

WC-Co 硬质合金特征晶面分布的研究

王西龙, 宋晓艳, 高 杨, 刘兴伟, 王海滨, 刘雪梅

(北京工业大学 新型功能材料教育部重点实验室, 北京 100124)

摘 要: 采用不同温度进行原位还原碳化反应制备纳米粒径的 WC-Co 复合粉末, 进而利用放电等离子烧结技术进行快速致密化, 制备得到致密的纳米晶硬质合金块体材料。系统的检测分析表明, 低温下反应制备的以缺碳相为主相的复合粉经烧结致密化后块体试样存在 WC 晶粒高度取向分布的特征, 其中, (0001) 面在垂直于压力方向上面积分数达到 40%, 在平行于压力方向上 (0001) 面的面积分数仅为 10.72%。与之对比, 在高温反应制备的复合粉末烧结制备的块体试样中, 没有出现特征晶面分布的各向异性。

关键词: 原位还原碳化反应; WC-Co 硬质合金; 取向分布

中图分类号: TG135⁺.5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)03-0629-06

WC-Co 硬质合金具有优良的硬度、抗弯强度和断裂韧性的力学性能配合, 使其在切削工具和耐磨零部件等领域具有广泛的应用^[1-3]。超细晶及纳米晶硬质合金^[4,5]理论上具有比常规粗晶硬质合金更为优越的硬度、耐磨性、抗弯强度等力学性能^[6], 在军工、航空航天等特殊应用领域具有重大需求^[7,8]。因此, 超细晶及纳米晶硬质合金的研发是国内外硬质合金领域的热点之一^[9]。

合金的微观组织结构决定了其力学性能, 在 WC-Co 硬质合金中 WC 相的晶粒尺寸及其分布以及晶粒内部的亚结构是影响材料力学性能的重要因素^[10-13]。WC 晶粒具有密排六方结构(晶系为 P-6m2, $a=0.2906$ nm, $c=0.2837$ nm)^[14], 已有研究通过深度腐蚀观察到 WC 晶粒的惯习面为 2 个基面和 3 个棱面, WC 晶粒三维空间呈三棱柱状, 基面为平行于 (0001) 的晶面, 柱面为平行于 (1 $\bar{1}$ 00) 的晶面^[15], 在此基本形状基础上部分棱角被一些新的晶面取代^[16-21]。WC 晶粒具有明显的各向异性, 其中 (0001) 晶面的硬度高于其他晶面, 根据 Takahashi 和 Freise 的研究结果^[22], (0001) 面和 (1 $\bar{1}$ 00) 面的维氏硬度分别为 21 000 和 10 800 MPa。因此, 当合金中 WC 晶粒的 (0001) 晶面比例较高时将具有更高的硬度^[23]。一些研究表明, 在热挤压成型或者热压处理的过程中, 形成的板状 WC 晶粒呈现三角形平面平行于压力方向的择优取向特征^[19]。由此, 可以采用

热挤压或热压方式来制备板状 WC 晶粒形成取向结构的硬质合金^[24]。然而, 由于实际工艺很难获得适合应用的合金组织以及最佳晶粒尺寸, 同时制备过程复杂, 成本昂贵, 一直未得到充分开发和应用。Kinoshita^[19]等人采用球磨钨、碳和钴的混合粉末并采用真空烧结技术制备出了具有特征晶面分布的硬质合金。至今对于具有取向或织构组织的硬质合金的系统研究仍然很少, 鉴于具有特定取向的硬质合金可产生优良的力学性能满足特殊应用需求, 因此认为很有必要进行深入的研究。

本研究以 WC-12Co 硬质合金为研究对象, 首先采用不同温度进行原位还原碳化反应制备纳米 WC-Co 复合粉末, 并采用放电等离子烧结 (Spark Plasma Sintering, SPS)^[25-28]技术对复合粉进行快速致密化, 对烧结块体进行系统研究, 分析原位还原碳化反应温度对其中特征晶面分布特征的影响。

1 实 验

实验所用的原材料为炭黑、蓝钨 (纯度为 99.5%, 平均粒径为 50 μm) 和氧化钴 (纯度为 98.5%, 平均粒径为 35 μm)。按照生成 WC-12Co 粉末的比例称重炭黑、蓝钨以及氧化钴, 以乙醇为球磨介质在硬质合金球磨罐中进行高能球磨混合。分别在 850、900、1000 $^{\circ}\text{C}$ 真空环境下对混合粉末进行原位还原碳化反应, 保温时间 1 h。在原位反应制备的复合粉中添加

收稿日期: 2015-03-15

基金项目: 国家高技术研究发展计划 (“863” 计划) 主题项目 (SS2013AA031401); 国家自然科学基金 (51174009); 北京市自然科学基金重点项目 (2131001)

作者简介: 王西龙, 男, 1985 年生, 博士生, 北京工业大学材料科学与工程学院, 新型功能材料教育部重点实验室, 北京 100124, 电话: 010-67392311, E-mail: wangxilong11@163.com

2% (质量分数) 的晶粒长大抑制剂 VC, 并进行放电等离子烧结致密化, 烧结温度均为 1080 °C, 保温 5 min, 烧结压力为 60 MPa。

材料的物相分析在日本理学 D/max-3c 型 X 射线衍射仪上进行检测, 加速电压 35 kV、电流 30 mA, 扫描速率 2 %min。粉末及块体的微观形貌在 FEI-Nova Nano SEM 型场发射扫描电子显微镜上进行观察, EBSD 取向分析在 JSM 6500F 型场发射扫描电子显微镜上进行测试。

2 结果与分析

图 1 为不同温度原位还原碳化反应制备的 WC-Co 复合粉末的 XRD 图谱。图中温度为 850 °C 低温原位反应合成粉末的 XRD 图谱中, 粉末中物相以缺碳相为主相, 含有少量的 WC, 钨钴氧化物已全部被还原并与碳黑反应生成 WC 和缺碳相。温度为 900 °C 原位还原碳化反应合成粉末的 XRD 图谱中, 粉末中物相以 WC 为主相, 并且缺碳相峰相对于 850 °C 原位反应粉强度降低且种类减少, 当原位还原碳化温度升高到 1000 °C 时, 缺碳相基本消失, 生成了物相较为纯净的 WC-Co 复合粉末。

图 2 为原位反应合成的纳米 WC-Co 复合粉在 Ar 气保护下, 以 10 °C/min 的升温速率加热到 1000 °C 得到的热分析 (TG-DSC) 曲线。从 TG 曲线的变化可以看出, 随着温度的升高, 原位合成的 WC-Co 复合粉的质量减小。升温至 1000 °C, 反应结束, 粉末失重近 6%。在整个升温过程中, 复合粉质量下降分为 2 个阶段: 第 1 个阶段为室温至 190 °C 之间, 粉末质量出现明显下降, 这是由于纳米粉末易吸附气体, 气体在受热过程中解吸释放从而造成粉末失重; 第 2 个阶段为 628~1000 °C, 失重速率由大变小, 这是由于复合粉在低温

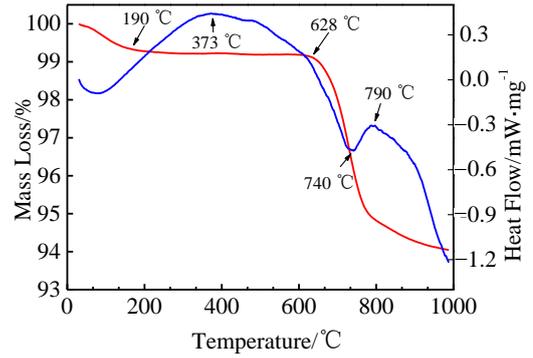


图 2 850 °C 原位合成的纳米 WC-Co 复合粉末的差热分析曲线
Fig.2 TG-DSC curves of the composite powders synthesized at 850 °C

原位还原碳化反应过程中没有充分反应, 在升温过程中出现了二次反应现象, 使得粉末出现快速失重。

图 3 为 850 °C 原位还原碳化反应制备的纳米 WC-Co 复合粉末, 粉末粒径集中分布在 30~120 nm 之间, 平均粒径为 83.4 nm。颗粒具有良好的球形度, 球形或类球形的粉末具有良好的分散性和流动性, 可以有效避免粉末硬团聚^[29], 利于粉末在烧结模具中分散均匀和烧结块体组织均匀致密。对原位还原碳化反应制备的复合粉末在 SPS 系统中进行快速烧结致密化, 得到近全致密的 WC-Co 硬质合金块体。对合金试样垂直烧结压力方向 (Vertical to the sintering pressure direction, VD) 和平行于烧结压力方向 (Parallel to the sintering pressure direction, PD) 进行 XRD 测试分析。通过拟合计算得到试样 VD 面和 PD 面中各晶面衍射峰的相对积分强度 (即积分面积), 并与 PDF 卡片 (代表传统烧结硬质合金衍射峰强度分布特征) 的各晶面衍射峰相对强度 (积分面积) 相比较, 如表 1 所示。结果

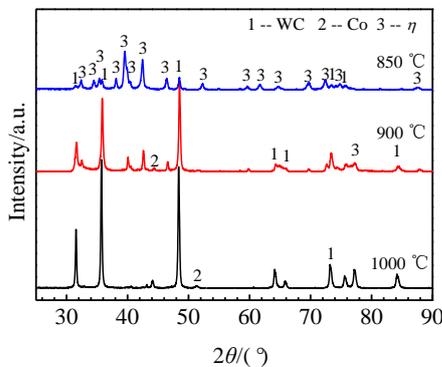


图 1 不同温度原位反应合成的 WC-Co 复合粉的 XRD 图谱
Fig.1 XRD patterns of the composite powders synthesized at different temperatures

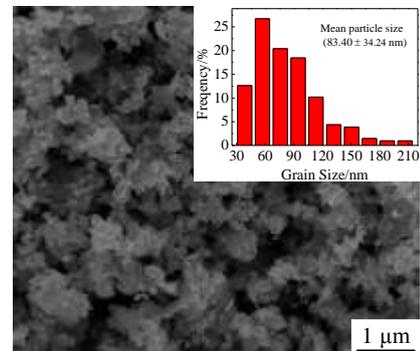


图 3 850 °C 原位反应合成的 WC-Co 复合粉末 SEM 照片及尺寸分布
Fig.3 SEM image and particle size distribution of the composite powders synthesized at 850 °C

表 1 WC 晶体 PDF 卡片与 850 °C 反应粉烧结制备的 WC-Co 硬质合金试样中晶面衍射峰相对积分面积比较
Table 1 Comparison of plane area fraction in the WC PDF card and the bulk consolidated from composite powders synthesized at 850 °C (%)

WC plane	(0001)	(10 $\bar{1}$ 0)	(10 $\bar{1}$ 1)	(11 $\bar{2}$ 0)	(0002)	(11 $\bar{2}$ 1)	(20 $\bar{2}$ 0)	(10 $\bar{1}$ 2)	(20 $\bar{2}$ 1)
PDF card	44.0	100.0	88.2	17.9	5.4	18.8	9.0	16.6	13.9
VD cross-section	100.0	29.2	52.0	6.6	15.2	9.9	4.6	24.7	7.8
PD cross-section	30.0	100.0	60.9	22.0	2.7	19.6	13.1	12.6	19.0

表明, 烧结得到的 WC-Co 硬质合金块体试样具有明显的特征晶面各向异性分布特征。

图 4 为 850 °C 原位反应制备的纳米 WC-Co 复合粉经 SPS 烧结所得试样 VD 面和 PD 面的 XRD 图谱。从图中可以看出, 在 PD 面上, (0001) 面峰强较低, (10 $\bar{1}$ 0) 面峰强相对较高, 在 VD 面上, (0001) 面峰强成为最强峰, (10 $\bar{1}$ 0) 面的峰强明显降低。在烧结试样垂直于压力方向上进行了断面显微组织的 SEM 分析和晶面取向的 EBSD 表征, 如图 5 所示。从图 5a 可以看出, 低温原位反应粉末烧结块体具有致密的组织结构, 有较大比例的晶粒成三棱柱状, 且基面平行于 VD 面或呈一定的小角度, 如图中箭头所指。图 5b 为试样 VD 面上显微组织的 EBSD 晶粒取向成像图, 从晶粒取向颜色分布结合与之对应的右下角反极图。可以看出晶粒取向倾向于 (0001) 面平行于轧向, 即垂直于烧结压力方向。图中左上角插图为以散点形式表示取向的反极图, 可见散点集中分布的取向只有 (0001) 取向, 随着偏离 (0001) 晶面取向, 取向分布落点逐渐变少。

通过拟合计算每个衍射峰的积分面积, 获得每个晶面相对积分面积以及各晶面积分面积在总积分面积中所占比例, 如图 6 所示。由图 6a 可以看出, 在 PD 面上, (0001) 面的积分面积仅占总积分面积的 10.72%, 较 PDF 卡片 (如图 7 所示) 中 14.02% 减少了 3.3%, (10 $\bar{1}$ 0) 面的比例达到 35.73%, 高于 PDF 卡片中的 31.87%, (10 $\bar{1}$ 1) 面的比例相对于 PDF 卡片的 28.11% 减小至 21.76%。相比常规硬质合金试样, 在 850 °C 原位反应复合粉烧结块体 PD 方向上, 晶粒主要特征面 (0001) 面和 (10 $\bar{1}$ 1) 面分布比例减少, (10 $\bar{1}$ 0) 分布比例增多。

试样的 VD 方向上, 如图 6b 所示, (0001) 晶面的比例相比 PDF 卡片中的 14.02% 出现了明显增长达到 40%, (10 $\bar{1}$ 0) 晶面比例减少至 11.68%, 相对于 PDF 卡片中的 31.87% 减少了 20.19%。由上述分析可知, 850 °C 原位反应制备的复合粉烧结块体中, 存在特征晶面取向分布, 在垂直于压力方向上, 以 WC 晶粒 (0001) 面为主, 晶面积分面积占总面积的 40%。而在平行于压力方向上, 以 (10 $\bar{1}$ 0) 面为主, 积分面积占

35.73%, 基面 (0001) 比例仅为约 10%。对于垂直面和平行面, (10 $\bar{1}$ 1) 面的比例均为 20% 左右, 相对于 PDF 卡片中的比例 28.11% 有所减少, 这可能是由于低温反应制备的复合粉物相以缺碳相为主, 在烧结致密化的过程中粉末进行的二次反应阻碍了 (10 $\bar{1}$ 1) 面形成, 而更多地形成了基面和棱面, 使得 (10 $\bar{1}$ 1) 面所占比例减小。

图 8 为 900 和 1000 °C 下原位反应制备的 WC-Co 复合粉烧结块体垂直于压力方向的 XRD 图谱。从图

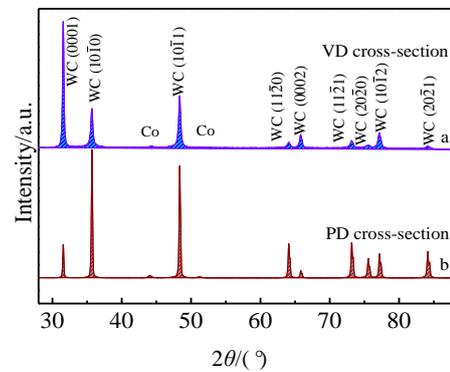


图 4 850 °C 原位反应 WC-Co 复合粉烧结块体不同方向晶面的 XRD 图谱

Fig.4 XRD patterns of the bulk consolidated from composite powders synthesized at 850 °C in different directions: (a) vertical to sintering pressure direction and (b) parallel to sintering pressure direction

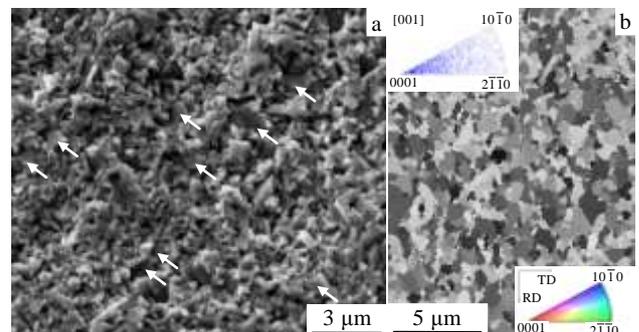


图 5 850 °C 原位反应 WC-Co 复合粉烧结块体 VD 面显微组织
Fig.5 VD facet microstructure of the sintered bulk from composite powders synthesized at 850 °C: (a) SEM image and (b) orientation map

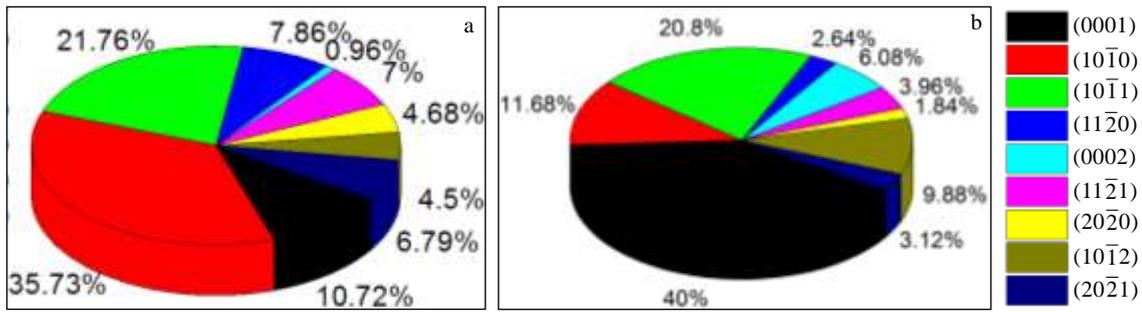


图 6 850 °C 原位反应 WC-Co 复合粉烧结块体晶面面积所占比例

Fig.6 Area fraction of different planes in the consolidated bulk from composite powders synthesized at 850 °C:

(a) PD facet and (b) VD facet

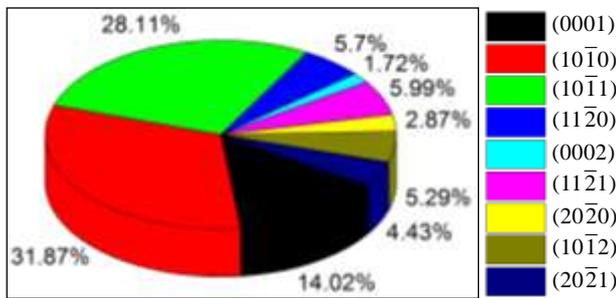


图 7 WC 晶体 PDF 卡片不同晶面所占面积比例图

Fig.7 Area fraction of different planes in the WC PDF card

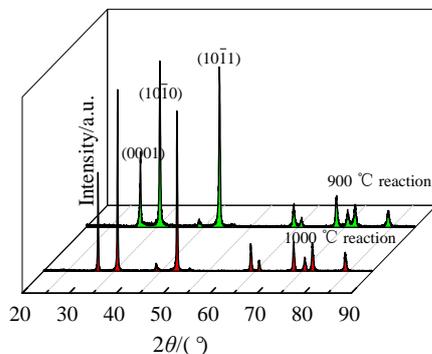


图 8 900 和 1000 °C 原位反应合成的复合粉烧结制备的硬质合金试样垂直于压力方向的 XRD 图谱

Fig.8 XRD patterns of the consolidated bulk from powders synthesized at 900 and 1000 °C vertical to sintering direction

中可以看出，2 组 XRD 图谱均以(10 $\bar{1}0$)面所对应衍射峰最强，(10 $\bar{1}1$)面次之，(0001)面对应的峰强在三强峰中强度最低，与 PDF 卡片中各晶面相对峰强一致。通过拟合计算 900 和 1000 °C 合成的复合粉烧结试样 VD 面各 WC 晶面衍射峰的相对积分强度（即积分面积），如表 2 所示，从而计算出 900 和 1000 °C 下原位反应制备的 WC-Co 复合粉烧结块体 WC 晶粒具体的取向分布特征，如图 9 所示。图 9a 为 900 °C 下原位反应制备的 WC-Co 复合粉烧结块体中 VD 方向各晶面面积所占比例，基面(0001)、棱面(10 $\bar{1}0$)以及(10 $\bar{1}1$)面所占比例分别为 12.11%、28.26%、28.16%，与 PDF 卡片中的比例 14.02%、31.87%、28.11%基本保持一致，在 PD 方向上具有同样的规律。从 1000 °C 原位反应复合粉烧结块体的 XRD 各晶面衍射峰积分面积比例（如图 9b 所示）可以看出，试样中 WC 各晶面分布保持了 900 °C 原位反应复合粉烧结试样的晶面面积比例分布状态，基面(0001)、棱面(10 $\bar{1}0$)以及(10 $\bar{1}1$)面所占比例分别为 13.1%、26.35%、28.43%。

对 1000 °C 原位反应粉烧结块体 VD 方向显微组织进行 EBSD 表征，得到其组织取向成像图（如图 10a 所示）和 VD 方向显微组织的反极图（如图 10b 所示）。可以看出，晶粒组织中没有出现{0001}或{10 $\bar{1}0$ }取向分布特征，反极图中晶粒取向较均匀分布在样品的 VD 方向上，表明晶粒取向呈随机分布，没有出现择优取向。

表 2 900 和 1000 °C 原位反应合成的复合粉烧结制备的硬质合金试样中晶面衍射峰相对积分面积比较

Table 2 Comparison of different plane area fraction in the consolidated bulk from powders synthesized at 900 and 1000 °C (%)

WC plane	(0001)	(10 $\bar{1}0$)	(10 $\bar{1}1$)	(11 $\bar{2}0$)	(0002)	(11 $\bar{2}1$)	(20 $\bar{2}0$)	(10 $\bar{1}2$)	(20 $\bar{2}1$)
900 °C	42.3	100.0	98.4	19.6	6.9	28.6	14.8	20.8	18.0
1000 °C	46.1	92.7	100	20.3	7.6	25.9	13.3	25.1	20.8

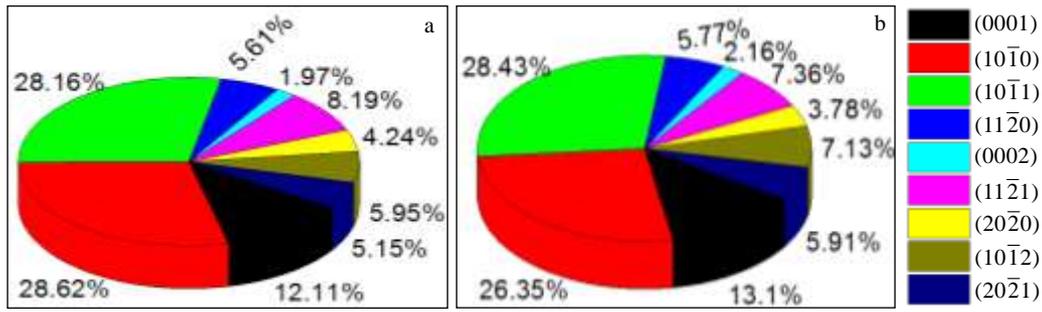


图 9 高温原位反应 WC-Co 复合粉烧结块体晶面面积所占比例

Fig.9 Area fraction of different planes in the bulk consolidated from powders synthesized at high temperatures:

(a) 900 °C and (b) 1000 °C

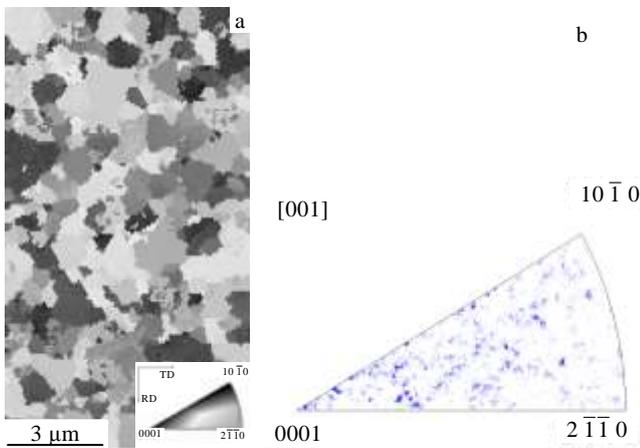


图 10 1000 °C 原位反应合成的 WC-Co 复合粉制备的烧结块体 EBSD 分析

Fig.10 EBSD analyses of the cemented carbide bulk consolidated from powder synthesized at 1000 °C: (a) TD orientation color map and (b) inverse pole figure of the VD facet

综上所述, 850 °C 低温原位反应制备的 WC-Co 复合粉烧结块体中存在 WC 晶粒特征晶面高度取向特征, 在垂直于压力方向上, (0001) 基面所占面积比例最大, 在平行于压力方向上, 棱面(10-10)所占面积比例最大。900 和 1000 °C 原位反应复合粉烧结块体均表现出晶面分布各向同性特征。这可能是由于在低温 850 °C 原位反应制备的复合粉末物相以缺碳相为主, WC 相含量较低, 在对粉末进行烧结的过程中, 会发生二次反应生成 WC, 由于轴向压力的存在影响局部原子扩散, 使得晶粒沿 WC 棱面[0001]方向生长所需驱动力较大, 而原子沿基面排列所需能量较低, 造成 WC 晶粒更多的沿(0001)面生长。同时, 由于烧结致密化过程中 WC 晶粒在压力作用下可发生转动, 使(0001)

面垂直于压力方向从而降低 WC 晶粒间的界面能。低温原位反应合成粉末的烧结块体中存在 WC 晶粒特征晶面取向分布特征, 认为是在烧结过程中二次反应生成 WC 晶粒, 原子优先沿(0001)面排列以及 WC 晶粒在烧结压力下发生转动使(0001)面趋于垂直于压力方向。当温度升高到 900 °C 进行原位反应时, 制备的复合粉末物相以 WC 为主, 仅含有少量的缺碳相; 当温度升高到 1000 °C 进行原位反应时, 可获得物相纯净的 WC-Co 复合粉末, 由于粉末中晶粒的晶面分布为各向同性, 使得 900 和 1000 °C 原位反应制得的粉末在后续烧结致密化的过程中 WC 晶粒的晶面取向分布仍呈各向同性特征。

3 结 论

1) 850 °C 低温原位还原碳化反应制备的纳米 WC-Co 复合粉, 经 SPS 烧结可制备出 WC 晶粒特征晶面具有高度取向分布特征的硬质合金块体材料, 900 和 1000 °C 原位反应粉末的烧结块体中 WC 晶粒特征晶面分布保持各向同性。

2) 具有特征晶面高度取向的 WC-Co 硬质合金中, 基面 (0001) 在垂直于烧结压力方向上所占有面积分数最大, 为 40%; 棱面 (10-10) 在平行于压力方向上所占有面积分数最大, 为 35.7%。

3) 原位反应生成的复合粉物相纯度对烧结块体晶面取向具有重要作用, 复合粉物相以 WC 为主相时, 烧结块体晶面分布不具有取向特征, 而复合粉物相以缺碳相为主相时, 烧结块体晶面呈现取向分布特征。

参考文献 References

[1] Wang Xu, Hwang Kyu Sup, Koopman Mark *et al.* *Int J Refract Met Hard Mater*[J], 2013, 36(1): 46
 [2] Grasso S, Hu C, Maizza G *et al.* *J Am Ceram Soc*[J], 2012, 95:

- 2423
- [3] Put S, Vleugels J, Biest O V D. *Scripta Mater*[J], 2001, 45: 1139
- [4] Zhu Lihui(朱丽慧), Liu Kun(刘 坤), Li Zhilin(李志林). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2004, 33(4): 349
- [5] Kim Hwan-Cheol, Oh Dong-Yong, Shon In-Jin. *Int J Refract Met Hard Mater*[J], 2004, 22: 197
- [6] Spriggs G E. *Int J Refract Met Hard Mater*[J], 1995, 13(5): 241
- [7] Zhang Shouquan(张守全). *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2009, 14(4): 237
- [8] Zhang Li, Wu Houping. *Cemented Carbide*[J], 2009, 26(2): 122
- [9] Fang Z Z, Wang X, Ryu T *et al.* *Int J Refract Met Hard Mater*[J], 2009, 27(2): 288
- [10] Gurland J. *International Materials Reviews*[J], 1988, 33(1): 151
- [11] Deng X, Patterson B R, Chawla K K *et al.* *J Mater Sci Lett*[J], 2002, 21(9): 707
- [12] Deng X, Patterson B R, Chawla K K *et al.* *Int J Refract Metals Hard Mater*[J], 2001, 19(4): 547
- [13] Chang-Soo Kim, Ted Massa R, Gregory Rohere S. *J Am Ceram Soc*[J], 2007, 90(1): 199
- [14] Lay S, Allibert C H, Christensen M *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 486(1): 253
- [15] Exner H E. *Int Metall Rev*[J], 1979, 24(1): 149
- [16] Gurland J. *International Materials Reviews*[J], 1988, 33(3): 151
- [17] Wasen J, Warren R. *Mater Sci Technol*[J], 1989, 5(3): 222
- [18] French D N. *Int Powder Metal*[J], 1969, 5(3): 47
- [19] Satoshi Kinoshita, Takeshi Saito, Masaki Kobayashi *et al.* *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*[J], 2000, 47(5): 526
- [20] Shatov A V, Firstov S A, Shatova I V *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 1998, 242(1): 7
- [21] Kim S, Han S H, Park J K *et al.* *Scripta Mater*[J], 2003, 48(5): 635
- [22] Takahashi T, Freise E J. *Phil Mag*[J], 1965, 12(115): 1
- [23] Kim C S, Rohrer G S. *Interface Sci*[J], 2004, 12(1): 19
- [24] Kobori K, Ueki M, Saito T *et al.* *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*[J], 1989, 36(4): 379
- [25] Diletta S, Stefano G, Mats N. *Scr Mater*[J], 2008, 59(6): 638
- [26] Song X Y, Liu X M, Zhang J X. *J Am Ceram Soc*[J], 2006, 89(2): 494
- [27] Liu X M, Song X Y, Zhang J X. *Mater Sci Eng A*[J], 2008, 473(1): 323
- [28] Mamoru Omori. *Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 287(2): 183
- [29] Wu Chonghu(吴冲浒), Nie Hongbo(聂洪波), Xiao Mandou(肖满斗). *Materials China*(中国材料进展)[J], 2012, 31(4): 39

Orientation Distribution of Characteristic Planes in WC-Co Cemented Carbides

Wang Xilong, Song Xiaoyan, Gao Yang, Liu Xingwei, Wang Haibin, Liu Xuemei

(Key Laboratory of Advanced Functional Materials, Ministry of Education, Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

Abstract: Nanoscale WC-Co composite powders were synthesized by in situ reduction and carbonization reactions at different temperatures. The powders were subsequently consolidated in the spark plasma sintering (SPS) system, and then the nanocrystalline WC-Co cemented carbide bulk materials were obtained. Systematic tests and analyses show that the cemented carbides consolidated from the powders synthesized at low temperature has obvious orientation distribution of WC characteristic planes. The area fraction of the (0001) plane vertical to the sintering pressure direction occupies up to 40%, but that parallel to the sintering pressure direction is only 10.72%. In contrast, the cemented carbide bulk materials consolidated from the powders synthesized at higher temperatures do not exhibit the orientational distribution of characteristic planes.

Key words: in situ reaction; WC-Co cemented carbide; orientation distribution

Corresponding author: Song Xiaoyan, Professor, Key Laboratory of Advanced Functional Materials, Ministry of Education, College of Materials Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, P. R. China, Tel: 0086-10-67392311, E-mail: xysong@bjut.edu.cn