging temperature is lower than 270 °C, hardness distribution along the vertical midline shows as “arch” shape, and the hardness continuously decreases from the edge to the center. When the final forging temperature decreases from 270 °C to 120 °C, the hardness on the center area of the sample increases from 113 HV to 134 HV, and the hardness on the surface area increases from 75 HV to 102 HV.

Key words: multi-directional forging; high purity copper; deformed structure; hardness; re-crystallize

Foundation item: Project(2017YFB0305504) supported by the National Basic Research Development Program of China; Projects(51674078, 51374067) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project(N180913003) supported by the Fundamental Research Funds for the Central Universities, China

Received date: 2019-07-11; **Accepted date:** 2019-10-08

Corresponding author: ZHU Qing-feng; Tel: +86-24-83685967; E-mail: zhuqingfeng@epm.neu.edu.cn

(编辑 王 超)