高纯铝再结晶晶界面的择优取向

王卫国^{①②*}, 林琛^①, 李广慧^①, 花能斌^①, 周邦新^②, 方晓英^③, 戴品强^①, 陈文哲^①

① 福建工程学院材料科学与工程学院, 福州 350118;

② 上海大学材料研究所, 上海 200072;

③ 山东理工大学机械工程学院, 淄博 255049

* E-mail: wang.wei.guo@163.com

收稿日期: 2014-07-04; 接受日期: 2014-09-05

国家自然科学基金(批准号: 51171095, 51271058)资助项目

摘要 相比于传统的晶体择优取向(晶体织构, 简称织构), 晶界面择优取向是一个新的科学问题. 系统地研究晶界面择优取向的形成规律和演化机制对合理调控显微组织结构以显著改善材料的各种使用性能具有非常重要的科学意义和应用价值. 本文利用基于体视学原理和电子背散射衍射技术的晶界特征分布五参数表征分析方法, 研究了冷轧变形高纯铝(99.99%)再结晶晶界面的择优取向问题. 结果表明, 在再结晶及晶粒长大过程中, 晶界面择优取向由最初的 $\{2\ 2\ 3\}$ 晶面转变为 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面, 最后取向在 $\{1\ 0\ 0\}$ 晶面上. 分析指出, 冷轧变形高纯铝再结晶组织中, 小角度晶界(取向差介于 $2^\circ\sim 15^\circ$)是其晶界构成的主体部分; 在晶粒长大过程中, 晶体织构由 $\{1\ 1\ 0\}$ $\langle 1\ 1\ 2\rangle$ 黄铜织构为主转变为以 $\{0\ 1\ 1\}$ $\langle 1\ 0\ 0\rangle$ 高斯织构和 $\{0\ 2\ 3\}$ $\langle 1\ 0\ 0\rangle$ 织构共存为主, 受晶面能和晶体织构的影响, 小角度晶界一般择优取向于可形成能量较低的倾侧型小角度晶界所对应的晶面上. 这是导致高纯铝再结晶晶界面择优取向随晶粒长大而发生上述规律性变化的主要原因.

关键词

高纯铝
冷轧变形
再结晶
晶界面
择优取向

1 引言

早在 20 世纪二三十年代^[1], 人们就观察到多晶材料中出现的晶粒取向(晶粒的特定晶体学方向相对于试样坐标系的位向)偏离随机分布的现象, 表现为在某些取向上分布着尤其多(或尤其少)的晶粒, 这就是晶体的择优取向(人们习惯上称之为择优取向, 存在一定歧义), 即晶体织构, 简称织构. 那么, 多晶材料中晶界面取向(意指晶粒终止于晶界平面处所对应的晶体学晶面)是否也存在择优问题? 这是长久以来一直没有引起人们关注的问题. 造成这一局面的主要原因是, 晶界是一种内界面, 传统的实验研究手段如透射电子显微术^[2]难以获得具有统计平均意义的

晶界面择优取向数据; 现代的研究方法如聚焦离子束(focused ion beam, FIB)^[3]连续截面切割耦合电子背散射衍射(electron backscatter diffraction, EBSD)^[4]只适用于晶粒大小为纳米尺度的材料微区晶界特征分析^[5]. 直到 2004 年, 随着 EBSD 技术在材料微结构表征方面的广泛和深入应用, Rohrer 研究组^[6,7]建立了基于体视学原理和 EBSD 技术的表征晶界特征分布(grain boundary character distribution, GBCD)的单一截面五参数分析法(five parameter analysis, FPA). 这是一种只需在样品的任意一个截面上测取多个区域的 EBSD 巨量数据后, 依据体视学原理进行统计学分析就能给出具有统计平均意义的晶界面择优取向结果. 利用该方法, Rohrer 等人^[6]首次在热压烧结的无

引用格式: 王卫国, 林琛, 李广慧, 等. 高纯铝再结晶晶界面的择优取向. 中国科学: 技术科学, 2014, 44: 1295–1308

Wang W G, Lin C, Li G H, et al. Preferred orientation of grain boundary plane in recrystallized high purity aluminum (in Chinese). Sci Sin Tech, 2014, 44: 1295–1308, doi: 10.1360/N092014-00237

晶体织构的 SrTiO_3 和 MgAl_2O_4 样品中分别观察到了晶界面择优取向在 $\{0\ 0\ 1\}$ 和 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面上的现象, 证实了多晶材料中存在晶界面的择优取向; 与此同时, Rohrer 又把 FPA 方法用到压制烧结的含 Ca 和不含 Ca 的无晶体织构的 MgO 样品的晶界面择优取向研究中^[8], 发现含 Ca 的样品中, 取向分布在 $\{1\ 0\ 0\}$ 晶面上的晶界数量要显著高于不含 Ca 的样品, 表明化学成分对晶界面择优取向有重要影响. Kim 等人^[9]利用 FPA 方法分析了单相黄铜轧制退火后 $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 27$ 晶界的晶界面择优取向, 发现这两类晶界主要为 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 非对称倾侧晶界, 说明特定取向差条件下的晶界存在择优取向在某些特定晶面上的特性. Wang 等人^[10]也曾利用 FPA 方法研究了 Pb-Ca 基合金 $\Sigma 3$ 晶界的晶界面择优取向, 主要结果是退火之前的冷轧变形量对退火之后的 $\Sigma 3$ 晶界面择优取向(共格和非共格)有显著影响.

早期的 FPA 方法只适用于那些不具有明显晶体织构之样品的晶界面择优取向研究, 或对某些特定取向差条件下占总晶界比例极高的特定晶界(如形变退火后的中低层错能面心立方金属中的 $\Sigma 3$, $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 27$ 晶界)进行晶界面择优取向分析. 最近, Beladi 和 Rohrer 等人^[11,12]利用经晶体织构修正的 FPA 方法、即改进的 FPA 方法研究了无间隙原子钢和板条马氏体的晶界面择优取向问题. 其主要结果是, 在无间隙原子钢中, 虽然总体上晶界面择优取向在 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面上, 但在某些特定取向差条件下, 晶界面取向在高的密勒指数晶面上的强度会更高一些, 例如, $[1\ 1\ 1]/60^\circ$ 取向差条件下, 晶界面在倾侧对称型 $\{1\ 1\ 2\}$ 晶面上的取向强度要高于在扭转型 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面上的取向强度; 在板条马氏体中, 马氏体惯析面以 $\{1\ 1\ 0\}$ 和近 $\{1\ 1\ 0\}$ 晶面为主, 晶界面择优取向在倾侧对称型 $\{1\ 1\ 0\}$ 和扭转型 $\{1\ 1\ 0\}$ 晶面上, 分别对应以 $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ 和 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 为转轴的各种取向差晶界. 方晓英等人^[13]也利用改进的 FPA 方法研究了 304 不锈钢的晶界面择优取向, 结果显示, 虽然总体上晶界面择优取向在 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面上, 共格 $\Sigma 3$ 晶界占有绝对优势, 但退火之前的冷加工方式对退火后一般大角度晶界的晶界面取向有重要影响, 例如, 多向锻造的样品经再结晶退火后, 其 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle/50^\circ$ 晶界主要是对称或非对称的倾侧晶界, 晶界面择优取向在 $\{1\ 1\ 2\}$, $\{1\ 1\ 3\}$ 和 $\{1\ 1\ 5\}$ 等晶面上, 而单向冷轧的样品经再结晶退火后, 其 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle/50^\circ$ 晶界则是择优取向在 $\{0\ 0\ 1\}$ 和 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面

上的对称或非对称倾侧晶界以及择优取向在 $\{0\ 1\ 2\}$ 晶面上的混合晶界.

由此可见, 晶界面择优取向是包括金属材料 and 无机非金属材料在内的多晶材料中普遍存在的一类显微组织结构参量, FPA 方法的成功推出, 为我们研究这一参量提供了有力的手段. 在此, 需要特别指出的是, 晶界本身的结构及其特性决定于相邻 2 个晶粒终止于晶界面处所对应的两个晶体学晶面 $\{h_1\ k_1\ l_1\}$ 和 $\{h_2\ k_2\ l_2\}$ 的耦合结果^[14], 把 $\{h_1\ k_1\ l_1\}$ 和 $\{h_2\ k_2\ l_2\}$ 作为独立数据进行统计分析的 FPA 方法所得出的晶界面择优取向结果尚不能与晶界结构和晶界性能建立起直接的联系. 尽管如此, 晶界作为材料微观组织的基本结构单元, 晶界面择优取向会直接受到再结晶形核、晶粒长大、晶界迁移以及晶界重构等行为的影响, 应与材料的显微组织结构特征存在关联; 晶界面择优取向是晶界能量趋向于极小的必然结果, 它会受到晶面能、 $\{h_1\ k_1\ l_1\}/\{h_2\ k_2\ l_2\}$ 晶面耦合作用、晶体取向以及晶界三叉结(3 个晶界面相交于一线的部位)^[15]和晶界四结点(4 个晶界三叉结相交于一点部位)^[16]的结构稳定性等诸多因素的影响. 因此, 系统地研究晶界面择优取向的形成规律和演化机制对合理调控显微组织结构以显著改善材料的各种使用性能具有非常重要的科学意义和应用价值. 由于绝大部分多晶材料总是存在或强或弱的晶体织构, 经晶体织构修正的 FPA 方法于近年才成功推出, 有关晶界面择优取向的报告还很少^[11~13], 尚缺乏相关基础性实验研究数据, 为此, 首先从简单的高纯铝和单向轧制变形入手, 来研究该金属冷轧变形后的再结晶晶界面择优取向问题. 其研究结果将为其它纯金属和众多合金材料的晶界面择优取向研究奠定基础.

2 实验

2.1 样品制备

实验所用原材料是经区域熔炼的纯度为 99.99% (质量百分数)的高纯铝. 从原料上切取长 $\times$ 宽 $\times$ 厚=30 mm $\times$ 20 mm $\times$ 10 mm 的试样, 该试样经厚度压下量为 85% 的单向冷轧后切割成多个长 $\times$ 宽 $\times$ 厚=10 mm $\times$ 8 mm $\times$ 1.5 mm 的小样品, 分成三组, 在 330℃ 真空环境中分别退火 15, 30 和 60 min. 保证每组样品均完成再结晶, 且平均晶粒尺寸随退火时间延长而明显长大.

冷轧变形样品进行 330℃ 退火前, 退火炉炉膛先达到温度要求, 然后再把装有样品的且真空度达到要求(3×10^{-3} Pa)的石英管插入炉膛内, 因此, 退火时样品的升温速度很快。

2.2 EBSD 测试

再结晶退火后的样品经过必要的表面处理后进行电解抛光. 抛光液为高氯酸(HClO_4): 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)=10:90(体积百分比); 抛光条件为电压 20 V, 电流 1~1.5 A, 温度 10℃ 以下, 时间 3~4 min. 抛光好的样品在配有 HKL-NordlysMax2 EBSD 附件的 FEI Sirion-200 热场发射扫描电子显微镜(FESEM)上以逐点扫描的方式完成晶体取向数据的获取. 为了获得高质量的 EBSD 菊池花样并提高其解析精度, 设定样品测试面法线与电子束之间成 70° 夹角, 电子束斑大小为 3, 工作距离为 15 mm, 逐点扫描的步长为 0.5(细晶粒组织)和 2 μm (粗晶粒组织), 加速电压为 20 kV. 为了保证后续晶体取向和晶界面取向分析结果具有统计代表性, 每组样品均扫描多个面积为 1 mm×1 mm 的区域, 并把各个区域测取的数据累加起来进行处理和分析. EBSD 原始数据含带有丰富的晶体学信息, 本文根据实际需求对原始数据进行适当处理, 给出二维取向成像显微图(orientation imaging microscopy, OIM)、菊池带衬度(band contrast, BC)显微图、晶界类型分布图、晶界取向差分布图和晶体织构分布图. 本文规定取向差在 2°~15° 的晶界为小角度晶界(low angle boundary, LAB), 取向差大于 15° 的晶界为大角度晶界(high angle boundary, HAB). 为了不遗漏信息, 采用取向分布函数(orientation distribution function, ODF)截面图表征晶体织构分布. ODF 的计算采用 Gaussian-Kernel 近似法^[17], 即 Euler 空间任意一个取向的极密度可表示为

$$I(\psi) = I_0 \exp \left[- \left(\frac{\psi}{\psi_0} \right)^2 \right], \quad (1)$$

ψ_0 是 Gaussian 峰的半高宽, 通常取 5°; ψ 是偏离取向中心的角度; I_0 是取向中心的最大极密度, 它可以通过实验测定^[17]

$$I_0 = \exp \left(\frac{(\sum_{i=1}^n \psi_i^2)(\sum_{i=1}^n \psi_i^2 \ln I_i) - (\sum_{i=1}^n \ln I_i)(\sum_{i=1}^n \psi_i^4)}{(\sum_{i=1}^n \psi_i^2)^2 - n \sum_{i=1}^n \psi_i^4} \right), \quad (2)$$

ψ_i 是离开取向中心的角度偏离量, I_i 是其对应的实际测量强度, n 是测量点数, ψ_i 的截断角度是 ψ_0 的两倍. 可以通过把实测的 ODF 与标准取向进行比对来确定晶体结构组分, 对于那些偏离标准取向的织构组分, 则可以利用织构专用软件 Tex-Tools 加以确定.

2.3 晶界面取向表征

把所测得的 EBSD 原始数据进行必要的格式转换后导入 TSL-OIM6 分析软件, 执行必要的去噪处理后导出二维 OIM 图, 进一步计算出该图中所有晶界的晶体学数据, 包括每 1 个晶界暴露于二维 OIM 图上迹线的长度及该迹线在晶界两侧 2 个晶粒之晶体学坐标系中的取向等等, 并输出一个文本格式的数据文件. 这个数据文件中所记录的每一个晶界的信息均包含可以唯一确定该晶界面取向特征所需 5 个参数中的 4 个, 即晶界两侧 2 个晶粒的取向差给出 3 个参数, 晶界面暴露于二维 OIM 图中的迹线(即晶界迹线)在晶体学坐标系中的取向给出第 4 个参数, 而第 5 个参数一定位于晶界迹线的晶带大圆上. 通过对巨量的带有 4 个参数信息的晶界进行统计分析, 就可以获得被测样品中取向在各晶体学晶面上的各种晶界的数量统计结果; 进一步应用体视学原理^[18,19], 以二维 OIM 图中晶界迹线的长度代替三维实际情形下该晶界的面积, 并以权重的形式记入到统计分析中, 就可以得到被测样品中落在各晶体学晶面上的各种晶界的面积统计结果, 这便是 Rohrer 的基于体视学原理和 EBSD 技术的表征晶界特征分布的 FPA 方法, 其详细的统计学推导过程和相关数学表述参见文献[6,7], 本文不再重复. 需要指出: 一般情形下, 晶界迹线在其两侧晶粒的晶体学坐标系中的取向是不同的, 二维 OIM 图中的每一条晶界迹线关联着该晶界所“绑定”的两个晶界面, 即($h_1 k_1 l_1$)/($h_2 k_2 l_2$), 这便是晶界的界面匹配问题^[20]. 目前的 FPA 方法是在不考虑界面匹配的前提下把所有晶界的($h_1 k_1 l_1$)和($h_2 k_2 l_2$)作为独立数据进行统计分析的. 为了获得可靠的 FPA 统计结果, 上述每组退火状态的样品被 EBSD 扫描多个区域并保证总的晶界数量不少于 50000. 对于少量弯曲晶界(非平面晶界), 采用多段直线逼近的办法确定其迹线.

在具体的晶界面取向表征中, 采用经晶体织构修正的 FPA 方法^[7,11]来确定晶界面取向的五参数分布函数 $\lambda(\Delta g, n)$, 其中 Δg 是相邻 2 个晶粒之间的取向

差矩阵, n 为晶界面取向(晶界面的法线方向). $\lambda(\Delta g, n)$ 的一般形式为

$$\lambda(\Delta g, n) = l_i^c = \frac{l_i^{0c} + (Z-1) + \frac{(D-1)}{D} \langle l^0 \rangle}{1 + Z(D-1)}, \quad (3)$$

$$l_i^{0c} = \sum_{j=1}^m \frac{l_{ij}^0}{q_{ij}}, \quad (4)$$

其中 l_i^c 为晶体学空间中第 i 个取向单元内真实的晶界长度(假定晶界面随机取向时, 平均落入晶体学空间中每个取向单元内的真实的晶界长度为 1); m 和 l_{ij}^0 分别为落入晶体学空间中第 i 个取向单元内晶界的数量和其中第 j 条晶界的长度, q_{ij} 为第 j 条晶界在样品坐标系中所关联晶粒的晶体取向强度因子; l_i^{0c} 为晶体学空间中第 i 个取向单元内经晶体织构修正后的晶界长度; $\langle l^0 \rangle$ 为晶体学空间中每个取向单元内平均的晶界长度; Z 为每个取向单元在经(或纬)度方向上的最近邻数, 等于 2; D 为 90° 角度范围内的取向单元数, 通常为 9.

通常用 $\lambda(\Delta g, n)$ 表示给定取向差的晶界面择优取向, 用 $\lambda(n)$ 表示包含所有取向差晶界(即全部晶界)在内的全谱晶界面择优取向. 为了便于分析, 往往把 $\lambda(\Delta g, n)$ 或 $\lambda(n)$ 投影在晶体学空间的某一晶面内, 立方材料一般投影在(0 0 1)晶面内、六方材料投影在

(0 0 1)晶面内, 并以此来确定晶界面取向 $\{h k l\}$. 通常以晶界面随机取向时的取向强度的倍数(multiple of random distribution, MRD)来表示实际的晶界面择优取向强度. 在进行全谱晶界面取向分析时, 当 $\lambda(n)$ 值大于 1.1 MRD 时, 可判定为晶界面取向分布存在很强的择优性. 在进行给定取向差晶界面取向分析时, $\lambda(\Delta g, n)$ 值通常都较大, 这是因为纳入统计的任一取向差的晶界数量一般都远少于包含全部取向差在内的全谱晶界数量.

3 结果及讨论

上文已经提到, 晶界是材料微观组织结构的基本单元, 晶界面择优取向应与材料的显微组织结构特征存在关联. 本文将首先给出冷轧变形高纯铝再结晶晶粒组织特征(包括晶粒大小和晶体织构)和晶界组成(包括 OIM 晶界类型分布和晶界取向差分布)特征等重要结果, 在此基础上, 集中讨论晶界面择优取向的基本规律, 并对晶界面择优取向的形成原因给出合理解释.

3.1 再结晶晶粒组织

从图 1 的 OIM 和 BC 显微组织可以看到, 冷轧变形高纯铝在 330°C 退火 15 min 已经完成了再结晶

图 1 冷轧变形高纯铝经 330°C 退火后的 OIM 显微组织(a), (c), (d)和菊池带衬度(BC)显微组织(b)

(a)和(b) $330^\circ\text{C}/15 \text{ min}$; (c) $330^\circ\text{C}/30 \text{ min}$; (d) $330^\circ\text{C}/60 \text{ min}$

(图 1(a)和(b)). 此时, 虽形成了个别尺寸较大的晶粒, 但总体上晶粒组织细小均匀, 平均晶粒尺寸约 $5\ \mu\text{m}$, 晶粒尚未等轴化, 多数三叉晶界两两之间不具有 120° 关系, 这是典型的初次再结晶组织. 延长退火时间至 $30\ \text{min}$, 晶粒明显长大(图 1(c)), 此时, 平均晶粒尺寸约 $8\ \mu\text{m}$, 晶粒组织不均匀, 表现为有些区域晶粒较大(图 1(c)右下角), 有些区域晶粒仍细小(图 1(c)左上角), 这是晶粒长大进程组织, 也有人称之为晶粒聚合长大中间组织^[21]. 进一步延长退火时间至 $60\ \text{min}$, 晶粒显著长大(图 1(d)), 此时, 平均晶粒尺寸达到 $22\ \mu\text{m}$, 晶粒组织均匀, 晶粒已完成等轴化, 多数三叉晶界两两之间具有 120° 关系, 这是一种稳定的再结晶组织. 另外, 对照取向反极图(图 1(d)右下角)可知, 冷轧变形高纯铝在 330°C 退火后形成了 $\{1\ 1\ 0\}/\text{ND}$ 织构, 该织构也是冷轧变形高纯铝中的主要织构组分^[22].

从图 2 的 ODF 截面图可见, 冷轧变形高纯铝在 330°C 退火 $15\ \text{min}$ 后(图 2(a))形成了很强的 $\{1\ 1\ 0\}$ $\langle 1\ 1\ 2 \rangle$ 黄铜织构(Brass), 该织构在约 30° 范围内存在慢散, 但绝大部分晶粒的取向很集中, 偏离 $\{1\ 1\ 0\}$ $\langle 1\ 1\ 2 \rangle$ 理想黄铜取向不超过 8° (图 2(a)中的红色区域). 退火时间达到 $30\ \text{min}$ 时(图 2(b)), 黄铜织构仍然存在, 但其强度已显著降低, 最强织构是 R 织构 $\{1\ 2\ 4\}$ $\langle 2\ 1\ 1 \rangle$, 该织构与黄铜织构之间存在 $\langle 9\ 1\ 6 \rangle/22.2^\circ$ 取向差关系. 此时, 出现了强度很弱的 $\{1\ 0\ 0\}$ $\langle 0\ 0\ 1 \rangle$ 立方织构(Cube), 该织构与黄铜型织构以及 $\{1\ 2\ 4\}$ $\langle 2\ 1\ 1 \rangle$ 织构(R 织构)之间均存在大角度取向差关系. 退火时间达到 $60\ \text{min}$ 时(图 2(c)), 黄铜织构继续存在, 其强度已经很低. 此时, 形成了较强的 $\{0\ 1\ 1\}$ $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ 高斯织构(Goss)和强的 $\{0\ 2\ 3\}$ $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ 织构, 这两个织构之间存在 $\langle 1\ 0\ 0 \rangle/12^\circ$ 小角度取向差关系, 它们与黄铜织构之间均存在大角度取向差关系. 由此可见, 冷轧变形高纯铝在 330°C 退火过程中, 随着退火时间的延长, 其晶体织构的变化规律是: 由单一集中的黄铜织构向黄铜织构与 $\{0\ 2\ 1\}$ $\langle 4\ 1\ 2 \rangle$ 织构共存以及黄铜织构与高斯织构和 $\{0\ 2\ 3\}$ $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ 织构共存的状态发展, 在这个过程中, 织构之间的取向差在增大, 织构的最大取向强度在减小. 显然, 高纯铝中所出现的上述再结晶织构组分与铝合金再结晶组织中同时出现黄铜型织构、高斯织构和 S 织构($\{1\ 2\ 3\}$ $\langle 6\ 3\ 4 \rangle$)的情形是不同的^[23,24].

3.2 再结晶晶界组成

从图 3 的 OIM 晶界类型分布图可知, 冷轧变形高纯铝在 330°C 退火 $15\ \text{min}$ 后, 其再结晶晶界组成中, 取向差介于 $2^\circ\sim 8^\circ$ 和 $8^\circ\sim 15^\circ$ 的 LAB 分别占到 55% 和 19.4% (长度百分比, 下同), 而取向差大于 15° 的 HAB 只占 1/4; 退火 $30\ \text{min}$ 后取向差介于 $2^\circ\sim 8^\circ$ 的 LAB 显著减少, 而取向差介于 $8^\circ\sim 15^\circ$ 的 LAB 及取向差大于 15° 的 HAB 则明显增加, 这一趋势一直保持至退火 $60\ \text{min}$. 这一结果与前文 3.1 节给出的晶体织构分布是一致的. 另外, 从图 3(a)和(b)中可以看到大量的由取向差为 $2^\circ\sim 15^\circ$ 的 LAB 连接而成的细晶团簇, 这可能是由一种亚晶合并和亚晶长大的所谓连续再结晶行为所形成的组织^[25,26], 这与纯铝因层错能较高、形变及退火过程中位错易于交滑移, 且位错容易被排出晶内有关. 由于高纯铝在轧制变形过程很容易发生动态再结晶^[25,26], 很难捕捉其部分再结晶组织, 因此, 有关本文所涉及到的高纯铝的确切再结晶机制, 在此尚不能作过多论述, 这不影响本文重点对高纯铝再结晶晶界面择优取向问题的分析. 图 4 是对应于图 3 的晶界取向差分布直方图(该图是依据立方晶体对称性把所有晶界的取向差都约化到 Frank-Rodrigus 空间^[27,28]基区内给出的结果, 因此, 其横坐标取向差的最大值为 62.8°).

3.3 再结晶晶界面择优取向

图 5 是包含所有晶界在内的全谱 $\lambda(n)$ 在 $(0\ 0\ 1)$ 晶面投影的结果. 可以看到冷轧变形高纯铝在 330°C 退火 $15\ \text{min}$ 后, 其晶界面主要分布在 $\{2\ 2\ 3\}$ 晶面上, 即晶界面择优取向在 $\{2\ 2\ 3\}$ 晶面上(图 5(a)); 延长退火时间至 $30\ \text{min}$, 晶界面在 $\{2\ 2\ 3\}$ 晶面上的择优取向显著减弱, 此时, 晶界面主要择优取向在 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面上(图 5(b)); 进一步延长退火时间至 $60\ \text{min}$, 晶界面在 $\{2\ 2\ 3\}$ 和 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面上的取向均消失, 取而代之的是晶界面集中地择优取向在 $\{1\ 0\ 0\}$ 晶面上(图 5(c)). 这是一个很有趣的结果! 对此, 再来看图 3 和 4, 冷轧变形高纯铝在 330°C 退火后, 其晶界组成中取向差介于 $2^\circ\sim 15^\circ$ 的 LAB 占总晶界比例很高, 即便是在退火 $60\ \text{min}$ 的样品中, LAB 的比例仍接近 50%. 由图 6 给出的再结晶退火后取向差介于 $2^\circ\sim 15^\circ$ 的 LAB 晶界面的择优取向结果可以清楚地看到, 上述晶界面择优取向的变化与 LAB 晶界面择优取向的变化是完全一致的. 也就是说 LAB 晶界面择优取向的

图 2 冷轧变形高纯铝经 330℃退火后的 ODF 截面图

(a) 330℃/15 min; (b) 330℃/30 min; (c) 330℃/60 min

改变决定着样品整体晶界面择优取向的变化。新的问题是，在再结晶晶界组成中，为什么 LAB 晶界会成为晶界主体且退火过程中 LAB 晶界面择优取向为什么先从 $\{2\ 2\ 3\}$ 转变到 $\{1\ 1\ 1\}$ 、再从 $\{1\ 1\ 1\}$ 转变到 $\{1\ 0\ 0\}$ 晶面上？这需从形变金属在退火过程中的

再结晶和晶界迁移行为以及晶体晶面能的大小和晶体组织分布等方面加以解释。

如前文所述，高层错能的高纯铝在轧制变形后的退火过程中，可能是通过一种连续再结晶机制完成再结晶^[25,26]。而所谓连续再结晶是指变形组织在

图3 冷轧变形高纯铝经 330℃退火后的 OIM 晶界重构图
(a) 330℃/15 min; (b) 330℃/30 min; (c) 330℃/60 min. 灰色、黑色和红色线条分别代表取向差为 2°~8°, 8°~15°和大于 15°的晶界

保持其晶体取向不发生显著改变的前提下, 通过多交滑移, 将位错排出亚晶体内, “干净”的亚晶(指亚晶内部位错很少)通过亚晶界的迁移或相邻亚晶之间的聚合形成再结晶晶粒. 这与通常的通过在形变基体形核及核心长大生成再结晶晶粒的所谓不连续再结晶有很大不同. 由于亚晶之间的取向差很小, 初次再结晶组织中, 晶粒之间多为 LAB 晶界且平均晶粒尺寸较

图4 冷轧变形高纯铝经 330℃退火后的晶界取向差分布

(a) 330℃/15 min; (b) 330℃/30 min; (c) 330℃/60 min

小^[29~31], 本文得到的初次再结晶组织显然也具备这种特征(图 3(a)和(b)). 在初次再结晶组织中(冷轧后在 330℃退火 15 min), LAB 晶界面择优取向于{2 2 3}晶面上的事实应与此时形成的单一的{1 1 0} <1 1 2>黄铜织构有关. 这需要参照具体的晶体学坐标系来分析这一问题. 如图 7(a)所示, 在立方单胞中, 4 个{2 2 3}晶面即(2 -2 3), (2 -2 -3), (-2 2 -3)和(-2 2 3)均在[1 1 0]晶带内; 当相邻 2 个晶粒的晶体取向落入图 2(a)的红色区域时, 这 2 个晶粒均具有黄铜取向, 但会存在 1 个绕[1 1 0]转动不大于 8°的取向差. 此时, 晶界面取向在{2 2 3}晶面上就会形成 1 个(1 1 0)倾侧型小角度晶界. 这类晶界具有相对较低的能量^[32], 它们的形成符合材料热力学基本规律. 当然, 如前文所述,

图5 冷轧变形高纯铝经 330℃退火后的全谱晶界面取向分布(投影在(0 0 1)晶面内)

(a) 330℃/15 min; (b) 330℃/30 min; (c) 330℃/60 min

每 1 个晶界面应有 $\{h_1 k_1 l_1\}$ 和 $\{h_2 k_2 l_2\}$ 2 个取向, 本文只得到晶界面择优取向在 $\{2\ 2\ 3\}$ 晶面上的结果表明, 在众多 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 倾侧型小角度晶界中, 只存在晶界一侧晶粒之晶界面的择优取向性; 换句话说, 在众多 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 倾侧型小角度晶界中, 不存在具有特定界面匹配且明显择优取向的晶界. 这是一个值得重点关注的现象!

在初次再结晶基础上延长退火时间至 30 min 时, LAB 晶界面择优取向由 $\{2\ 2\ 3\}$ 转向 $\{1\ 1\ 1\}$ 的原因应

图6 冷轧变形高纯铝经 330℃退火后的取向差为介于 2°~15°的 LAB 晶界面取向分布(投影在(0 0 1)晶面内)

(a) 330℃/15 min; (b) 330℃/30 min; (c) 330℃/60 min

结合此时的显微组织特征、晶体结构及晶面能三者进行分析. 由图 1(b)可知, 在退火 30 min 的样品中, 其显微组织的主要特征是出现了晶粒长大组织, 在所测试的多个区域中有 50%~70%的面积是晶粒尺寸显著偏大的晶粒长大组织, 其余部分仍是尚未发生晶粒长大的由 LAB 连接而成的细晶团簇, 即仍是初次再结晶组织. 进一步由图 1 和 2 可知, 该样品中出现的最强 $\{1\ 2\ 4\}$ $\langle 2\ 1\ 1 \rangle$ 织构(R 织构)和较弱的立方织构对应于晶粒长大组织, 而较强的黄铜织构仍然对应

图 7 立方晶体晶带示意图

(a) $[1\ 1\ 0]$ 晶带; (b) $[1\ 0\ 0]$ 晶带

于初次再结晶组织. 由于其晶粒十分细小, 具有黄铜织构之初次再结晶组织中的 LAB 仍然是该样品中晶界的主体部分, 其晶界面择优取向的变化也与这些 LAB 的行为直接相关. 正如前文分析的那样, $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面也处在 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 晶带中, 在具有黄铜织构的初次再结晶组织中晶界面择优取向在 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面上也可形成能量较低的倾侧型小角度晶界(图 7(a)). 相比于退火 15 min, 退火 30 min 的样品中, LAB 晶界面取向由 $\{2\ 2\ 3\}$ 晶面向 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面转变, 说明 $\{1\ 1\ 1\}$ 比 $\{2\ 2\ 3\}$ 具有更低的晶面能, 这与 Wen 和 Zhang^[33] 的计算结果是一致的(其计算认为: 面心立方晶体晶面能由小到大的顺序是 $\gamma\{111\} < \gamma\{100\} < \gamma\{110\}$, $\{2\ 2\ 3\}$ 属于高指数晶面, 其能量应高于 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面). 这个结果进一步说明, 在具有黄铜织构的初次再结晶组织中 LAB 晶界面在 $\{2\ 2\ 3\}$ 晶面上的取向只是一种过渡状态, 比较稳定的晶界面取向应是 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面. 另外, 从图 5(b) 可以清晰地看到, 在退火 30 min 的样品中, 晶界面虽主要取向在 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面上, 但还是有一定数量的晶界面取向在 $\{2\ 2\ 3\}$ 晶面上. 这一现象存在两种可能的情形, 一是取向在 $\{2\ 2\ 3\}$ 晶面上的晶界面尚未来得及向 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面转化; 二是存在一定数量的具有 $\{1\ 1\ 1\}/\{2\ 2\ 3\}$ 特定界面匹配的小角度晶界存

在, 因为 $\{1\ 1\ 1\}/\{1\ 1\ 0\}$ 和 $\{2\ 2\ 3\}/\{1\ 1\ 0\}$ 这两种晶体取向之间存在 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle/11.42^\circ$ 小角度取向差关系. 当然, 在退火过程中小角度晶界面是如何由 $\{2\ 2\ 3\}$ 取向转变为 $\{1\ 1\ 1\}$ 取向? 这是有待进一步深入研究并阐明的问题.

当退火时间由 30 延长至 60 min 时, LAB 晶界面的分布又由低能的 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面转至较高能的 $\{1\ 0\ 0\}$ 晶面上. 这是一个值得关注的现象. 如果认为前文提及的 Wen 和 Zhang^[33] 的计算是正确的(实际上已有多次报道^[34-36]: 面心立方晶体中 $\{1\ 1\ 1\}$ 与 $\{1\ 0\ 0\}$ 相比, 前者的晶面能更低), 那么比较合理的解释是, 相比于晶面能, 晶体织构对 LAB 晶界面择优取向有更大的影响. 从图 1(c) 和图 2(c) 可见, 在退火 60 min 的样品中, 晶体织构已发生了重大改变, 主要是形成了强的 $\{0\ 2\ 3\}/\{1\ 0\ 0\}$ 织构和较强的高斯织构, 黄铜织构的强度已经很弱, 并且黄铜织构不再对应于 LAB 细晶团簇, 而是对应于已经长大的具有黄铜取向的分散晶粒. 此时, 已经观察不到具有黄铜织构特征的 LAB 细晶团簇, 此时的 LAB 表现为长而直、并与 HAB 共同构成晶界网络的形貌, 这表明之前的 LAB 细晶团簇(图 3(a) 和 (b)) 已发生了根本性的变化; 此时的 LAB 一方面可能仍来自于 LAB 细晶团簇合并的结果, 另一方面可能更多地来自于晶粒长大过程中取向相近晶粒之间相遇的结果, 例如具有 $\{0\ 2\ 3\}/\{1\ 0\ 0\}$ 强织构取向之晶粒与具有 $\{0\ 1\ 1\}/\{1\ 0\ 0\}$ (高斯) 较强织构取向之晶粒的相遇. 由于这两种织构之间存在 $\langle 1\ 0\ 0 \rangle/12^\circ$ 小角度取向差关系, 且 $\{1\ 0\ 0\}$ 处在 $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ 晶带之内, 这两种织构所关联的 LAB 的晶界面择优取向在 $\{1\ 0\ 0\}$ 上同样可形成能量较低的倾侧型小角度晶界^[32](图 7(b)). 这与前文解释退火 15 和 30 min 两个样品中 LAB 晶界面择优取向结果所依据的理论是一致的. 在此, 需要特别指出, 尽管 $\{1\ 1\ 1\}$ 的晶面能比 $\{1\ 0\ 0\}$ 低, 但它并不处在 $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ 晶带之内, 在 $\{0\ 2\ 3\}/\{1\ 0\ 0\}$ 织构和高斯织构共存的前提下, LAB 晶界面取向在 $\{1\ 1\ 1\}$ 上不能形成低能的倾侧型小角度晶界. 由此可见, 晶体织构对晶界面择优取向的影响要大于晶面能. Moravic 等人^[37]曾报道了 Fe-3%Si 合金中重位点阵(coincidence site lattice, CSL)晶界比例受到晶体织构影响的结果, 晶体织构对晶界面择优取向的影响更是值得进一步研究的问题.

冷轧变形高纯铝的再结晶晶界组成中也有一定比例的 HAB, 考察 HAB 在退火(晶粒长大)过程中晶

界面择优取向的变化规律可以更加全面地掌握该金属再结晶晶界面择优取向的特征。由图 3 和 4 可见, 在退火 15 和退火 30 min 的两个样品中, 取向差介于 $50^{\circ}\sim 60^{\circ}$ 的晶界是 HAB 的主体部分; 而退火 60 min 的样品中, 取向差介于 $20^{\circ}\sim 40^{\circ}$ 的晶界是 HAB 的主体部分。由图 8 和 9 可见, 取向差为 $[1\ 1\ 0]/50^{\circ}\sim 60^{\circ}$ 的 HAB 的晶界面择优取向相对比较集中, 晶界面主要分布在 $[1\ 1\ 0]$ 晶带内的各晶面上, 形成倾侧型晶界(图 8(a), (b)和图 9(a), (b)中处于 $[1\ 1\ 0]$ 晶带大圆上的红色区域), 也有一部分晶界面择优取向于其它晶面上形成混合型晶界(图 8(a), (b)和图 9(a), (b)中的绿色区域), 其取向强度的最大值接近 10MRD; 取向差为 $[1\ 1\ 1]/50^{\circ}\sim 60^{\circ}$ 的 HAB 的晶界面择优取向很集中, 晶界面主要取向在 $(1\ 1\ 1)$ 晶面上并向周围漫散, 主要形成 $[1\ 1\ 1]$ 扭转型晶界(图 8(c), (d)和图 9(c), (d)). 随退火时间由 15 延长至 30 min, 这种扭转型晶界取向更加集中, 其取向强度的最大值也由约 7MRD 变为约 22MRD。这里, 取向差为 $[1\ 1\ 1]/60^{\circ}$ 的 HAB 即是我们熟悉的 $\Sigma 3$ 晶界^[38-40], 将在下文进一步讨论。由图 10 可见, 在退火 60 min 的样品中, 取向差为 $[1\ 0\ 0]/20^{\circ}$

的 HAB 主要分布于 $(0\ 1\ 0)$ 和 $(0\ 0\ 1)$ 晶面上(图 10(a)), 对全谱统计得到的晶界面择优取向在 $\{1\ 0\ 0\}$ 晶面上的结果(图 5(c))有一定贡献; 取向差为 $[1\ 0\ 0]/30^{\circ}$ 和 $[1\ 0\ 0]/40^{\circ}$ 的 HAB 的晶界面择优取向最大强度分别为 0.43MRD 和 0.33MRD(图 10(b)和(c)), 可以忽略; 取向差为 $[1\ 1\ 0]/20^{\circ}$ 的 HAB 主要是取向在 $(-4\ 4\ 3)$, $(-1\ 1\ 7)$, $(1\ -1\ 2)$ 和 $(4\ -4\ 1)$ 晶面上的倾侧晶界和取向在其它晶面上的混合晶界(图 10(d)), 其取向强度的最大值超过 6 MRD; 取向差为 $[1\ 1\ 0]/30^{\circ}$ 和 $[1\ 1\ 0]/40^{\circ}$ 的 HAB 主要为混合型晶界, 其晶界面择优取向的最大值偏小, 分别为 1.82 MRD 和 0.84 MRD(图 10(e)和(f)); 取向差为 $[1\ 1\ 1]/20^{\circ}\sim 40^{\circ}$ 的 HAB 主要是混合晶界(图 10(g)和(i)), 随着取向差由 20° 转变到 40° , 晶界面取向由 $\{1\ 0\ 5\}$ 转变到 $\{5\ 12\ 10\}$, 其取向强度均大于 3 MRD。当然, 取向差为 $[1\ 1\ 1]/30^{\circ}$ 的 HAB 还存在晶界面取向在 $(1\ 1\ 1)$ 上的扭转晶界。综合考虑上述各取向差条件下晶界面的取向强度, 并再次归纳图 8~10 的结果可见, 对于退火 15~30 min 的样品, 其 HAB 主要是取向差为 $[1\ 1\ 1]/50^{\circ}\sim 60^{\circ}$ 的扭转晶界, 即晶界面主要取向在 $(1\ 1\ 1)$ 晶面上; 对于退

图 8 冷轧变形高纯铝经 330°C 退火 15 min 后 HAB 晶界面取向分布(投影在 $(0\ 0\ 1)$ 晶面内)

(a) $[1\ 1\ 0]/50^{\circ}$; (b) $[1\ 1\ 0]/60^{\circ}$; (c) $[1\ 1\ 1]/50^{\circ}$; (d) $[1\ 1\ 1]/60^{\circ}$

图9 冷轧变形高纯铝经 330℃退火 30 min 后 HAB 晶界面取向分布(投影在(0 0 1)晶面内)

(a) [1 1 0]/50°; (b) [1 1 0]/60°; (c) [1 1 1]/50°; (d) [1 1 1]/60°

火 60 min 的样品, 其 HAB 既有[1 0 0]/20°和[1 1 0]/20°倾侧型晶界, 也有取向差为[1 1 1]/20°~40°且晶界面择优取向在{1 0 5}和{5 12 10}上混合型晶界, 还有[1 1 1]/30°的扭转晶界。

最后, 需要特别注意的是在再结晶退火过程中取向差为[1 1 1]/60°的 $\Sigma 3$ 晶界的演化。首先, 从图 4 可以看到, 冷轧变形高纯铝再结晶退火 15 min 时, $\Sigma 3$ 晶界的比例很低(图 4(a)), 不足 1%。当退火时间达到 30 min 时, $\Sigma 3$ 晶界的比例显著增加至 5%(图 4(b))。虽然这一比例远低于诸如奥氏体钢等中低层错能面心立方金属再结晶组织中 $\Sigma 3$ 晶界的比例^[41,42], 但二者中 $\Sigma 3$ 晶界比例的显著增加都与小角度晶界的行为密切相关。当进一步延长退火时间至 60 min 时, $\Sigma 3$ 晶界的比例又降低到不足 1%(图 4(c)), 这可以归因于晶粒长大过程中一般大角度晶界(HAB 晶界)的“扫除”作用^[42]。其次, 由图 8(d), 图 9(d)以及图 11 可以看到, 在退火 15 min 的样品中, $\Sigma 3$ 晶界不仅比例很低, 而且其晶界面取向也漫散分布在(1 1 1)晶面周围, 非共格成分较多。在退火 30 min 的样品中, $\Sigma 3$ 晶界比例显著提高, 其晶界面取向仍然漫散分布在

(1 1 1)晶面周围, 非共格成分仍然较多。在退火 60 min 的样品中, $\Sigma 3$ 晶界比例显著降低, 其晶界面取向集中分布在(1 1 1)晶面上, 共格成分为主。这说明冷轧变形高纯铝在退火过程中最早形成的 $\Sigma 3$ 晶界以非共格型为主, 在进一步退火过程中, 这些非共格 $\Sigma 3$ 晶界可以演化为共格型 $\Sigma 3$ 晶界, 即共格孪晶界。这与分子动力学模拟结果^[20,43]是一致的。

4 结论

1) 冷轧变形高纯铝经 330℃退火后, 其再结晶晶界组成中小角度晶界是所有晶界的主体部分, 小角度晶界面的择优取向决定着材料总体晶界面的择优取向行为。在再结晶退火过程中, 晶体结构由{1 1 0}<1 1 2>黄铜织构为主转变为以{0 1 1}<1 0 0>高斯织构和{0 2 3}<1 0 0>织构共存为主, 受晶面能和晶体结构的影响, 小角度晶界一般择优取向于可形成能量较低的倾侧型小角度晶界所对应的晶面上, 表现为由最初的{2 2 3}依次转变到{1 1 1}和{1 0 0}晶面上。

2) 对于在退火过程中形成的一般大角度晶界而

(a) [1 0 0]/20°; (b) [1 0 0]/30°; (c) [1 0 0]/40°; (d) [1 1 0]/20°; (e) [1 1 0]/30°; (f) [1 1 0]/40°; (g) [1 1 1]/20°; (h) [1 1 1]/30°; (i) [1 1 1]/40°

图 11 冷轧变形高纯铝经 330℃退火 60 min 后 $\Sigma 3$ 晶界面取向分布(投影在(0 0 1)晶面内)

言, 有两种情形: 一是当退火时间在 30 min 以内时, 一般大角度晶界主要是取向差为 $[1\ 1\ 1]/50^\circ \sim 60^\circ$ 的扭转晶界, 即晶界面择优取向在 $(1\ 1\ 1)$ 晶面上; 二是当退火时间达到 60 min 时, 一般大角度晶界既有 $[1\ 0\ 0]/20^\circ$ 和 $[1\ 1\ 0]/20^\circ$ 倾侧型晶界, 也有取向差为 $[1\ 1\ 1]/20^\circ \sim 40^\circ$ 且晶界面择优取向于 $\{1\ 0\ 5\}$ 和 $\{5\ 12\ 10\}$ 晶面上的混合型晶界, 还有取向差为 $[1\ 1\ 1]/30^\circ$ 的晶界面取向于 $\{1\ 1\ 1\}$ 晶面上的扭转型晶界。

3) 在再结晶退火过程中, 也可产生 $\Sigma 3$ 晶界, 但这类晶界占总晶界的比例远低于其他中低层错能金属. 在晶粒长大过程中, $\Sigma 3$ 晶界比例在迅速降低, 其晶界面则集中取向在 $\{111\}$ 晶面上.

致谢 在有关晶界面取向五参数表征工作中得到了美国卡内基梅隆大学(Carnegie Mellon University, CMU)材料科学与工程系 Gregory S Rohrer 教授的热情帮助, 在此表示诚挚的谢意!

参考文献

- Goss N P. New development in electrical strip steels characterized by fine grain structure approaching the properties of a single crystal. *Trans Am Soc Metals*, 1935, 23: 511–544
- 刘文西, 黄孝英, 陈玉如. 材料结构电子显微分析. 天津: 天津大学出版社, 1989. 261
- Phaneuf M W. Application of focused ion beam microscopy to materials science specimens. *Micron*, 1999, 30: 277–288
- Adams B L, Wright S I, Kunze K. Orientation imaging: The emergence of a new microscopy. *Metall Trans A*, 1993, 24A: 819–830
- Dunn D N, Shiflet G J, Hull R. Quantitative three-dimensional reconstruction of geometrically complex structures with nanoscale resolution. *Rev Sci Instrum*, 2002, 73: 330–312
- Rohrer G S, Saylor D M, Dasher B E, et al. The distribution of internal interfaces in polycrystals. *Z Metall*, 2004, 95: 197–214
- Saylor D M, Dasher B E, Adams B L et al. Measuring the five-parameter grain-boundary distribution from observation of planar sections. *Metall Mater Trans A*, 2004, 35A: 1981–1989
- Papillon F, Wynblatt P, Rohrer G S. Segregation of calcium to magnesium oxide grain boundaries. *Mater Sci Forum*, 2004, 467–470: 789–794
- Kim C S, Hu Y, Rohrer G S, et al. Five-parameter grain boundary distribution in grain boundary engineered brass. *Scripta Mater*, 2005, 52: 633–637
- Wang W G, Zhou B X, Rohrer G S, et al. Textures and grain boundary character distributions in a cold rolled and annealed Pb-Ca based alloy. *Mater Sci Eng A*, 2010, 527: 3695–3706
- Beladi H, Rohrer G S. The distribution of grain boundary planes in IF steel. *Metall Mater Trans A*, 2013, 44A: 115–124
- Beladi H, Rohrer G S, Rollett A D, et al. The Distribution of intervariant crystallographic planes in a lath martensite using five macroscopic parameters. *Acta Mater*, 2014, 63: 86–98
- 方晓英, 刘志勇, 秦聪祥, 等. 多向锻造和单向轧制 304 不锈钢高温退火后的晶界面分布. *金属学报*, 2012, 48: 895–906
- Sutton A P, Balluffi R W. *Interfaces in Crystalline Materials*. Oxford: Clarendon Press, 1995. 20
- Murr L E. Energetics of grain-boundary triple junctions and corner-twinned junctions: Transmission electron microscope studies. *J Appl Phys*, 1968, 39: 5557–5566
- King A H. The geometric and thermodynamic properties of grain boundary junctions. *Interf Sci*, 1999, 7: 251–271
- 毛卫民, 杨平, 陈冷. 材料织构分析原理与检测技术. 北京: 冶金工业出版社, 2008. 172
- Asad U, Liu Q G, Wang H, et al. Optimal approach of three-dimensional microstructure reconstructions and visualizations. *Mater Express*, 2013, 3: the cover pages, 99–184
- 余永宁, 刘国权. 体视学—组织定量分析的原理和应用. 北京: 冶金工业出版社, 1989. 56
- 董垒, 王卫国. 纯铜[0 1 -1]倾侧型非共格 $\Sigma 3$ 晶界结构稳定性分子动力学模拟研究. *物理学报*, 2013, 62: 156102
- 哈宽富. 金属力学性质的微观理论. 北京: 科学出版社, 1983. 474
- 张新明, 蒋红辉, 肖亚庆, 等. 润滑剂对高纯铝形变织构的影响. *中国有色金属学报*, 2001, 11: 785–790
- Liu W C, Zhai T, Morris J G. Comparison of recrystallization and recrystallization textures in cold-rolled DC and CC AA5182 aluminum alloys. *Mater Sci Eng A*, 2003, 358: 84–93
- Liu J T, Morris J G. Recrystallization microstructures and textures in AA5052 continuous cast and direct chill cast aluminum alloy. *Mater Sci Eng A*, 2004, 385: 342–351
- Jazaeri H, Humphreys F J. The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminum alloys: II-annealing behavior. *Acta Mater*, 2004, 52: 3251–3262
- Engler O, Hub M Y. Evolution of the cube texture in high purity aluminum capacity foils by continuous recrystallization and subsequent grain growth. *Mater Sci Eng A*, 1999, 271: 371–381
- Frank F C. Orientation Mapping. *Metall Trans A*, 1988, 19A: 403–408
- Field D P. On the asymmetric domain of cube misorientations. *Scripta Metall Mater*, 1995, 32: 67–70
- Ahlborn H, Hornbogen E, Koster U. Recrystallisation mechanism and annealing texture in aluminum-copper alloys. *J Mater Sci*, 1969, 4: 944–950
- Musin F, Belyakov A, Kaibyshev R, et al. Microstructure evolution in a cast 1421Al alloy during hot equal-channel angular extrusion. *Rev Adv Mater Sci*, 2010, 25: 107–112
- Sakai T, Belyakov A, Kaibyshev R, et al. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Prog Mater Sci*, 2014, 60: 130–207

- 32 Kirch D M, Jannot E, Barrales-Mora L A, et al. Inclination dependence of grain boundary energy and its impact on the faceting and kinetics of tilt grain boundaries in aluminum. *Acta Mater*, 2008, 56: 4998–5011
- 33 Wen Y N, Zhang J M. Surface energy calculation of fcc metals by using the MAEAM. *Solid State Commun*, 2007, 144: 163–167
- 34 Wolf D. Structure-energy correlation for grain boundaries in F.C.C. metals-I. Boundaries on the (1 1 1) and (1 0 0) planes. *Acta Metall*, 1989, 37: 1983–1993
- 35 Wolf D. Structure-energy correlation for grain boundaries in F.C.C. metals-III. Symmetrical tilt boundaries. *Acta Metall Mater*, 1990, 38: 781–790
- 36 Li J, Dillon S J, Rohrer G S. Relative grain boundary area and energy distributions in nickel. *Acta Mater*, 2009, 57: 4304–4311
- 37 Moravic A, Szpunar J A, Hinz D C. Texture influence on the frequency of occurrence of CSL-boundaries in polycrystalline materials. *Acta Metall Mater*, 1993, 41: 2825–3832
- 38 Brandon D G. The structure of high-angle grain boundaries. *Acta Met*, 1966, 14: 1479–1484
- 39 Ranganathan S. On the geometry of coincidence-site lattice. *Acta Cryst*, 1966, 21: 197–199
- 40 Lin P, Palumbo G, Erb U, et al. Influence of grain boundary character distribution on sensitization and intergranular corrosion of alloy 600. *Scr Metall Mater*, 1995, 33: 1387–1392
- 41 Lee S L, Richards N L. Influence of long term annealing on grain boundary character distributions in nickel. *Mater Sci Eng A*, 2005, 405: 74–85
- 42 王卫国, 周邦新, 冯柳, 等. 冷轧变形 Pb-Ca-Sn-Al 合金在回复和再结晶过程中的晶界特征分布. *金属学报*, 2006, 42: 715–721
- 43 Wang W G, Dai Y, Li J H, et al. An atomic-level mechanism of annealing twinning in copper observed by molecular dynamics simulation. *Cryst Growth Des*, 2011, 11: 2928–2934

Preferred orientation of grain boundary plane in recrystallized high purity aluminum

WANG WeiGuo^{1,2}, LIN Chen¹, LI GuangHui¹, HUA NengBin¹, ZHOU BangXin², FANG XiaoYing³,
DAI PinQiang¹ & CHEN WenZhe¹

¹ School of Materials Science and Engineering, Fujian University of Technology, Fuzhou 350118, China;

² Materials Institute, Shanghai University, Shanghai 200072, China;

³ School of Mechanical Engineering, Shandong University of Technology, Zibo 255049, China

Compared with the research of preferred orientation of crystals (crystallographic texture) which started nearly a century ago, preferred orientation of grain boundary plane in polycrystalline materials is a lately proposed research direction with the development of five parameter analysis which is based on electron backscatter diffraction and stereological method. Systematic investigations into the preferred orientation of grain boundary plane and in-depth understanding on their evolution natures will be important to the manipulation of the microstructures of desired properties. In current paper, high purity aluminum (99.99 wt%) samples were cold rolled with 85% thickness reduction followed by a recrystallization annealing at 330°C for 15–60 minutes and then the grain boundary plane orientations were studied. The results indicate there indeed exist preferred orientations of grain boundary planes in the recrystallized microstructure and the preferred orientation evolves sequentially from {2 2 3} to {1 1 1} and {1 0 0} planes during grain growth. Further discussion points out the recrystallization of high purity aluminum after cold rolling could be a so-called continuous recrystallization which involves sub-grain coalescence and sub-grain growing, and low angle grain boundary (mis-orientation angles ranging from 2° to 15°) constitutes the main part of the entire grain boundaries in the recrystallized microstructure. During grain growth, the crystallographic texture evolves from {1 1 0}<1 1 2> (Brass) to {0 1 1}<1 0 0> (Goss) and {0 2 3}<1 0 0> co-existed, and low angle grain boundary planes usually orient on the exact position of low energy tilt boundaries due to the effects of crystallographic texture and crystallographic plane energy. This is the reason for the regular evolution of the preferred orientation of grain boundary planes as observed.

high purity aluminum, cold rolling, recrystallization, grain boundary plane, preferred orientation

doi: 10.1360/N092014-00237