

# 形变及热处理对 690 合金晶界特征分布的影响

夏 爽, 周邦新, 陈文觉

(上海大学, 上海 200072)

**摘 要:**应用电子背散射衍射 (EBSD) 和取向成像显微技术 (OIM) 研究了材料初始状态、冷轧压下量和 1100 °C 退火对 690 合金晶界特征分布 (GBCD) 的影响。低层错能面心立方金属镍基 690 合金, 冷轧 5% 后在 1100 °C 退火 5 min 可使低  $\Sigma$ CSL (coincidence site lattice,  $\Sigma \leq 29$ ) 晶界比例提高到 70% 以上 (Palumbo-Aust 标准), 同时形成大尺寸的晶粒团簇。低  $\Sigma$ CSL 晶界比例和这种晶粒团簇的尺寸随冷轧压下量的增加而下降。初始状态的固溶或时效对 690 合金在 1100 °C 再结晶退火后的晶界特征分布无明显影响。

**关键词:**晶界特征分布; 晶界工程; 退火孪晶; EBSD; 镍基 690 合金

**中图法分类号:** TG146.1<sup>+</sup>5; O785<sup>+</sup>.7

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2008)06-0999-05

1984 年 Watanabe 提出了“晶界设计与控制的概念”<sup>[1]</sup>, 随之出现了晶界工程 (grain boundary engineering, GBE) 这一研究领域<sup>[2]</sup>。通过合适的形变及热处理工艺, 提高材料的低  $\Sigma$ CSL 晶界比例, 就可以改善材料与晶界有关的多种性能, 比如: 晶间腐蚀<sup>[3-5]</sup>、断裂<sup>[6,7]</sup>、合金及杂质元素的偏聚<sup>[8,9]</sup>、蠕变<sup>[10,11]</sup>等。CSL 是指重位点阵 (coincidence site lattice);  $\Sigma$  指点阵的重合度, 比如 2 个点阵之间每 7 个阵点中就有 1 个重合时,  $\Sigma=7$ ; CSL 晶界指晶界两侧晶粒之间有重位点阵关系的晶界; 低  $\Sigma$ CSL 晶界指  $\Sigma \leq 29$  的 CSL 晶界。

晶界工程已经成功地运用于许多低层错能的面心立方金属材料, 如: 奥氏体不锈钢<sup>[5]</sup>、铅合金<sup>[3]</sup>、镍基合金<sup>[4,6]</sup>、铜合金<sup>[12]</sup>等。通过适当的处理工艺可以提高该类材料中的退火孪晶 ( $\Sigma 3$ ) 比例和与退火孪晶相关晶界 (如  $\Sigma 9$ ,  $\Sigma 27$ ) 的比例, 所以这些文献报道中  $\Sigma 3^n$  ( $n$  为正整数, 在低  $\Sigma$  范畴中只指  $n=1, 2, 3$  的情况) 晶界比例是构成晶界特征分布 (grain boundary character distribution) 的主体。晶界特征分布是指各种类型晶界所占的比例。用 CSL 模型来定义晶界, 将晶界分为低  $\Sigma$ CSL 晶界和随机晶界, 其中随机晶界指  $\Sigma > 29$  的晶界和一般大角度晶界。

镍基 690 合金有着优良的耐腐蚀性能, 作为压水堆核电站蒸汽发生器的传热管材, 是它重要的一个应用方面<sup>[13,14]</sup>。由于不断要求延长设备及部件的使用寿命, 需要进一步提高材料的耐腐蚀性能。690 合金也是一种低层错能的面心立方金属材料, 所以可以通过

提高合金中的退火孪晶比例来提高低  $\Sigma$ CSL 晶界比例, 从而进一步提高材料的耐腐蚀性能。但对调整 690 合金晶界特征分布的处理工艺还未见报道。电子背散射衍射 EBSD (electron backscatter diffraction) 现在已经成为研究微区晶体取向问题的重要手段<sup>[15]</sup>, 在研究晶界特征分布问题中发挥着重要的作用。本工作借助 EBSD 技术研究了冷轧变形及热处理工艺对 690 合金晶界特征分布的影响。

## 1 实 验

试验用材料为镍基 690 合金, 其成分列于表 1。样品均封入石英管内进行热处理, 真空度为  $5 \times 10^{-3}$  Pa, 加热结束后迅速将石英管在水中砸破, 使样品淬火 (WQ)。冷轧采用辊径为 130 mm 的双辊轧机。样品进行电解抛光获得干净的表面, 电解液成分为: 20% HClO<sub>4</sub> + 80% CH<sub>3</sub>COOH, 抛光电压为 30 V。采用 TSL-EBSD 系统, 它安装在 Hitachi-S570 扫描电子显微镜中。对样品表面逐点逐行进行扫描, 收集背散射电子菊池衍射花样, 经 OIM 系统处理得到一系列晶体学信息。测量系统按照 Palumbo-Aust 标准<sup>[16]</sup> ( $\Delta \theta_{\max} = 15^\circ \Sigma^{-5/6}$ ) 确定  $\Sigma$  值, 低  $\Sigma$ CSL 晶界比例以统计晶界长度的百分比计算。每个样品用 EBSD 扫描 3 处不同区域, 每次扫描面积大于 1000  $\mu\text{m} \times 1000 \mu\text{m}$ 。实验选择了 5%, 20% 和 50% 3 种冷轧压下量, 对 2 种不同初始状态的 690 合金 (固溶状态和时效状态) 分别冷轧, 再在 1100 °C 再结晶退火 5 min。各样品的具体处理工

收稿日期: 2007-06-06

基金项目: 国家重点基础研究发展规划项目 (2006CB605001) 和上海市重点学科建设项目 (T 0101) 资助

作者简介: 夏 爽, 男, 1979 年生, 博士, 上海大学材料研究所, 上海 200072, 电话: 021-56385923, E-mail: xs@shu.edu.cn

艺列于表 2 中。

表 1 镍基 690 合金成分

Table 1 Composition of Ni based 690 alloy (wt%)

Ni	Cr	Fe	C	N	Ti	Al	Si
60.52	28.91	9.45	0.025	0.008	0.4	0.34	0.14

表 2 6 种样品的处理工艺

Table 2 Thermomechanical treatments of six specimen

Specimen No.	S1	S2	S3	S4	S5	S6
Starting stage	Solution annealed (1100 °C, 15 min+ WQ)			Aged (Solution annealed+715 °C, 15 h)		
Cold rolling reduction/%	5	20	50	5	20	50
Annealing time (at 1100 °C)/min	5					

## 2 实验结果

图 1 是 690 合金经过 1100 °C 固溶 15 min 后的 OIM 图和 (001) 极图。经固溶处理后样品的低  $\Sigma$ CSL 晶界的比例为 49.6%，其中  $\Sigma 1$  为 3.5%， $\Sigma 3$  为 43.6%， $\Sigma 9 + \Sigma 27$  为 1.5%，其它低  $\Sigma$ CSL 为 1%。孪晶界 ( $\Sigma 3$ ) 以单独的直线或直线对的形态出现，如图 1a 所示。

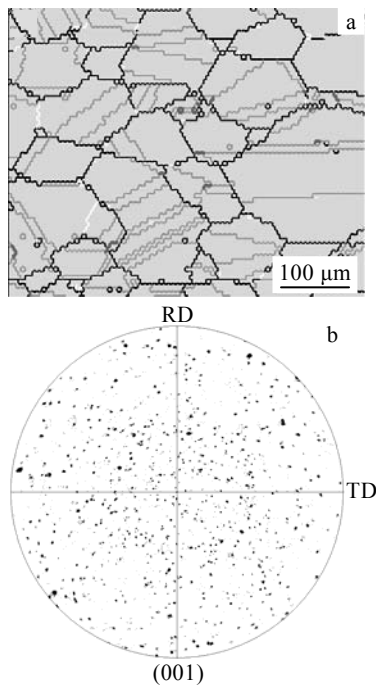


图 1 固溶材料的 OIM 图 (a) 和 (001) 极图 (b)

Fig.1 OIM map (a) and (001) pole figure (b) of the starting material by (solution annealed). The thin gray lines denote  $\Sigma 3$  boundaries, the thick gray lines denote  $\Sigma 9$  and  $\Sigma 27$  boundaries, the thin white lines denote  $\Sigma 1$  and other low  $\Sigma$ CSL boundaries

从 (001) 极图来看，材料没有织构的。在 715 °C 时效 15 h 后，材料的晶界特征分布，OIM 图中晶界的形态，及织构都没有变化，所以不再给出。

对表 2 中样品 S1~S6 进行 EBSD 测定，它们的晶界特征分布如图 2 所示。690 合金是一种低层错能的面心立方金属，在形变及退火后会产生大量退火孪晶。退火孪晶与母体晶粒有着  $\langle 111 \rangle / 60^\circ$  的取向差关系，这正好是  $\Sigma 3$  重位点阵关系<sup>[2]</sup>。图 2a 是  $\Sigma 3$  晶界比例与冷轧压下量的关系。不论初始是固溶状态还是时效状态，经冷轧 5% 再在 1100 °C 退火后， $\Sigma 3$  晶界比例都比较高，超过 60%。这说明小形变量冷轧后，经再结晶退火可得到高比例的退火孪晶。随着冷轧压下量的增加， $\Sigma 3$  晶界比例下降。冷轧 20% 后在 1100 °C 退火样品的  $\Sigma 3$  晶界比例在 45%~50% 之间；而冷轧压下量增加到 50% 后， $\Sigma 3$  晶界比例则更低。这说明在同样的退火条件下退火孪晶比例随冷轧压下量增加而下降。当一个母体晶粒中生成多个退火孪晶时，这些退火孪晶之间也有特定的取向关系。这些孪晶相遇，就会形成  $\Sigma 3^n$  晶界，这就是多重孪晶 (multiple twinning) 现象<sup>[17]</sup>。所以  $\Sigma 9$  和  $\Sigma 27$  晶界比例之和与  $\Sigma 3$  孪晶界比例有很好的对应关系。当  $\Sigma 3$  比例高时， $\Sigma 9$  和  $\Sigma 27$  晶界比例之和也相对较高，如图 2b 所示。所以  $\Sigma 9$  和  $\Sigma 27$  晶界比例之和也是随冷轧压下量增加而下降的。 $\Sigma 1$  晶界是指晶粒间取向差小于  $15^\circ$  的晶界，就是一般意义上的小角晶界。从图 2c 中可知，小角晶界的比例随冷轧压下量的增加而上升。但它们的总体比例比较低，最高不超过 5%。在总体低  $\Sigma$ CSL 晶界比例中  $\Sigma 3^n$  晶界占绝大多数。这就造成总体低  $\Sigma$ CSL 晶界比例也随冷轧压下量的增加而下降。原始为固溶或时效不同状态的样品，经过同样的处理后它们的晶界特征分布随冷轧退火工艺变化规律基本一致，这说明固溶或时效不同的初始状态对再结晶后的晶界特征分布影响不大。

本实验中晶界特征分布相近的样品具有相似的 OIM 图，所以将具有不同比例低  $\Sigma$ CSL 晶界的样品 S1, S2, S3 的 OIM 图示于图 3，而其它样品的 OIM 图不再一一给出。Gertsman<sup>[17,18]</sup> 用晶粒团簇来描述有大量退火孪晶的显微结构。晶粒团簇有以下特点：晶粒团簇内所有晶粒之间都有  $\Sigma 3^n$  的取向差关系，晶粒团簇与团簇之间基本是随机晶界。但 Gertsman 没有将这种显微结构的特征与材料的处理工艺联系起来。为了说明这种显微结构特征，将含有低  $\Sigma$ CSL 晶界比例最高的图 3a 中各晶粒团簇内的几个不相邻晶粒之间的取向差列于表 3。分析表 3 中的数据可以看出，同一个团簇内的晶粒虽然互不相邻，但它们之间仍然保持着

$\Sigma 3^n$  的取向差关系, 这就是低  $\Sigma$ CSL 晶界比例高时出现晶粒团簇的内部特征。

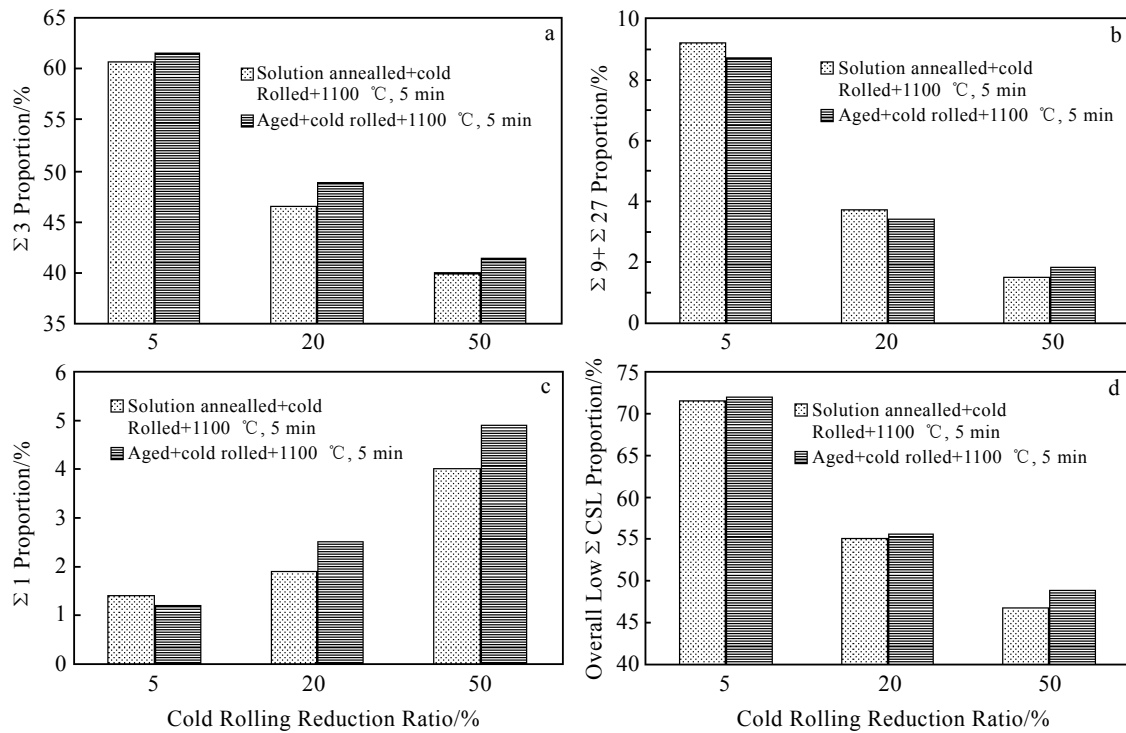


图 2 冷轧及热处理对 690 合金晶界特征分布的影响

Fig.2 Effect of thermomechanical treatment on the grain boundary character distribution: all the x-axis are cold rolling reduction ratio, and the y-axis is the proportion of  $\Sigma 3$  (a),  $\Sigma 9 + \Sigma 27$  (b),  $\Sigma 1$  (c), and overall low  $\Sigma$  CSL (d) proportion, respectively

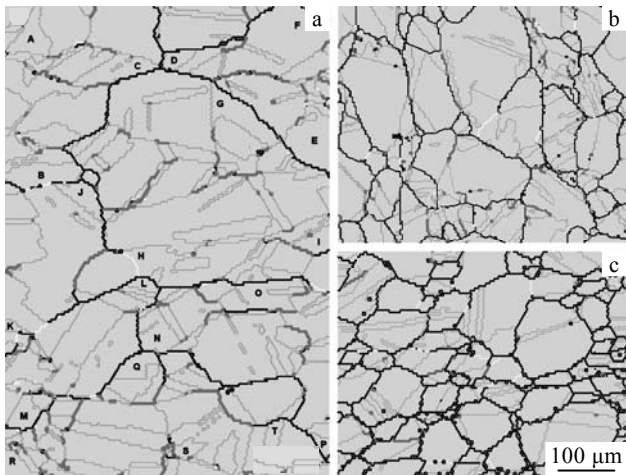


图 3 样品 S1, S2, S3 的 OIM 图

Fig.3 OIM maps for specimen S1 (a), S2 (b), S3 (c): the thin gray lines denote  $\Sigma 3$  boundaries, the thick gray lines denote  $\Sigma 9$  and  $\Sigma 27$  boundaries, the thin white lines denote  $\Sigma 1$  and other low  $\Sigma$ CSL boundaries

比较图 3a, 3b, 3c 不难发现, 晶粒团簇尺寸有明显差别, 随低  $\Sigma$ CSL 晶界比例降低而递减, 并且团簇

表 3 图 3a 中晶粒团簇内不相邻晶粒之间的取向差  
Table 3 Misorientations between non-adjacent grains in some grains-cluster of Fig.3a

Non-adjacent grains	Misorientation	Closest CSL	Deviation, $\Delta\theta/(^\circ)$
A/B	$59.5^\circ [1\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.6
A/C	$59.2^\circ [\bar{1}\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	0.9
B/C	$39.1^\circ [\bar{1}\bar{9}0\bar{2}0]$	$\Sigma 9$	0.3
D/E	$38.9^\circ [\bar{1}\bar{1}0]$	$\Sigma 9$	0.6
D/F	$0.3^\circ [2724]$	$\Sigma 1$	0.3
E/F	$39.1^\circ [\bar{1}\bar{1}0]$	$\Sigma 9$	0.3
G/H	$59.8^\circ [111]$	$\Sigma 3$	0.5
G/I	$35.8^\circ [\bar{1}\bar{3}0\bar{2}\bar{7}]$	$\Sigma 27b$	0.5
H/I	$39.1^\circ [01\bar{1}]$	$\Sigma 9$	0.3
J/K	$59.8^\circ [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.7
L/M	$59.5^\circ [1\bar{1}\bar{1}]$	$\Sigma 3$	0.7
N/O	$59.7^\circ [\bar{1}\bar{1}1]$	$\Sigma 3$	0.5
N/P	$38.8^\circ [130\bar{1}4]$	$\Sigma 9$	1.5
O/P	$35.3^\circ [0\bar{8}15]$	$\Sigma 27b$	1.0
Q/R	$38.7^\circ [513\bar{2}\bar{2}]$	$\Sigma 81a$	0.3
Q/S	$38.9^\circ [22\bar{1}\bar{2}\bar{1}]$	$\Sigma 9$	1.2
Q/T	$31.3^\circ [\bar{1}01]$	$\Sigma 27a$	0.3
R/S	$40.0^\circ [22\bar{2}\bar{1}0]$	$\Sigma 9$	1.1
R/T	$59.9^\circ [1718\bar{1}\bar{7}]$	$\Sigma 3$	0.9
S/T	$59.4^\circ [111]$	$\Sigma 3$	0.8

内  $\Sigma 3^n$  晶界数量也是递减的。其中样品 S1 的低  $\Sigma$ CSL 晶界比例最高, 所对应的晶粒团簇尺寸最大, 并且团簇内有许多  $\Sigma 3^n$  晶界, 构成  $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$  或  $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ - $\Sigma 27$  的三叉界角 (triple junction); 而样品 S3 的低  $\Sigma$ CSL 晶界比例低, 所对应的晶粒团簇尺寸小, 团簇内很少有  $n>1$  的  $\Sigma 3^n$  晶界 (如  $\Sigma 9$  和  $\Sigma 27$ ), 而只出现  $\Sigma 3$  晶界, 这种晶界以单独的直线或直线对的形态存在于团簇内, 如图 3c 所示。

### 3 讨 论

关于中低层错能面心立方金属形变后退火过程中晶界特征分布的演化机制主要有两种观点。其一是 Randle 等提出的“ $\Sigma 3$  再激发模型” ( $\Sigma 3$  regeneration model)<sup>[19]</sup>。该模型认为再结晶时, 2 个含有共格  $\Sigma 3$  晶界的再结晶晶核长大相遇, 相接触部分形成高可动性晶界, 该晶界与其中 1 个晶核内的共格  $\Sigma 3$  晶界相连。该高可动性晶界迁移的同时使得与它相连的共格  $\Sigma 3$  晶界变长, 与另一晶核内的共格  $\Sigma 3$  晶界相遇产生  $\Sigma 9$  晶界, 从而形成  $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$  这种三叉界角。其中  $\Sigma 9$  晶界比另外 2 条共格  $\Sigma 3$  晶界有更高的可动性, 它继续迁移与其它共格  $\Sigma 3$  晶界相遇形成非共格  $\Sigma 3$  晶界, 1 个新的  $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$  三叉界角得以产生。其中那条非共格  $\Sigma 3$  晶界具有最高可动性, 而继续迁移直到耗尽驱动力或再与其它晶界相遇。如此进行下去可实现材料的  $\Sigma 3^n$  晶界比例提高。但这种模型有一个前提, 就是最初 2 个再结晶晶核的取向必须相同或十分相近<sup>[20]</sup>。如果按照定向成核的机制, 那么只有在形成了很强的变形组织后, Randle 等提出的机制才可能发挥作用。

Kumer 等人通过透射电镜观察 600 合金形变后的退火过程, 提出另一种晶界分解的机制<sup>[21]</sup>。材料变形后, 形变储能以位错的形式均匀分布在材料中, 在随后的退火过程中, Kumer 等认为不产生再结晶晶核, 而是形变诱发高  $\Sigma$  值的 CSL 晶界迁移 (strain-induced boundary migration)。这种晶界迁移将形变组织扫除的同时, 该高  $\Sigma$  值的 CSL 晶界会分解成  $\Sigma 3$  晶界和另一可动性更高的 CSL 晶界。比如  $\Sigma 81$  晶界分解成  $\Sigma 3$  晶界和  $\Sigma 27$  晶界,  $\Sigma 51$  晶界分解成  $\Sigma 3$  晶界和  $\Sigma 17$  晶界等, 其中共格  $\Sigma 3$  晶界能量低, 可动性差, 不易迁移而保留下来, 另一晶界可动性高继续迁移直到再次发生分解, 这样使材料中的低  $\Sigma$ CSL 晶界比例提高。

本实验所用的材料在变形前没有织构, 如图 1 所示。并且 5% 的形变量也不足以产生形变织构, 那么, 很难想象不同的再结晶晶核会有相同的取向。在这样的情况下, 同样会得到高比例的  $\Sigma 3^n$  晶界。这说明

Randle 等提出的“ $\Sigma 3$  再激发模型”很难解释本实验得到的结果。一般认为高  $\Sigma$  值的 CSL 晶界结构已没有特殊性, 而被视作随机晶界, 固溶后时效处理时, 碳化物会在该类晶界上大量析出。形变后在 1100 °C 退火时, 碳化物溶解需要一定时间, 所以在短时间的退火过程中, 这些晶界仍会被碳化物钉扎而很难迁移, 也就不会发生 Kumer 所说的晶界迁移过程中的分解。本实验采用时效后的样品进行变形和退火处理, 同样得到了高比例的  $\Sigma 3^n$  晶界, 所以 Kumer 的机制也不能解释本实验得到的结果。

冷轧变形量对 690 合金再结晶后晶界特征分布的影响最大, 这说明再结晶过程在形成晶界特征分布中起了关键作用。一般认为再结晶包括再结晶晶核的形成、再结晶晶核消耗变形组织而长大并彼此相遇的过程。再结晶晶核与形变基体之间是一般大角晶界, 它的迁移是“扫除”形变基体的过程<sup>[22]</sup>。由于 690 合金的层错能低, 所以这些再结晶晶核外的一般大角晶界, 在迁移吸收位错时很容易发生堆垛层错, 产生退火孪晶<sup>[23]</sup>。这种一般大角晶界在靠位错密度差发生迁移时, 不断产生退火孪晶, 由于发生多重孪晶而产生了孪晶链<sup>[24]</sup>, 它们之间就会成为  $\Sigma 3^n$  的取向差关系。退火孪晶会在不同的 (111) 面上产生, 这种孪晶相遇后会形成  $\Sigma 9$  晶界; 而发生多重孪晶后, 这种孪晶之间的相遇又会形成  $\Sigma 3^n$  晶界如  $\Sigma 27$ ,  $\Sigma 81$  等晶界, 所以孪晶比例高的样品中  $\Sigma 9$  和  $\Sigma 27$  晶界比例也相对高。图 3 中同一个团簇内的晶粒虽然互不相邻, 但它们之间仍然保持着  $\Sigma 3^n$  的取向差关系, 因此, 作者认为图 3 中的晶粒团簇是由同一个再结晶晶核在长大过程中不断产生退火孪晶, 发生多重孪晶形成了孪晶链造成的。单位面积的形核数量, 即形核密度与形变量有关, 形变量越大, 形核密度就越高, 再结晶晶核在吞并形变基体的过程中所扩张的面积小, 一般大角晶界迁移的距离也就短, 没有更多的机会产生多重孪晶, 致使  $\Sigma 3^n$  晶界比例低。所以, 晶粒团簇尺寸和团簇内的  $\Sigma 3^n$  晶界数量随冷轧压下量的增加而下降, 这样就造成  $\Sigma 3^n$  晶界比例随冷轧压下量的增加而下降。

### 4 结 论

1) 冷轧 5% 再在 1100 °C 短时间再结晶退火可使 690 合金低  $\Sigma$ CSL 晶比例提高到 70% 以上 (Palumbo-Aust 标准), 同时形成大尺寸的晶粒团簇。团簇内的晶粒之间有  $\Sigma 3^n$  取向差关系。

2) 晶粒团簇的尺寸和内含  $\Sigma 3^n$  晶界的数量随冷轧压下量的增加而下降, 从而使低  $\Sigma$ CSL 晶比例也随冷轧压下量的增加而下降。

3) 初始状态无论是固溶或时效, 对 690 合金经过冷轧变形再在 1100 °C 再结晶退火后的晶界特征分布没有明显影响。

#### 参考文献 References

- [1] Watanabe T. *Res Mechanica*[J], 1984, 11(1): 47
- [2] Randle V. *The Role of the Coincidence Site Lattice in Grain Boundary Engineering*[M]. Cambridge: Cambridge University Press, 1996: 2
- [3] Palumbo G, Erb U. *MRS Bulletin*[J], 1999, 24: 27
- [4] Lin P, Palumbo G, Erb U. *Scripta Metallurgica et Materialia* [J], 1995, 33(9): 1387
- [5] Shimada M, Kokama H, Wang Z J. *Acta Materialia*[J], 2002, 50: 2331
- [6] Crawford D C, Was G S. *Metallurgical Transactions A*[J], 1992, 23(A): 1195
- [7] Watanabe T, Tsurekawa S. *Acta Mater*[J], 1999, 47(15): 4171
- [8] Hong Y B, Kokawa H, Zhan J W. *Scripta Materialia*[J], 2003, 49: 219
- [9] Duh T S, Kai J J, Chen F R *et al. Nucl Mater*[J], 1998, 258: 2064
- [10] Thaveerungsriporn V, Was G S. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1997, 28: 2101
- [11] Lehockey E M, Palumbo G. *Materials Science and Engineering* ring A[J], 1997, 237: 168
- [12] Randle V, Owen G. *Acta Mater*[J], 2006, 54: 1777
- [13] Qiu Shaoyu(邱少宇), Su Xingwan(苏兴万), Wen Yan(文燕). *Nuclear Powered Engineering(核动力工程)*[J], 1995, 16: 336
- [14] Lemire R J, McRae G A. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2001, 294: 141
- [15] Randle V. *Microtexture Determination and Applications*[M]. London: Maney Publishing, 2003: 3
- [16] Palumbo G. *Scripta Materialia* [J], 1998, 38(11): 1685
- [17] Gertsman V Y, Henager C H. *Interface Sci*[J], 2003, 11: 403
- [18] Kopecky C V, Andreeva A V, Sukhomlin G D. *Acta Metall Mater*[J], 1991, 39: 1603
- [19] Randle V. *Acta Mater*[J], 1999, 47: 4187
- [20] Randle V. *Acta Mater*[J], 2004, 52: 4067
- [21] Kumar M, Schwartz A J, King W E. *Acta Mater*[J], 2002, 50: 2599
- [22] Humphreys F J, Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Second ed[M]. Oxford: Elsevier, 2004: 215
- [23] Gottstein G. *Acta Metall*[J], 1984, 32: 1117
- [24] Berger A, Wilbrandt P J, Ernst F. *Progress in Materials Science*[J], 1988, 32: 1

## Effect of Deformation and Heat-Treatments on the Grain Boundary Character Distribution for 690 Alloy

Xia Shuang, Zhou Bangxin, Chen Wenjue  
(Shanghai University, Shanghai 200072, China)

**Abstract:** Effects of initial state, cold rolling reduction ratio, and annealing at 1100 °C on the grain boundary character distribution (GBCD) in 690 alloy have been investigated by electron backscatter diffraction (EBSD) and orientation imaging microscopy (OIM). It can increase the grain boundary ratio of low  $\Sigma$ CSL (coincidence site lattice,  $\Sigma \leq 29$  by Palumbo-Aust criterion) to be more than 70%, and simultaneously forms the grains-cluster of large size by cold rolling of 5% and subsequent annealing high at 1100 °C. The proportion of low  $\Sigma$  CSL grain boundaries and the size of grains-cluster decrease with the increase of strain. The initial state, i.e. solution annealed or aged, does not affect the GBCD obviously.

**Key words:** grain boundary character distribution; grain boundary engineering; annealing twin; EBSD; Ni based 690 alloy

Biography: Xia Shuang, Ph. D., Institute of Materials, Shanghai University, Shanghai 200072, P. R. China, Tel: 0086-21-56385923, E-mail: xs@sohu.com