

文章编号: 1004-0609(2005)08-1173-06

冷轧高纯铝柱状晶粒的组织与微取向的不均匀性^①

邓运来, 张新明, 刘 瑛, 唐建国, 周卓平

(中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083)

摘 要: 采用光学显微术与 SEM-EBSD 技术观测了经 65% 压下量冷轧后高纯铝多晶体中不同取向柱状晶粒的微观组织与微取向图。结果表明: 形变晶粒各部分具有不同的转动趋势, 靠近晶界部分(BP)的转动角度小于远离晶界部分(IP)的; $\langle 001 \rangle // RD$ 取向的晶粒向 α 取向线聚集, 其 BP 与 IP 部分的转动角度相差 $5^\circ \sim 6^\circ$; $\langle 121 \rangle // ND$ 取向的晶粒向 β 取向线聚集, 其 BP 和 IP 部分的转动角度相差 $5^\circ \sim 12^\circ$; 这表明轧制变形晶粒各部分的微观组织与微取向分布与其初始取向和所处位置有关。

关键词: 高纯铝; 冷轧; 微观组织; 局部取向; 背散射电子衍射

中图分类号: TG 111.7; TG 146.2

文献标识码: A

Inhomogeneities of microstructures and micro-orientations in cold-rolled high purity Al columnar grains

DENG Yur-lai, ZHANG Xin-ming, LIU Ying, TANG Jian-guo, ZHOU Zhuo-ping

(School of Materials Science and Engineering,

Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: Deformation microstructures and micro-orientations in columnar grains with different orientations in a polycrystalline high purity Al cold-rolled up to 65% (thickness reduction) were investigated by optical microscopy (OM) and SEM-EBSD techniques. It is found that rotations are inhomogeneous within the individual grains, the rotation angles of the parts close to the initial boundaries (BP) are smaller than those remote from the boundaries (IP), as the deviation angles between the BP and IP are $5^\circ \sim 6^\circ$ in the grains with $\langle 001 \rangle // RD$ orientation leading to the rotation along the α -fiber, while the deviation angles are $5^\circ \sim 12^\circ$ in the grains with $\langle 121 \rangle // ND$ orientation rotating toward the β -fiber. These results demonstrate that the microstructures and local rotations of various parts within the rolled individual columnar grains are influenced by their initial orientations and localities.

Key words: high purity Al; cold rolling; microstructures; local orientations; EBSD

为了更好地控制金属材料的性能, 金属形变微观组织与取向演变一直受到人们的关注^[1, 2]。轧制变形时, 一方面, 每个晶粒需协调样品宏观上受到的板法向(ND)压缩与轧向(RD)延伸变形, 变形后的晶粒相应地在轧向上伸长, 同时晶粒内会出现不同形貌的形变带(Deformation bands, DB)^[3]; 另一方面, 晶粒的取向会发生变化并形成轧制织构。借

助于 X 射线衍射测算三维晶体取向分布函数(ODF)^[4], 对于 fcc 金属轧制织构已经有比较系统的研究^[5-8]。文献[9-14]报道了形变单晶和/或多晶体中形变晶粒内不均匀的组织形貌或局部取向分布, 虽然多晶体中晶粒间的初始晶界对微观组织与取向的演变起着重要作用, 但这方面的研究还鲜见报道。

① 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50231030; 50301016); 教育部博士点基金资助项目(2004053304); 国家高技术研究发展计划资助项目(2002AA327060)

收稿日期: 2005-01-19; 修订日期: 2005-05-09

作者简介: 邓运来(1969-), 男, 副教授, 博士研究生。

通讯作者: 邓运来; 电话: 0731-8830265, E-mail: luckdeng@mail.csu.edu.cn

便于跟踪变形后的初始晶界, 本文作者采用高纯铝(> 99.99%, 质量分数)多晶体的样品, 冷轧总压下量 65% 时截取试样, 运用光学金相(OM)与 SEM-EBSD 技术研究了初始晶界对晶粒内轧制不均匀转动、形变微观组织和局部取向分布的影响。

1 实验

从一个定向凝固高纯铝铸锭上截取样品, 尺寸为 $8.5\text{ mm} \times 30.0\text{ mm} \times 50\text{ mm}$, 图 1 所示为样品轧制前的宏观形貌(金相砂纸机械磨光, 用 75% HCl + 20% HNO₃ + 5% HF 腐蚀)。以轧制坐标系为参考(轧向-RD, 板横向-TD, 板法向-ND), 标示了被研究的 3 个晶粒(GA、GB 和 GC)的位置。在 ND 方向上 3 个被研究的柱状晶粒尺寸为 3~5 mm。室温下, 用 $d\ 130 \times 400\text{ mm}$ 的两辊轧机分 4 道次将样品轧至 3.0 mm, 厚度方向总压下量(r)约为 65%; 轧制时采用机油润滑, 道次之间样品不换向。

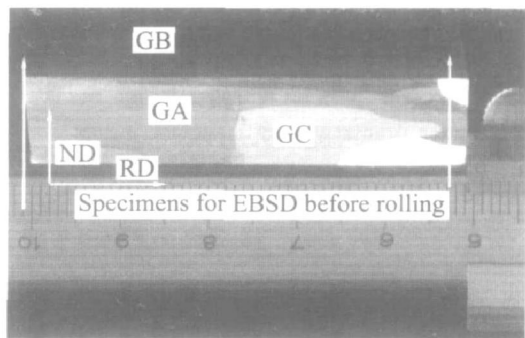


图 1 轧制前样品中研究晶粒的宏观形貌

Fig. 1 Macrograph of investigated grains GA, GB and GC before rolling

从轧制前、后样品纵向截面(ND-RD 面)上截取试样, 进行机械磨光与电解抛光。电解抛光后的试样分作两部分, 一部分进行阳极氧化覆膜(HBF₄ 覆膜液, 电压 16 V), 在 XJP-6A 金相显微镜下用偏振光观察形变组织, 另一部分在 SEM-EBSD 装置(用 TSL™ 软件分析)上逐点进行微取向测试。电解抛光后的纯铝试样经阳极氧化覆膜后, 在金相显微镜下用偏振光观察时, 虽然相同衬度的区域只能表明其覆膜面具有相同性质的原子面(可能相对于轧向具有不同的晶向指数), 但在一定程度上也能说明观察面上为不同衬度所分割的区域相对于样品坐标系具有不同的取向。另外, 除晶界外, 铝形变晶粒内的各类界面, 如滑移和晶体转动产生的“几何

边界”GNB(Geometry necessary boundary)界面(两侧晶体可具有 2°~15° 的取向差角度)^[13], 由于聚集了大量位错, 存在严重的晶格畸变, 其氧化膜衬度与其相邻区域也有明显区别, 根据 fcc 结构铝的滑移几何, 这些 GNB 界面也会以细直线条的形式显示出来^[13]。

虽然采用光学显微技术在一定程度上反映了轧制变形时不同取向晶粒的转动不均匀, 但很难给出更多的定量信息, 而 SEM-EBSD 技术不仅有较高的取向测量精度(测量取向的角度误差可小于 2°), 而且有较大的测量范围, 能以像素点为单位进行定量的取向测量。本文选择 Bunge 符号系统 Euler 角($\varphi_1, \varphi_2, \varphi_3$)表示测试像素点在轧制坐标系中的取向^[4], 用所有测试像素点的取向数据构造微取向图(Orientation imaging micrographs, OIMs)。在 OIMs 中, 当相邻像素点间的晶体学取向差角度达到设定值时, 将相邻像素点的边界线设为指定的大小加以区分, 如果有相应取向差的微区存在, 这些点就会连接成宽度不同的线。本文作者将相邻像素点间的晶体学取向差角度设为 5°~15° 和大于 15° 两个级别(分别用粗、细两种宽度的黑色线表示)。

2 结果与分析

2.1 晶粒的初始取向

为确定所研究的 3 个柱状晶粒的初始取向, 轧制变形前, 从 ND-RD 截面上截取包含了晶粒 GA, GB 和 GC 的试样(图 1), 用 SEM-EBSD 测试 OIMs, 扫描步长为 2 μm , 共扫描了 16 038 个像素点, 图 2 所示是这些像素点取向数据的分析结果。

图 2(a)所示为像素点在板法向(ND-[001])和轧向(RD-[100])反极图中的分布, 从图中可以看出每个晶粒内被测试像素点相对于 ND 与 RD 方向的晶向差别很小。将每个晶粒的扫描像素点的取向数据直接标志在三维 Euler 空间($0^\circ \leq \varphi_1, \varphi_2, \varphi_3 \leq 90^\circ$)中, 标定出像素点出现频率最高的位置($\varphi_1, \varphi_2, \varphi_3$)作为 3 个晶粒的初始取向。图 2(b)所示为 3 个晶粒的像素点出现频率最高位置所在的 $\varphi_2 = \text{const}$ 截面, 晶粒 GA 取向标定为(1.3°, 41.0°, 10.0°), GB 取向标定为(85.2°, 85.4°, 65.0°), GC 取向标定为(77.4°, 59.0°, 30.0°), 晶粒 GA 与 GB 接近于 $\langle 001 \rangle \parallel \text{RD}$, 晶粒 GC 接近于 $\langle 121 \rangle \parallel \text{ND}$ 。

2.2 形变组织的光学显微形貌

3 个标记晶粒轧制变形后的光学显微形貌如图

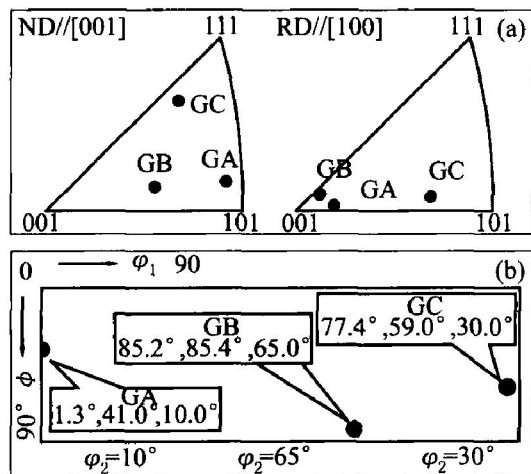


图 2 SEM-EBSD 测试的晶粒初始取向

Fig. 2 Initial orientations of investigated grains GA, GB and GC determined by SEM-EBSD

- (a) —Inverse pole figures for ND // [001] and RD // [100];
 (b) —Orientations of pixels from grains GA, GB and GC in Euler space ($0^\circ \leq \phi_1, \phi_2 \leq 90^\circ$)

3 所示。从图中可以看出变形后的初始晶界(图 3(a)中箭头所指)。除此之外, 还可观察到 3 个晶粒内都存在深色细直线条状的“GNB 界面”(由于 GNB 界面的细节表征往往需借助于 TEM-EBSP 或/和 SEM-EBSD^[11, 13], 本文使用“GNB 界面”时, 加上引号以示区别)。在 ND-RD 截面上, 晶粒 GA 内“GNB 界面”与 RD 轴的角度约为 $-35^\circ \sim 40^\circ$, GB 内约为 $\pm 35^\circ \sim 40^\circ$, GC 内接近 GB-GC 晶界处约为 $-25^\circ \sim 30^\circ$ (图 3(b)的斜箭头所示区域内), 远离 GB-GC 晶界处则平行于轧向(图 3(c)中的平箭头所示区域内)。依据“GNB 界面”与 RD 轴的角度特征, 晶粒 GA 与 GB 中都只有一种类型的形变带, 而晶粒 GC 为两种类型的形变带, 包含了平行于 RD 轴“GNB 界面”的形变带内仍可见与轧向成一定角度的细直线条状“GNB 界面”。从图 3 中还可以看出: 晶粒 GA 和 GB 远离晶界部分形变带的晶面衬度与接近晶界部分的差别并不十分明显; 而晶粒 GC 内远离晶界部分形变带的晶面衬度与接近晶界部分的不一样, 且接近晶界部分形变带内被“GNB 界面”分割的区域间衬度也有差别。具有不同取向的 3 个柱状晶粒内“GNB 界面”及其形变带的不同形貌表明: 轧制多晶铝样品内的单个晶粒在协调宏观变形时晶粒转动是不均匀的, 晶粒 GC 内的不均匀性要比 GA 和 GB 的强。

2.3 形变组织的微取向图形貌

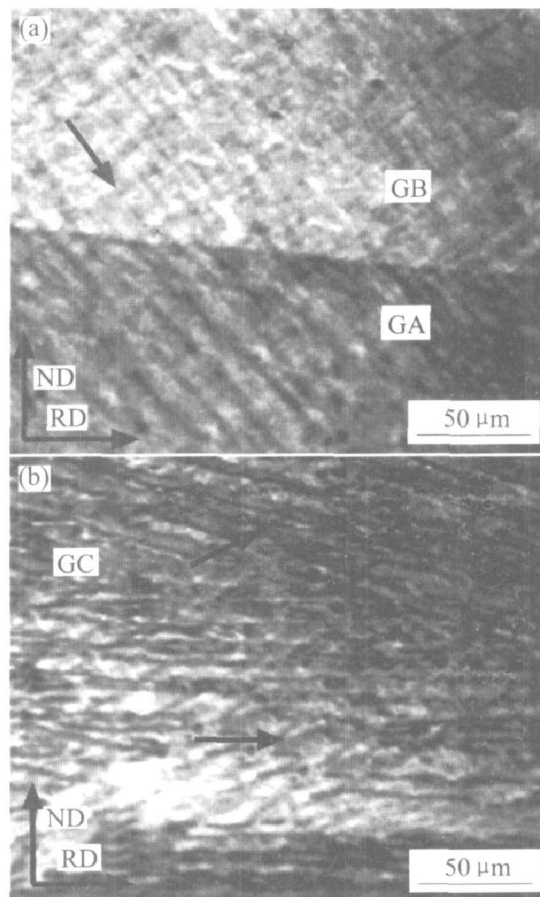


图 3 不同取向柱状晶轧制变形后的光学显微形貌

Fig. 3 Optical metallographs of grains GA and GB (a) and grain GC (b) from cold rolled sample (thickness reduction $r \approx 65\%$)

利用扫描电镜选取了轧制样品 ND-RD 截面上包含了晶粒 GA、GB 和 GC 的 3 个视场进行了 EBSD 测试, 图 4(a) ~ (c) 所示是以板法向(ND // [001])反极图中所有晶面的灰度标准为参考(图 4(d)), 分别用 3 个视场下所有测试像素点取向数据构造的微取向图。图 4(a)所示为晶粒 GA 远离 GA-GB 晶界的位置, 图 4(b)包含了晶粒 GA-GB 初始晶界的位置, 图 4(c)所示是晶粒 GC 内的视场, 图中的标记“B”表示靠近 GB-GC 的初始晶界位置。考虑到利用光学显微镜观察时晶粒 GC 的形变组织形貌比晶粒 GA 和 GB 的复杂, 3 个视场进行 EBSD 测试时扫描步长略有差别, 图 4(a)和(b)的扫描步长为 3 μm , 图 4(c)的为 1.0 μm 。

从图 4 中晶界角度水平与晶面的分布可以看出, 3 个变形晶粒内都产生了大于 5° 的新界面(为了与 2.2 节的表述一致, 这里也用称作“GNB 界面”), 但“GNB 界面”的角度水平及分布无论是晶粒间, 还是晶粒内各部分间都不同。根据“GNB 界面”角度水平及分布, 晶粒 GA 的形变带可分作两

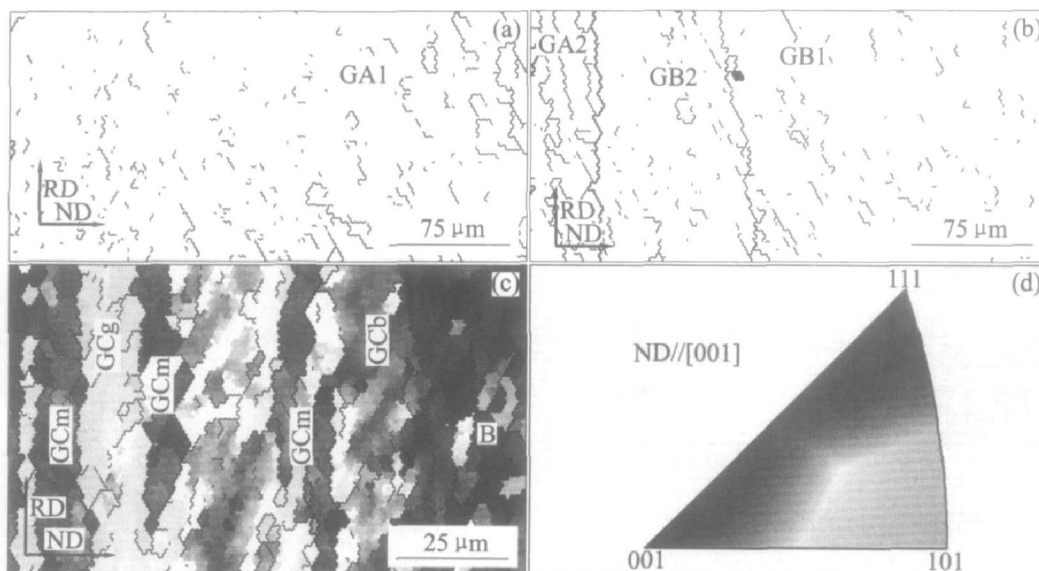


图 4 冷轧样品 EBSD 测试中 3 个视场的 OIMs

Fig. 4 Inverse pole figure maps (IPF maps) for ND // [001] of three scans for grains GA (a), GA-GB (b), and GC (c) from cold rolled sample, and standard gray in IPF map for ND // [001] (d)

个部分, GA1 表示远离初始晶界的部分(IP), $5^\circ \sim 15^\circ$ 的“GNB 界面”很少, 与 RD 轴的角度约为 $-35^\circ \sim -40^\circ$, 这些界面在观察平面(ND-RD 面)上没有发生网状连结(图 4(a)), GA2 表示靠近初始晶界的部分(BP); $5^\circ \sim 15^\circ$ 的“GNB 界面”形成了网状连结, 连接后的界面与 RD 轴的角度小于 35° , 但是连接界面的每小段与 RD 轴的角度仍约为 $-35^\circ \sim -40^\circ$ (图 4(b))。晶粒 GB 的形变带与 GA 的情况非常相似(图 4(b)), GB1 表示远离初始晶界部分, GB2 表示靠近初始晶界部分, GB1 与 GB2 的界面是一条整体方向与 RD 轴平行的、界面角度为 $5^\circ \sim 15^\circ$ 的“GNB 界面”, 但界面的每小段与 RD 轴的角度仍约为 $-35^\circ \sim -40^\circ$; 另外, GB1 与 GB2 内都有与 RD 轴成 $-35^\circ \sim -40^\circ$ 非连续分布的“GNB 界面”(界面角度为 $5^\circ \sim 15^\circ$), 晶粒 GC 的形变带(图 4(c))与 GA 和 GB 不同, 仍以“GNB 界面”角度水平及晶面分布为依据, 可以标记为 GCb、GCg 和 GCm(灰度不同)3 个部分, 且交替出现。其中 GCb 和 GCg 部分内形变带的“GNB 界面”角度很少大于 15° , “GNB 界面”与 RD 轴的角度约为 30° ; 在靠近晶界的 GCb 部分(图 4(c)中标记为 B), 也可见到与轧向几乎平行的形变带, 与周围形变带间的“GNB 界面”角度约为 $5^\circ \sim 15^\circ$ 。Gcm 部分形变带与周围区域间“GNB 界面”角度大于 15° , 整体形貌几乎与轧向平行, 每一小段与 RD 轴的角度约为 $\pm 30^\circ$; 形变带内 $5^\circ \sim 15^\circ$ 界面较少。

综上所述, 晶粒 GA 和 GB 内只产生了界面角度为 $5^\circ \sim 15^\circ$ 的“GNB 界面”, “GNB 界面”两侧晶面差别并不十分明显, 只有一种类型的形变带; 而晶粒 GC 内“GNB 界面”角度大小及其两侧晶面差别与位置有关, 以“GNB 界面”角度等于 15° 作为临界值, 晶粒 GC 内形变带被分割成两种类型, 整体形貌都表现为与 RD 轴平行, 接近晶界部分的形变带内 $5^\circ \sim 15^\circ$ “GNB 界面”多于远离晶界部分的, 且这些形变带内的“GNB 界面”表现出明显的几何特征。

采用 EBSD 技术测试的 OIMs 所反映的形变组织形貌(图 4(a)~(c))与光学显微镜所观察的结果(图 3(a)~(b))具有较好的对应性。当然, OIM 对晶内局部取向的详细解析比光学显微镜更加清晰, 如图 4(b)中晶粒 GA 与 GB 内靠近初始晶界与远离初始晶界的“GNB 界面”角度与分布差别, 在图 3(a)的 OM 中就很难识别。OIM 能对扫描像素点逐点进行取向及取向差分析, 可获得与取向分布不均匀性相关的更多信息, 以下将结合图 4 的 OIMs 对 3 个晶粒的局部取向分布作进一步统计分析。

2.4 变形晶粒的局部取向分布

为了分析 3 个晶粒内各部分的转动, 将 3 个晶粒各部分(图 4(a)~(c))中所标记的 GA1, GA2, GB1, GB2, GCm, GCg, GCb 部分)的所有像素点分别标志在三维 Euler 空间($0^\circ \leq \varphi_1, \varphi, \varphi_2 \leq 90^\circ$)中分别构成 Contour-ODFs(Gauss 半高宽 $\Psi = 5^\circ$), 在

Contour-ODFs 图中分别找出顶点位置($\varphi_1, \varphi_2, \varphi_3$)作为晶粒各部分的特征取向, 表 1 所列为计算的各部分特征取向相对于初始取向的转动角度(ω)。向 α 取向线聚的 $\langle 001 \rangle \parallel$ RD 取向的晶粒 GA 和 GB 内 BP 比 IP 的转动角小 $5^\circ \sim 6^\circ$, 向 β 取向线聚的 $\langle 121 \rangle \parallel$ ND 取向的晶粒 GC 内 BP 比 IP 部分的转动角度小 $5^\circ \sim 12^\circ$ 。

表 1 轧制变形后 3 个晶粒内各部分相对于初始取向的转动角度

Table 1 Rotation angles between subdivisions and their initial orientations after rolling

Subdivision after rolling	GA1	GA2	GB1	GB2	GCm	GCg	GCb
Rotated angle/($^\circ$)	15.8	8.8	20.4	15.1	34.0	27.5	22.9

图 5 用 $\{111\}$ 极图分别表示 3 个晶粒内各个部分的特征取向相对于初始取向转动的详细情况, 图 5 中标示的转动以轧制坐标系的某个轴为参考, 顺时针转动标记为 CL, 逆时针转动标记为 ACL。结合表 1 与图 5 可以看出, 晶粒 GA 中的所有像素点主要绕 ND 轴逆时针旋转, 沿 $\{110\} \parallel$ ND 演变(图 5(a)), 远离晶界的 GA1 部分转动角度大于靠近晶

界的 GA2 部分。晶粒 GB 的所有像素点都绕 RD 轴和 ND 轴顺时针旋转, 也向 $\{110\} \parallel$ ND 取向演变(图 5(b)), GB1 部分绕 RD 轴的转动角度明显大于 GB2 部分。晶粒 GC 中像素点的转动(图 5(c))比 GA 和 GB 的要复杂, 以 TD 轴为参考, 明显可以看出 GCb 和 GCg 部分具有相同的转动趋势, 都沿 TD 顺时针转动, 属于同类型的转动, GCm 部分则沿 TD 逆时针转动, 但两类转动的结果都是等效 S- ($\{123\} \langle 634 \rangle$) 取向位置。另外, 属于同类转动的 GCb 和 GCg 部分相对于初始取向的转动角度也有差异。总之, 靠近晶界的 GCb 部分转动的角度小于远离晶界的 GCg 与 GCm 部分。

上述 3 个晶粒的局部取向分布表明: 经过压下量为 65% 的轧制变形后, 接近于 $\langle 001 \rangle \parallel$ RD 的晶粒 GA 和 GB 通过绕 RD 和 ND 轴的转动向 $\{110\} \parallel$ ND(α 取向线)聚集, 靠近晶界部分的转动角度小于远离晶界部分, 取向呈梯度分布; 而接近于 $\{121\} \parallel$ ND 的晶粒 GC 内存在沿 TD 轴顺时针和逆时针两个相反方向交替出现的转动, 形成交替出现的两类形变带, 但都向 β 取向线的 S-取向聚集; 同类形变带内取向仍呈梯度分布。

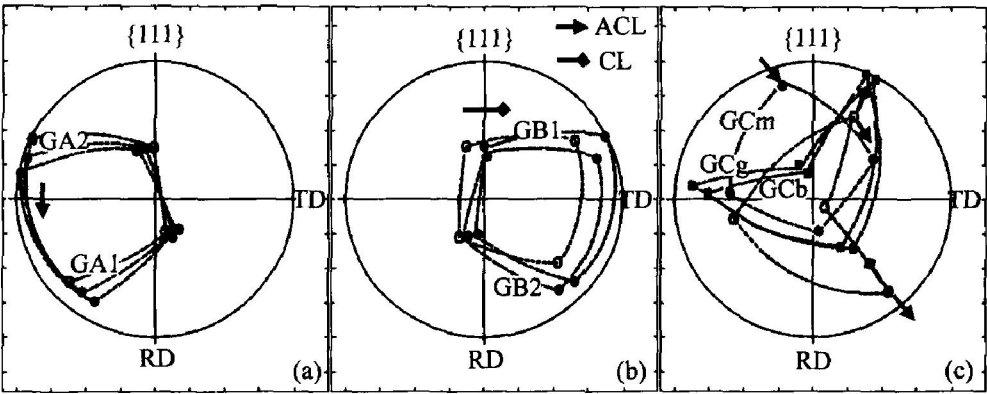


图 5 用 $\{111\}$ 极图表示的轧制变形后晶粒局部取向相对于初始取向的转动

Fig. 5 Rotations of subdivisions correlated to their initial orientations in $\{111\}$ pole figures from grains GA (a), GB (b) and GC (c) after rolling (The open circles are $\{111\}$ pole points of the initial orientations of grains GA, GB and GC)

3 结论

- 1) 光学显微观察到的形变组织形貌与 EBSD 测试的 OIMs 晶界形貌和晶面分布具有较好的一致性, 但 OIM 对晶内局部取向分布和形变组织的解析比 OM 更清晰。
- 2) $\langle 001 \rangle \parallel$ RD 取向的晶粒内形变带的“GNB

- 界面”角度小于 15° , 都向 α 取向线聚集; $\{121\} \parallel$ ND 取向的晶粒内存在沿 TD 顺时针和逆时针两个相反方向交替出现的转动, 但都向 β 取向线聚集, 形成交替出现的两类形变带, 晶界角度大于 15° 。
- 3) 相对于初始取向, 靠近晶界部分形变带的转动角度小于远离晶界部分的, 从晶界到晶内取向呈梯度分布。向 α 取向线聚的 $\langle 001 \rangle \parallel$ RD 取向的晶

粒内靠近晶界部分比远离晶界部分的转动角度小 $5^{\circ} \sim 6^{\circ}$, 向 β 取向线聚的 $\langle 121 \rangle // ND$ 取向的晶粒内靠近晶界部分比远离晶界部分的转动角度小 $5^{\circ} \sim 12^{\circ}$ 。

REFERENCES

- [1] Doherty R D, Hughes D A, Humphreys F J, et al. Current issues in recrystallization: a review[J]. Mater Sci Eng A, 1997, A238: 219 - 274.
- [2] Gottstein G. Evolution of recrystallization texture—classical approaches and recent advances[J]. Mater Sci Forum, 2002, 408 - 412: 1 - 24.
- [3] Hirsch J, Lücke K. Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f. c. c. metals—III the influence of slip inhomogeneities and twinning[J]. Acta Metall, 1988, 36: 2905 - 2927.
- [4] Bunge H J. Mathematische Methoden der Texturanalyse[M]. Berlin: Akademie Verlag, 1969. 4.
- [5] Sevillano J G, van Houtte P, Aernoudt E. Large strain work hardening and textures[J]. Prog Mater Sci, 1980, 25: 69 - 412.
- [6] Hirsch J, Lücke K. Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f. c. c. metals—II simulation and interpretation of experiments on the basis of Taylor-type theories[J]. Acta Metall, 1988, 36(11): 2883 - 2904.
- [7] CHEN Zhi-yong, ZHANG Xin-ming, DU Yu-xuan, et al. Taylor-type simulation of the rolling texture of pure aluminum taking into account the initial texture[J]. Mater Sci Forum, 2002, 408 - 412: 475 - 480.
- [8] 邓运来, 张新明, 刘 瑛, 等. 几何因素与摩擦耦合对高纯铝箔剪切织构的影响[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(4): 634 - 638.
- [9] Duggan B J, Lee C S, Smallman R E. Deformation banding and its influence on high SFE FCC rolling texture development[J]. Mater Sci Forum, 1994, 157 - 162: 1167 - 1174.
- [10] Basson F, Driver J H. Deformation banding mechanisms during plane strain compression of cubic orientation f. c. c crystals[J]. Acta Mater, 2000, 48: 2101 - 2115.
- [11] Delannay L, Mishin O V, Juul Jensen D, et al. Quantitative analysis of grain subdivision in cold rolled aluminium[J]. Acta Mater, 2001, 49: 2441 - 2451.
- [12] Raabe D, Zhao Z, Park S J, et al. Theory of orientation gradients in plastically strained crystals[J]. Acta Mater, 2002, 50: 421 - 440.
- [13] Godfrey A, Juul Jensen D, Hansen N. Slip pattern, microstructure and local crystallography in an aluminum single crystal of brass orientation $\{110\} \langle 112 \rangle$ [J]. Acta Mater, 1998, 46: 823 - 833.
- [14] 邓运来, 张新明, 唐建国, 等. 多晶纯铝轧制变形晶粒局部取向的演变[J]. 金属学报, 2005, 39(5): 497 - 482.

DENG Yun-lai, ZHANG Xin-ming, TANG Jianguo, et al. Evolution of local orientations within individual grains in rolled pure polycrystalline aluminum [J]. Acta Metall Sinica, 2005, 39(5): 497 - 482.

(编辑 龙怀中)