

纯钨高压扭转晶界演化和非平衡晶界形成机理

薛克敏, 周玉峰, 王雪, 李萍

(合肥工业大学 材料科学与工程学院, 安徽 合肥 230000)

摘要: 本研究在 550 °C 下对纯钨分别进行了 1、2、5 和 10 圈的高压扭转变形, 并对变形前后的微观组织进行了 EBSD 和 TEM 表征。结果显示, 纯钨经过大塑性变形后, 晶粒得到细化, 大角度晶界比例上升, 同时晶内位错逐渐向晶界处移动并产生有序化排列。采用修正位错模型对变形前后的晶界能量进行了计算, 计算结果表明纯钨在经过大塑性变形后, 晶界上的能量升高并且能量主要来自于变形过程中在晶界处积累的额外位错。同时在变形后的试样中观察到了一种特殊的非平衡晶界, 分析可知非平衡晶界的形成条件是材料晶粒尺寸在位错平均自由程以下, 并且是在大塑性变形材料中形成的。其在 TEM 高分辨下的形貌特征表现为较宽的晶界厚度和晶面干涉形成的莫尔条纹。

关键词: 纯钨; 高压扭转; 晶界演化; 非平衡晶界

中图分类号: TG301

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)07-2545-07

难熔金属钨由于在室温和高温下具有出色的化学稳定性和物理性能, 因此在军事, 航空, 医疗, 电子和核工业中具有广泛的应用^[1-4]。纯钨及其合金可用于生产导弹仪器的旋翼和穿甲弹头、飞机动力系统和辐射屏蔽结构材料或容器。尤其在核工业领域, 纯钨是最理想的可控热核聚变反应堆中的面向等离子体材料^[5,6]。因此优化纯钨材料制备方法、进一步提高其综合性能具有重要的科学研究价值和实际工程意义。

对于传统烧结工艺制备的纯钨材料来说, 制备过程中引入的杂质元素会大幅降低纯钨的晶界结合力, 使材料的塑性降低^[7,8]。高压扭转等大塑性变形工艺则可以细化材料晶粒、提高材料中的晶界体积分数, 从而降低杂质元素在晶界的浓度以提高晶界结合力^[9,10]。同时高压扭转变形过程中引入的大角度非平衡晶界也会显著提升纯钨材料的强度与塑性^[11]。然而对于纯钨材料在高压扭转变形过程中晶界晶内位错的运动过程以及非平衡晶界的演化过程和形成机理鲜见报道。

本研究在 550 °C 下对工业纯钨进行了不同变形圈数下的高压扭转实验。采用电子背散射衍射技术 (EBSD) 和透射电子显微技术 (TEM) 对变形前后的晶界形貌进行表征, 分析了晶界取向差在变形过程中的演化过程和晶界上位错的运动规律。采用修正的位错晶界模型对大角度晶界和小角度晶界进行能量分解计算。得出了纯钨高压扭转变形前后晶界能量来源及其变化, 并推导了非平衡晶界的演化机理和形成条件。

1 实验

实验原材料为工业烧结态钨, 致密度约为 97.5%, 纯度 $\geq 99.95\%$ 。采用高压扭转 (HPT) 工艺, 以环形 304L 不锈钢包套实现对试样的径向约束, 实验原理示意图如图 1 所示。在 550 °C 下对纯钨进行了压力为 1.5 GPa, 扭转速度为 1 r/min 的 1、2、5 和 10 圈的高压扭转变形实验。

选取变形前后试样距离圆心 3 mm 处的 $\Phi 3$ mm 圆片进行微观组织测试, 将变形前后的试样进行表面打磨和电解抛光处理, 在 JSM-7001F 型场发射扫描电镜上进行 EBSD 测试, 测试时设备加载电压为 20 kV, 最高分辨率为 1.2 nm, 扫描步长为 0.05 μm 。然后用砂纸将其打磨至厚度为 50~100 μm 后进行离子减薄, 最后将试样在 FEI TECNAI G2 S-TWIN F20 上进行 TEM 测试, 测试电压为 200 kV, 点分辨率为 0.20 nm。观察纯钨变形过程中的组织演化, 分析其变形行为。

2 结果与讨论

2.1 晶界形貌

图 2 所示为纯钨 HPT 变形前后晶界形貌和晶界角度分布图。图中红色、绿色和蓝色分别代表角度为 2° 以下, 2°~15° 和 15° 以上的晶界。图 2a 为纯钨初始样的晶粒形貌, 从图中可以看出试样内部以 15° 以下的小角度晶界为主, 并且在晶粒内部存在大量的亚结构。

收稿日期: 2021-07-23

基金项目: 国家自然科学基金 (51675154, 51705118, 51875158)

作者简介: 薛克敏, 男, 1963 年生, 博士, 教授, 合肥工业大学材料科学与工程学院, 安徽 合肥 230000, 电话: 0551-62901368, E-mail: xuekm@hfut.edu.cn

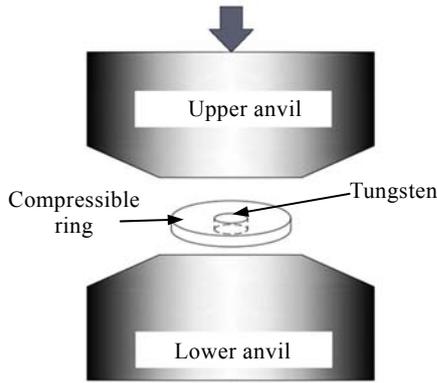


图 1 高压扭转实验原理示意图
Fig.1 Schematic of HPT experiment

经过 1 圈变形后, 试样晶粒得到细化, 小角度界面明显减少, 并且出现了许多小晶粒聚集的团簇, 如图 2b 所示。图 2c 所示为纯钨经过 2 圈 HPT 变形后试样晶界形貌, 图中显示晶内的小角度取向差界面进一步减少, 晶界上的小角度取向差界面进一步增多。纯钨经过 5 圈 HPT 变形后晶粒呈细小等轴状, 并且在尺寸较小的晶粒内部已经几乎观察不到亚晶界, 仅仅在相对较大的晶粒中出现小取向差界面, 并且这些小取向差界面始于晶界, 终于晶界, 如图 2d 所示。图 2e 为纯钨 10 圈 HPT 变形后试样的晶界形貌, 相比 5 圈变形后的试样, 晶粒被进一步细化, 并且在晶内已经几乎观察不到小角度取向差界面。从图 2f 中可以看出随着变形圈数的增加, 试样中大角度晶界比例上升, 小角度晶界比例下降。

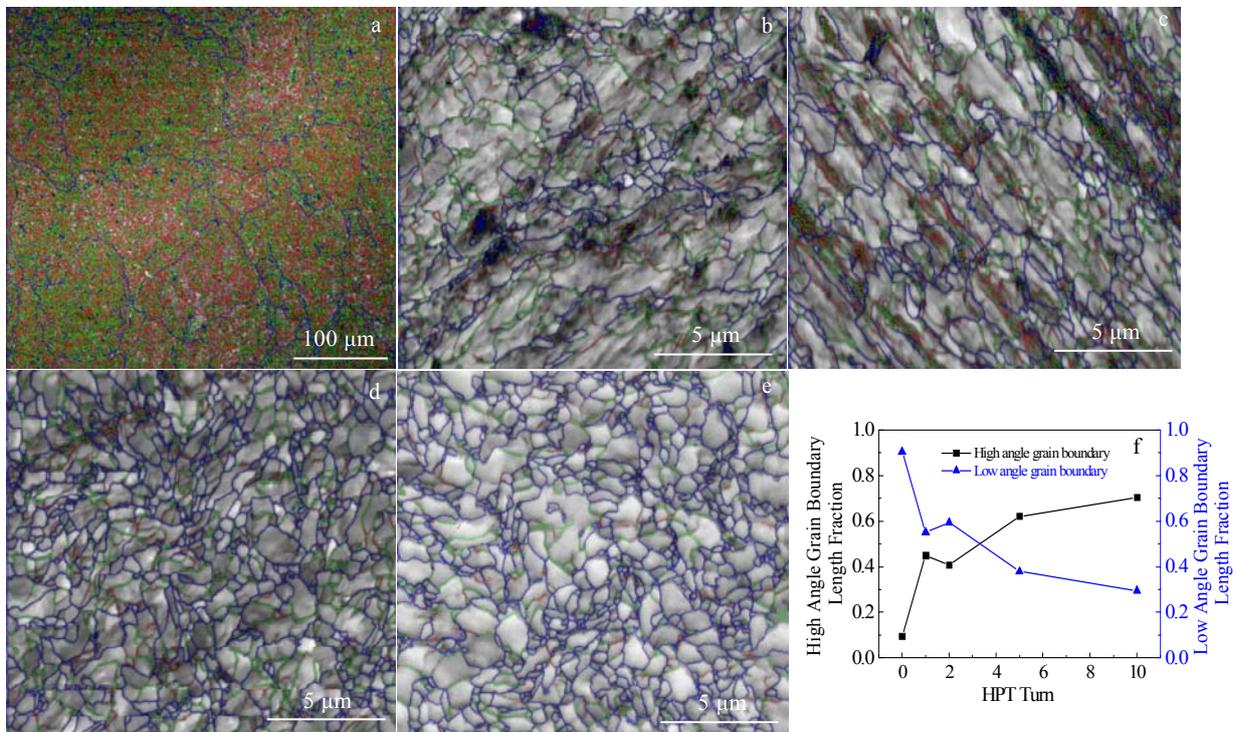


图 2 纯钨 HPT 变形前后试样的晶粒形貌和晶界分布

Fig.2 Grain morphologies of sintered W (a) and HPT-processed W after different deformation turns: (b) 1 turn, (c) 2 turns, (d) 5 turns, and (e) 10 turns; (f) grain boundary fraction change curves

从图 2 可以看出在整个变形过程中试样中大角度晶界比例呈上升趋势, 并且随着变形圈数的增加, 大角度晶界比例上升速率下降。这主要是因为变形过程中晶粒被连续细化, 位错等缺陷不断产生, 逐渐向晶界处聚集, 从而晶界上能量升高, 取向差增大, 导致小角度取向差界面逐渐向大角度取向差界面转变。然而相比 1 圈变形后的试样, 2 圈变形后的试样中大

角度晶界比例略有下降。这是因为在 1 圈变形与 2 圈变形过程中, 试样以晶内位错滑移为主要变形方式, 以位错胞形核为主要细化方式。相比 1 圈变形后的组织, 2 圈变形后的试样中初生的位错胞壁和位错墙等具有小角度取向差亚结构更多, 使得 2 圈变形后试样中的大角度晶界比例相比 1 圈变形后的大角度晶界比例略有降低。

2.2 晶界上的位错演化

图3分别为纯钨HPT变形1圈后试样中的晶界高分辨形貌图和晶界处(110)晶面的形貌图。从图中可以看出,经过1圈HPT变形后,晶界上的位错数量很少,绝大部分位错都分布在晶内,并且伯格斯矢量方向呈随机性分布。这主要是因为1圈变形过程中,一方面试样的主要变形方式为晶内位错滑移,因此变形过程中产生的位错大部分位于晶内。另一方面试样内部的晶粒细化机制为位错胞形核细化,而位错胞在其形成过程需要首先在晶内聚集大量位错。因此在1圈变形后,试样中的位错基本都分布于晶内。

图4为纯钨试样经过2圈变形后的晶界高分辨形貌图和(110)晶面形貌图,对比纯钨HPT变形1圈后的晶界处HRTEM像可知,纯钨试样在经过2圈变形后,晶界上的位错数量增多,晶内的位错数量减少,说明在2圈变形过程中晶内的位错逐渐向晶界处移动。这是因为在1圈变形后,试样中的晶粒已经得到大幅度的细化(根据EBSD数据得到平均晶粒尺寸由从初始样的 $65.45\ \mu\text{m}$ 细化至 $2.32\ \mu\text{m}$),晶内位错胞的数量和尺寸也随之降低,位错胞的细化作用相对减弱,但此时晶粒尺寸仍然大于位错平均自由程,因此变形时晶内位错滑移占主导作用,而晶内位错在变形过程中会逐渐向晶界处移动,所以2圈变形后晶内位错数量相对减少,晶界上位错数量相对增多。

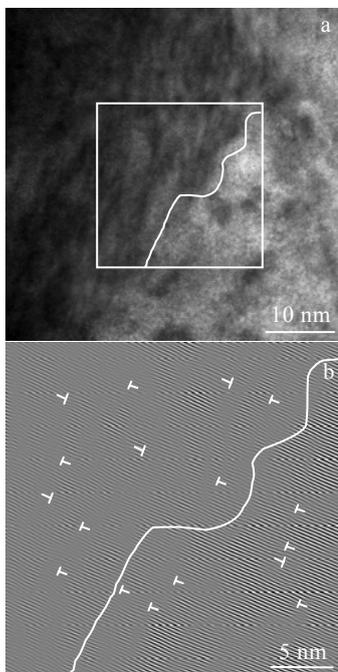


图3 纯钨1圈HPT后的HRTEM像

Fig.3 HRTEM image of grain boundary (a) and crystal plane morphology of (110) on grain boundary (b) for 1 turn HPT-processed W

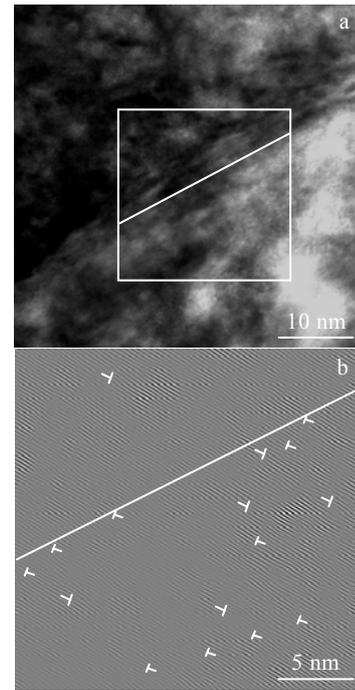


图4 纯钨2圈HPT后的HRTEM像

Fig.4 HRTEM image of grain boundary (a) and crystal plane morphology of (110) on grain boundary (b) for 2 turns HPT-processed

图5为纯钨试样经过5圈变形后的晶界高分辨形貌图和(110)晶面形貌图,对比图4可知,纯钨试样经过5圈变形后,晶界上的位错数量进一步增多,并且其伯格斯矢量几乎都是沿晶界走向,而在晶粒内部只是零散分布着部分位错。说明纯钨在5圈变形后,晶粒内部分布的独立位错数目相比2圈变形后降低,同时晶界上位错数量增多,并且开始发生有序化排列。这主要是因为经过5圈变形后,晶粒已经被细化至纳米级别($0.92\ \mu\text{m}$),此时位错的平均自由程已经大于晶粒尺寸,因此在晶粒内部几乎不会发生位错滑移,微观变形时位错反应机制引起的孪生变形占主导作用^[12],在发生位错反应后,同号位错相加,异号位错相消,最终使得晶界上的位错产生有序化排列的现象。

图6为纯钨试样经过10圈变形后的晶界高分辨形貌图和(110)晶面形貌图,对比图5可以看出,在晶粒内部几乎无位错,位错基本都分布在晶界上,同时晶界上的位错数量增加,且有序化程度大大提高。这是因为在10圈变形后,纯钨晶粒已经完全细化至纳米级($0.69\ \mu\text{m}$),试样中主要靠晶界处的位错反应孪生机制发生变形,因此位错会在晶界上大量聚集,在位错反应孪生变形的过程中,位错也会发生有序化排列,在此变形机制的作用下,晶界上的位错密度上升并且位错排列整齐,有序化程度提高。

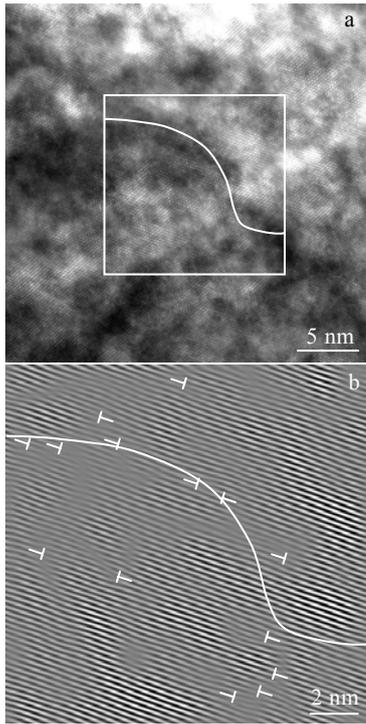


图 5 纯钨 5 圈 HPT 后的 HRTEM 像

Fig.5 HRTEM image of grain boundary (a) and crystal plane morphology of (110) on grain boundary (b) for 5 turns HPT-processed W

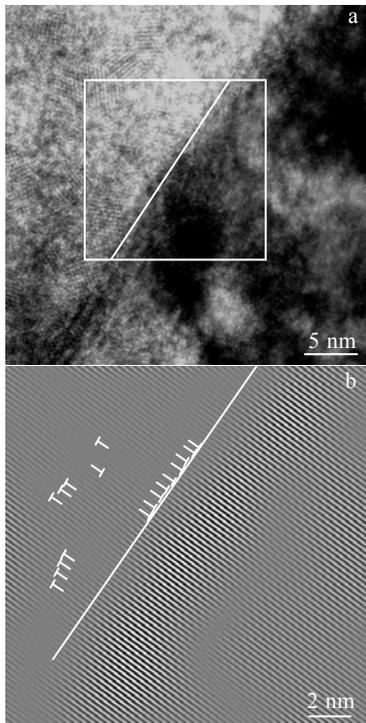


图 6 纯钨 10 圈 HPT 后的 HRTEM 像

Fig.6 HRTEM image of grain boundary (a) and crystal plane morphology of (110) on grain boundary (b) for 10 turns HPT-processed W

2.3 晶界能量

为了进一步研究纯钨晶界在高压扭转变形中的演化过程，采用晶界位错模型对变形前后的晶界能量进行计算。根据经典的 R-S 晶界模型^[13]，认为晶界实际上是由周期性分布的位错组成，能量计算公式为：

$$\gamma_L = \gamma_0 (A - \ln \theta) \tag{1}$$

式中， θ 为晶界角度， γ_0 和 A 为常数。 A 通常取 1，对于 W， $\gamma_0 = 1.344 \text{ J/m}^2$ ^[14]。然而对于大角度晶界，由于位错核心的重叠，此公式不再适用。对于大角度晶界，采用 F-B 模型进行计算^[15]，将大角度晶界视为一个组合位错，其位错强度 B 满足：

$$B = \sqrt{2(1 - \cos \theta)} X \tag{2}$$

式中， X 为对应的晶界长度。晶界能量 γ_H 即为此组合位错的能量：

$$\gamma_H = k \frac{GbB}{X} \tag{3}$$

式中， G 为纯钨剪切模量，为 161 GPa^[16]。 b 为纯钨的伯格矢量。 k 为修正系数，此处取 0.1^[17]。

综上所述，晶界能量计算公式通过式 (1) 和式 (3) 可分别计算出所有晶界上本征位错的能量，因此晶界能量关于晶界取向差的函数 $\gamma(\theta)$ ：

$$\gamma(\theta) = \begin{cases} \gamma_0 \theta (A - \ln \theta) & \theta < 15^\circ \\ G(1 - \theta^{-1}) X(\theta) & \theta > 15^\circ \end{cases} \tag{4}$$

式中， $X(\theta)$ 表示晶界取向差为 θ 时对应的晶界长度。

利用位错晶界模型即可得出平均单位晶界能 $\bar{\gamma}$ ，计算公式为^[18]：

$$\bar{\gamma} = \sum_0^{70} [\gamma(\theta) f(\theta)] \tag{5}$$

式中， $f(\theta)$ 为不同晶界角度的占比对晶界角度的函数，可以通过 EBSD 测试获得，如图 7 所示。同时取向差为 θ 的晶界对应的长度 $X(\theta)$ 可用 $f(\theta)$ 表示，计算公式为：

$$X(\theta) = X_m f(\theta) \tag{6}$$

式中， X_m 为晶界总长度，变形前后试样 EBSD 测试区域内晶界的总长度如表 1 所示。最终可计算出变形前后试样中晶界上本征位错的能量。

为了进一步研究纯钨在根据 HPT 试样变形前后的微观参数测试和计算结果，可计算出 HPT 变形后晶界上的各项能量及其能量总和 (γ_{sum})，计算结果如表 2 所示。从整体上看，变形后试样在晶界处的能量大幅增加。从计算结果可知，变形后试样中晶界上本征位错能量 ($\bar{\gamma}$) 总体呈增大趋势，这是因为在变形过程中大角度晶界的比例越来越大。而在 2 圈变形后的试样中，本征位错能量相比 1 圈变形后略有减少，这是因为在 2 圈变形

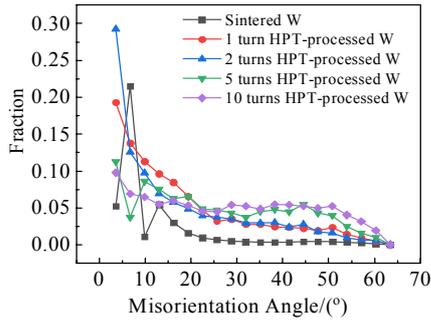


图 7 纯钨 HPT 不同变形圈数下的晶界角度分数

Fig.7 Grain boundary angle fraction of HPT-processed W after different deformation turns

表 1 纯钨 HPT 变形前后测试区域内晶界总长度

Table 1 Total length of grain boundaries in test area before and after HPT process of W

HPT turn	0	1	2	5	10
Length/ μm	529	1133	1424	1716	1885

后的试样中仍以位错胞形核为主要细化方式，不断有新的小角度晶粒产生，因此 2 圈变形后的试样中本征位错能量略有降低。变形圈数超过 2 圈后，随着变形圈数的增加，大角度晶界占比增加，晶界上本征位错能量也随之增加。

从表中可知， γ_{ex} 的值随着圈数的增大而增大。在初始样中，晶界上储存的额外位错能量 (γ_{ex}) 大于本征位错能量，这与烧结钨本身状态有关；在 HPT 变形 1 圈和 2 圈后，晶界上储存的额外位错能量小于本征位错能量，但仍然呈上升趋势，这是因为在变形初期，试样的细化方式以晶内位错胞形核与位错墙分割晶粒为主，在此过程中需要形成大量具有一定取向差的新界面，因此单位面积上的本征位错能量相比额外位错能量较大；随着变形圈数的增大， γ_{ex} 的值大于本征位错能量，说明在变形过程中，晶界上储存的位错数量越来越多，这是因为此时晶粒的平均尺寸已经细化至位错平均自由程以下，变形协调以晶界上的位错反应与晶界和位错之间

表 2 纯钨 HPT 变形前后的晶界能量

Table 2 Grain boundary energy of sintered and HPT-processed W

HPT turn	$\bar{\gamma} / \text{J} \cdot \text{m}^{-2}$	$\gamma_{\text{ex}} / \text{J} \cdot \text{m}^{-2}$	$\gamma_{\text{sum}} / \text{J} \cdot \text{m}^{-2}$
0	0.57	0.69	1.26
1	1.33	0.75	2.08
2	1.25	0.94	2.19
5	1.82	2.91	4.73
10	2.10	7.91	10.01

的反应为主，使得在晶界处积累大量位错缺陷，此时额外位错能量上升较快。

2.4 非平衡晶界演化

图 8 为经过 5 圈 HPT 变形后观察到的晶界。图 8a 为晶界处的高分辨图像，可以看出晶粒 A 内部原子排列整齐，晶格缺陷很少，但在 B 晶粒一侧则模糊不清，存在大量的晶格缺陷，并且在晶界处晶面扭曲，存在消光轮廓，说明该晶界为非平衡晶界，测量得到 2 个晶粒间的取向差为 18.5° ，属于大角度晶界。图 8b 为 2 个晶粒在晶界处 (101) 晶面的高分辨图像，从图中测量可得该非平衡晶界的厚度约为 7.6 nm，远远高于普通晶界厚度 (1~2 nm)，并且同时具有晶界两侧晶粒的取向特征。并且在 B 晶粒一侧的非平衡晶界处出现大量的周期性等距条纹，与 Liu 等^[19]在铝合金 HPT 中观测到的非平衡晶界类似。

这些条纹一方面可能是由于晶界上原子排布复杂形成的晶格缺陷，另一方面也可能是 2 组互成一定角度的晶面相互干涉形成的莫尔条纹。根据莫尔条纹间距计算公式^[20]：

$$m = \frac{d_p}{\sqrt{2 - 2\cos\theta}} \quad (7)$$

式中， m 为莫尔条纹间距， d_p 为晶面间距， θ 为 2 组晶面的夹角。

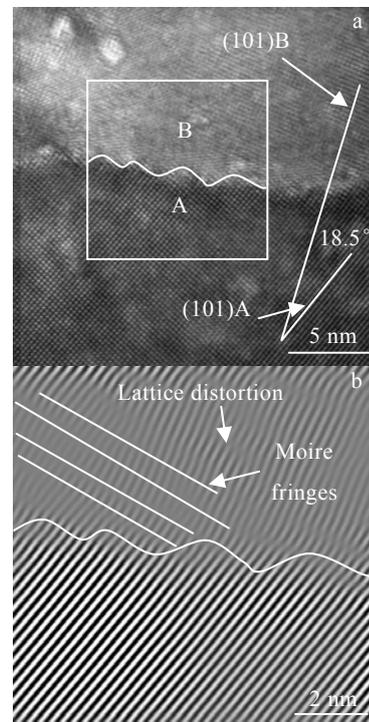


图 8 纯钨 5 圈 HPT 后的微观组织

Fig.8 Microstructure of 5 turns HPT-processed W: (a) HRTEM image of non-equilibrium grain boundary; (b) (101) crystal plane in non-equilibrium boundary

代入钨在(101)上的晶面间距和晶面夹角计算可知, $m=0.760\text{ nm}$ 。测量图 8b 周期性条纹间距为 0.776 nm , 在允许误差范围内, 表明图 8b 中并非应力场导致的晶格畸变, 而是晶面干涉出现的莫尔条纹。此时的晶界相比普通晶界, 晶界的厚度增加, 晶界上的位错密度大幅提升。这种结构的转变被定义为晶界的非平衡态转变, 转变后的晶界即为非平衡晶界。

非平衡晶界是大塑性变形后的超细晶材料中一种独特的晶界, 对于其判据及产生机理, 在目前各国研究中并无统一论。根据纯钨 HPT 变形后晶界处的 TEM 组织可以看出, 当纯钨晶粒在 HPT 变形过程中被细化至一定程度后, 此时位错会在晶界处聚集并发生有序化排列, 在此过程中晶界厚度与晶界能量急剧上升, 形成非平衡晶界。由于晶界处于两晶粒之间, 因此在晶界区域内同时具有两侧晶粒的取向特征, 导致非平衡晶界两侧晶粒的晶面互成角度时, 产生莫尔条纹, 使晶界具有短程有序的特征。普通晶界的厚度(1~2 nm)很低, 并且原子排布并不规则, 难以观察到莫尔条纹。因此, 相比普通晶界, 非平衡晶界的能量更高, 厚度更大。因此晶界上的莫尔条纹和晶界厚度可作为非平衡晶界的重要判据。

综上所述, 非平衡晶界形成的原因是在变形过程中由于晶粒被细化至纳米级, 微观变形方式主要以晶界滑移和晶界处位错反应孪生为主, 导致位错在晶界处聚集形成应力场。随着变形过程的进行, 应力场的强度和影响范围随之扩大, 表现为晶界厚度增加以及晶界上晶格畸变程度提高。因此只有当晶粒以晶界和位错相互作用为主要微观变形方式发生变形时, 晶界上才会积累大量能量形成非平衡晶界。晶粒的微观变形方式与其尺寸大小有很大关系, 一般以位错的平均自由程为分界^[21]; 尺寸远大于位错平均自由程的晶粒以晶内位错滑移为主要变形方式, 尺寸低于位错平均自由程的晶粒以晶界和位错相互作用为主要变形方式。因此对于存在非平衡晶界的晶粒, 其尺寸与位错的平均自由程相比要相近或更小。

3 结 论

1) 纯钨经过大塑性变形后, 试样中的大角度晶界比例整体呈上升趋势, 而在变形初期由于大量亚晶的产生, 试样中的大角度晶界比例略有下降。并且随着变形程度的增加, 晶界上的本征位错能量和额外位错能量越来越高。

2) 在经过大塑性变形后的材料中, 晶界会向非平衡态转变, 其厚度会显著上升, 并且具有短程有序结构, 形成非平衡晶界。这是在晶界滑移变形过程中位

错在晶界处塞积形成应力场以及应力场强度和影响范围的扩大造成的。较大的晶界厚度与晶界上的莫尔条纹可作为非平衡晶界的判定依据。

3) 非平衡晶界产生的条件与晶粒尺寸有直接关系, 约以位错的平均自由程为界。当晶粒尺寸远大于位错平均自由程时, 试样变形以晶内位错滑移为主, 无法在晶界处积累大量能量向非平衡态转变; 只有当晶粒尺寸和位错平均自由程相近或与之相比更小时, 才有可能形成具有特殊结构的非平衡晶界。

参考文献 References

- [1] Li Ping(李 萍), Hua Yaling(华雅玲), Lin Quan(林 泉) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(7): 2220
- [2] Xue K M, Guo Y S, Zhou Y F *et al. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2021, 94: 105 377
- [3] Wu Fang(伍 方), Sun Zhonggang(孙中刚), Li Bangyi(李邦祥) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(10): 3490
- [4] Li Ping(李 萍), Hua Rui(华 睿), Xue Kemin(薛克敏) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(2): 529
- [5] Sun Dazhi(孙大智), Li Ping(李 萍), Lin Quan(林 泉) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(3): 937
- [6] Yang Guangyu(杨广宇), Yang Pengwei(杨鹏伟), Liu Nan(刘楠) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(8): 2580
- [7] Li Ping(李 萍), Lin Quan(林 泉), Zhou Yufeng(周玉峰) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2019, 55(4): 521
- [8] Li Ping, Duan Zihao, Wu Tao *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2020, 49(9): 3012
- [9] Zimmerman J, Sharma A, Divinski S V *et al. Scripta Materialia*[J], 2020, 182: 90
- [10] Mulyukov R R, Korznikova G F, Nazarov K S *et al. Acta Mechanica*[J], 2021, 232: 1815
- [11] Valiev R. *Nature Materials*[J], 2004, 3(8): 511
- [12] Ogawa K. *Philosophical Magazine*[J], 1965, 11(110): 217
- [13] Read W T, Shockley W. *Physical Review*[J], 1950, 78(3): 275
- [14] Zhao Y H. *Journal of Non-Crystalline Solids*[J], 2006, 352(52-54): 5578
- [15] Schenk A. *Solid-State Electronics*[J], 1992, 35(11): 1585
- [16] Srivastav A K, Chawake N, Murty B S. *Scripta Materialia*[J], 2015, 98: 20
- [17] Le K C. *International Journal of Engineering Science*[J],

- 2016, 100(1): 1
- [18] Sun Dazhi(孙大智). *Dissertation for Master(硕士论文)*[D]. Hefei: Hefei University of Technology, 2017
- [19] Liu M P, Roven H J, Ungár T *et al. Materials Science Forum*[J], 2008, 584-586: 528
- [20] He Chunjuan(何春娟), Liu Rongxia(刘绒霞), Cao Lei(曹磊). *Journal of Xi'an Institute of Technology(西安工业学院学报)*[J], 2005, 25(6): 565
- [21] Devincere B, Hoc T, Kubin L. *Science*[J], 2008, 320(5884): 1745

Grain Boundary Evolution and Forming Mechanism of Non-Equilibrium Grain Boundary of Tungsten in High Pressure Torsion

Xue Kemin, Zhou Yufeng, Wang Xue, Li Ping

(School of Materials Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230000, China)

Abstract: The experiments of high pressure torsion (HPT) subjected to tungsten were conducted under 1, 2, 5 and 10 turn at 550 °C. The microstructures of sintered and HPT-processed tungsten were characterized by electron backscatter diffusion (EBSD) and transmission electronic microscopy (TEM). The results show that after the large plastic deformation of W, the grains of sintered tungsten are refined and the proportion of high angle grain boundary increases. Meanwhile, the dislocations move towards the grain boundary and rearrange orderly during HPT process. The grain boundary energy of sintered and HPT-processed tungsten were calculated by modified dislocation model. It is found that the grain boundary energy keep increasing after large plastic deformation and the energy mainly comes from the excess dislocation accumulated at the grain boundaries during the deformation process. Also, the non-equilibrium grain boundary is observed in the deformed sample. It is only formed in materials with grain size below the mean free path of dislocations and in materials with severe plastic deformation. In high resolution TEM, it shows the features of thick grain boundary thickness and Moire fringes caused by crystal plane interference.

Key words: pure tungsten; high pressure torsion; grain boundary evolution; non-equilibrium grain boundary

Corresponding author: Li Ping, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230000, P. R. China, Tel: 0086-551-62901368, E-mail: li_ping@hfut.edu.cn