

Badanie mechanizmów rekrytalizacji w metalach

Jacek Tarasiuk

KFMS, 2007

dr Philippe Gerber, dr Krystian Piękoś

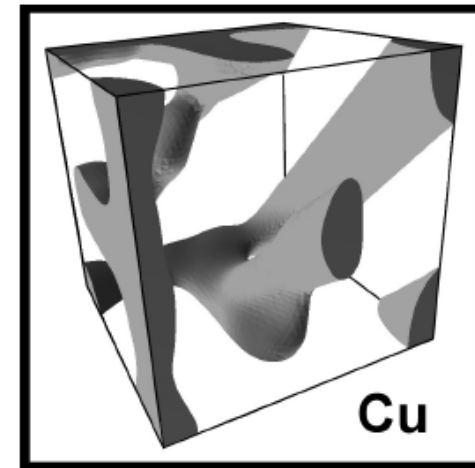
prof. Krzysztof Wierzbanowski

dr Brigitte Bacroix
LPMTM, Univ. Paris XIII

Jacek Tarasiuk

Badanie mechanizmów rekrytalizacji w metalach

*Modele rekrytalizacji i narzędzia analizy tekstury
i mikrostruktury*

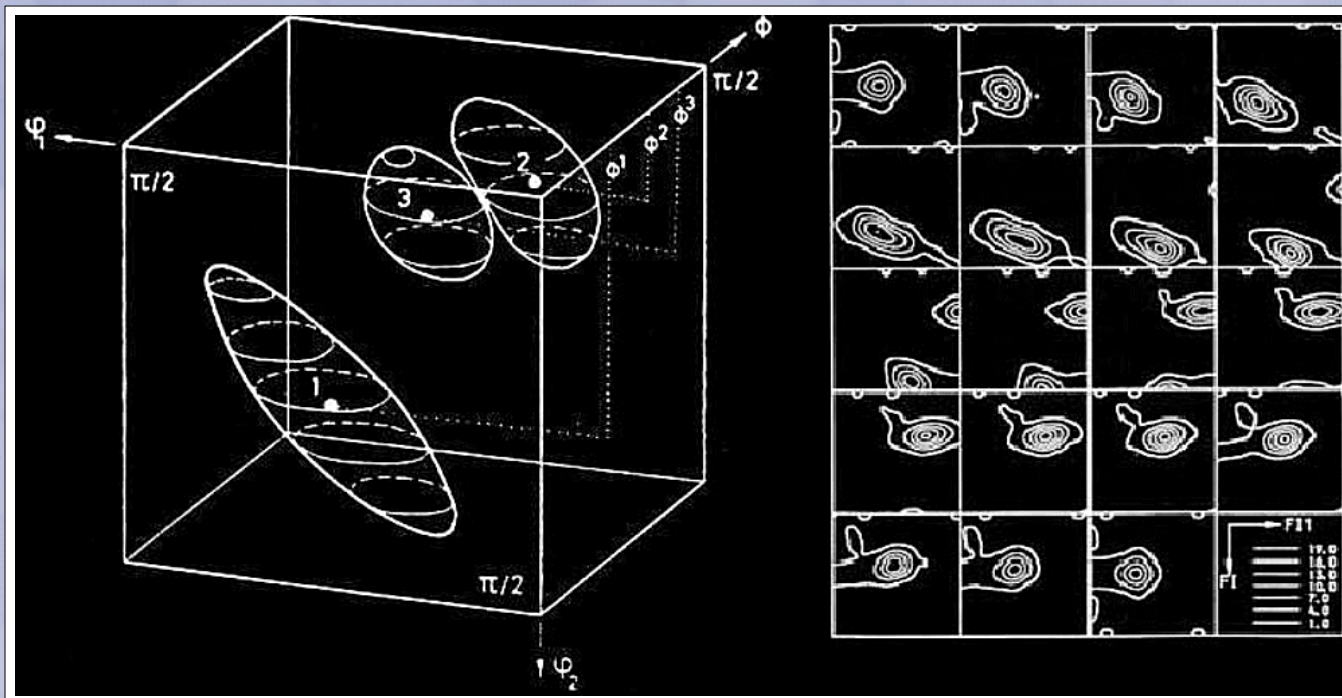
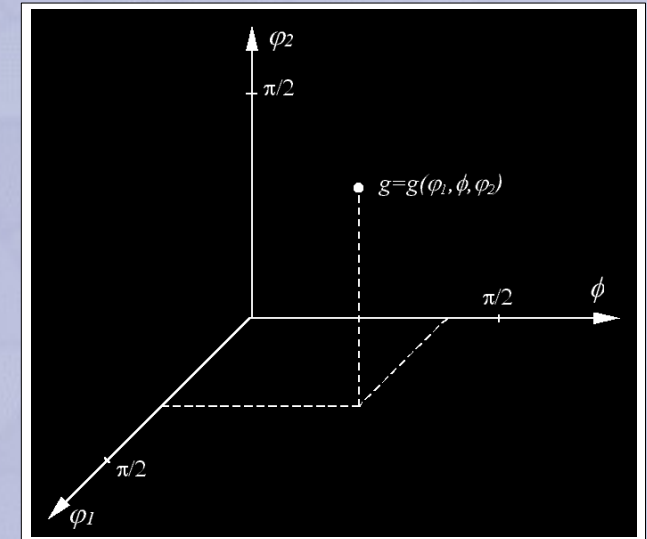
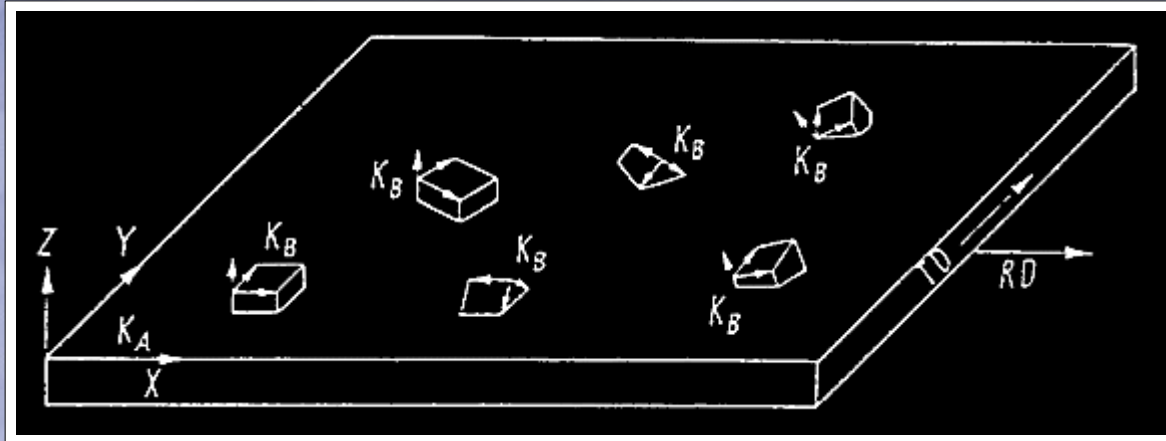


Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej
Akademia Górniczo-Hutnicza
Kraków 2007

Plan referatu

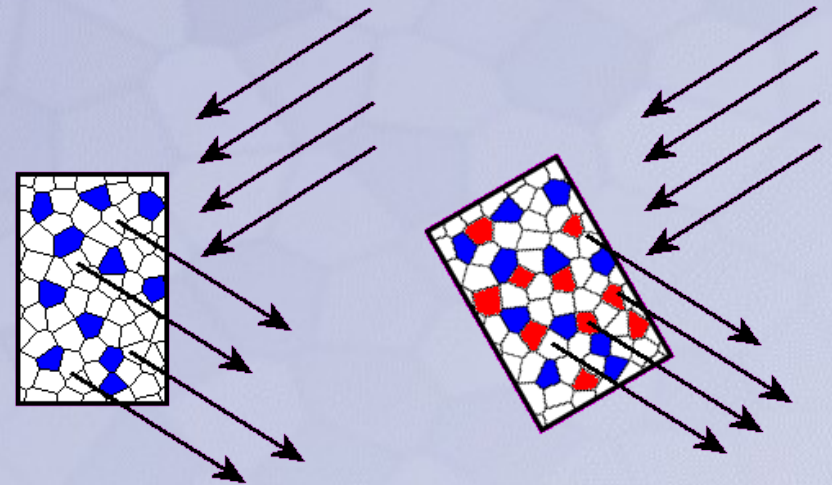
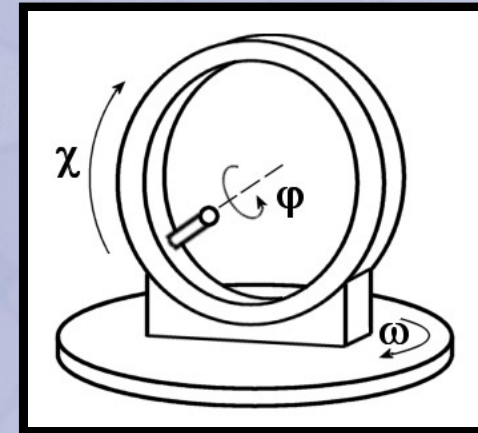
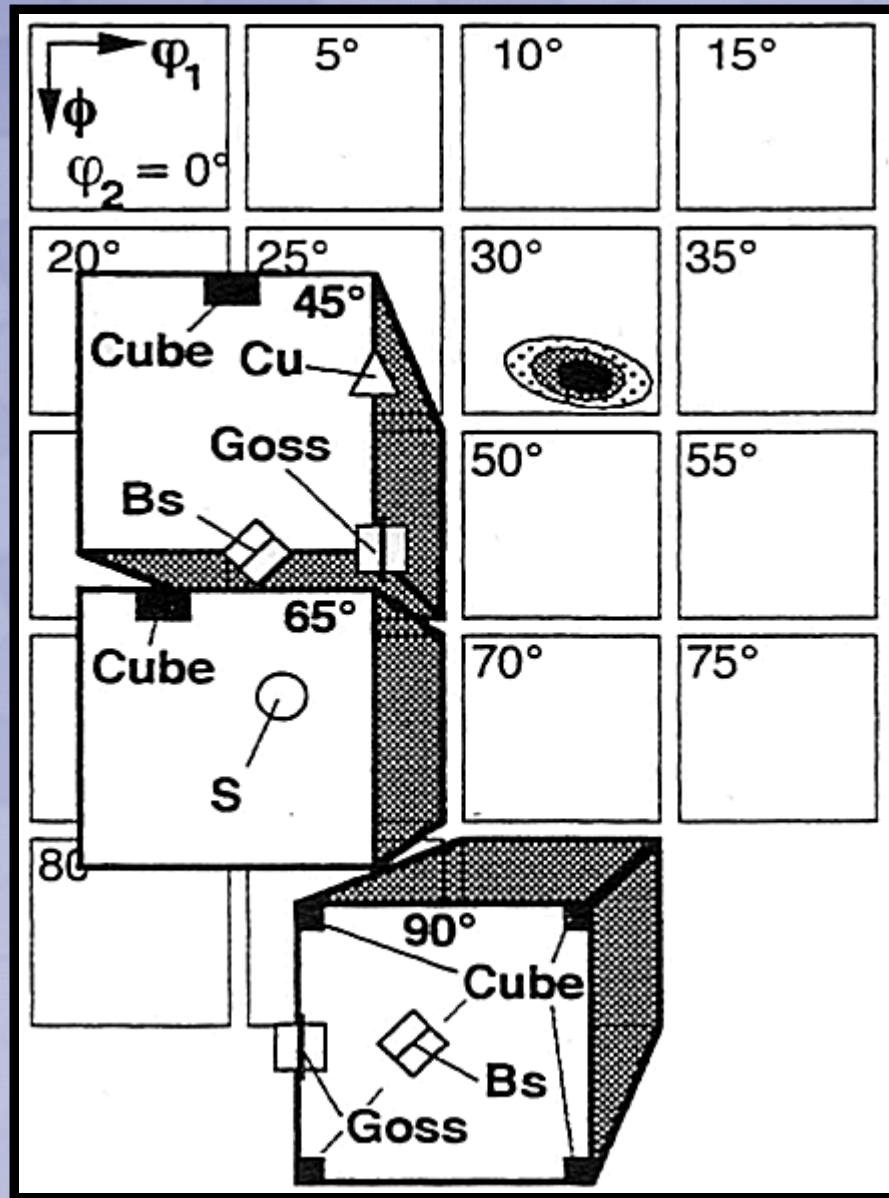
- (1) Krótkie wprowadzenie teoretyczne.
- (2) EBSD - Opis techniki pomiarowej.
- (3) Przegląd zagadnień omawianych w pracy.
- (4) Szacowanie frakcji zrekrystalizowanej.
- (5) Doświadczalne badanie rekrytalizacji w miedzi.
- (6) Modelowanie rekrytalizacji.
- (7) Podsumowanie.

Krótkie wprowadzenie teoretyczne



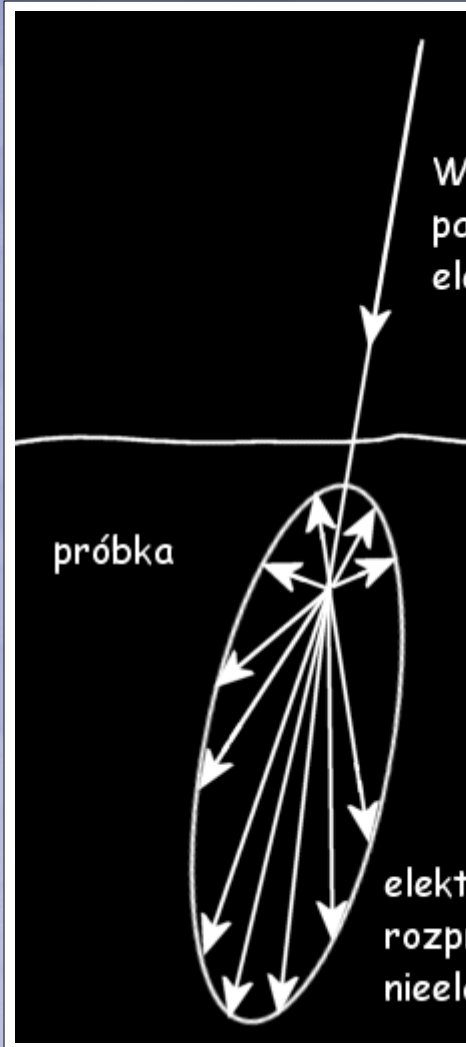
$$\frac{dV}{V} = f(g)dg$$

Krótkie wprowadzenie teoretyczne

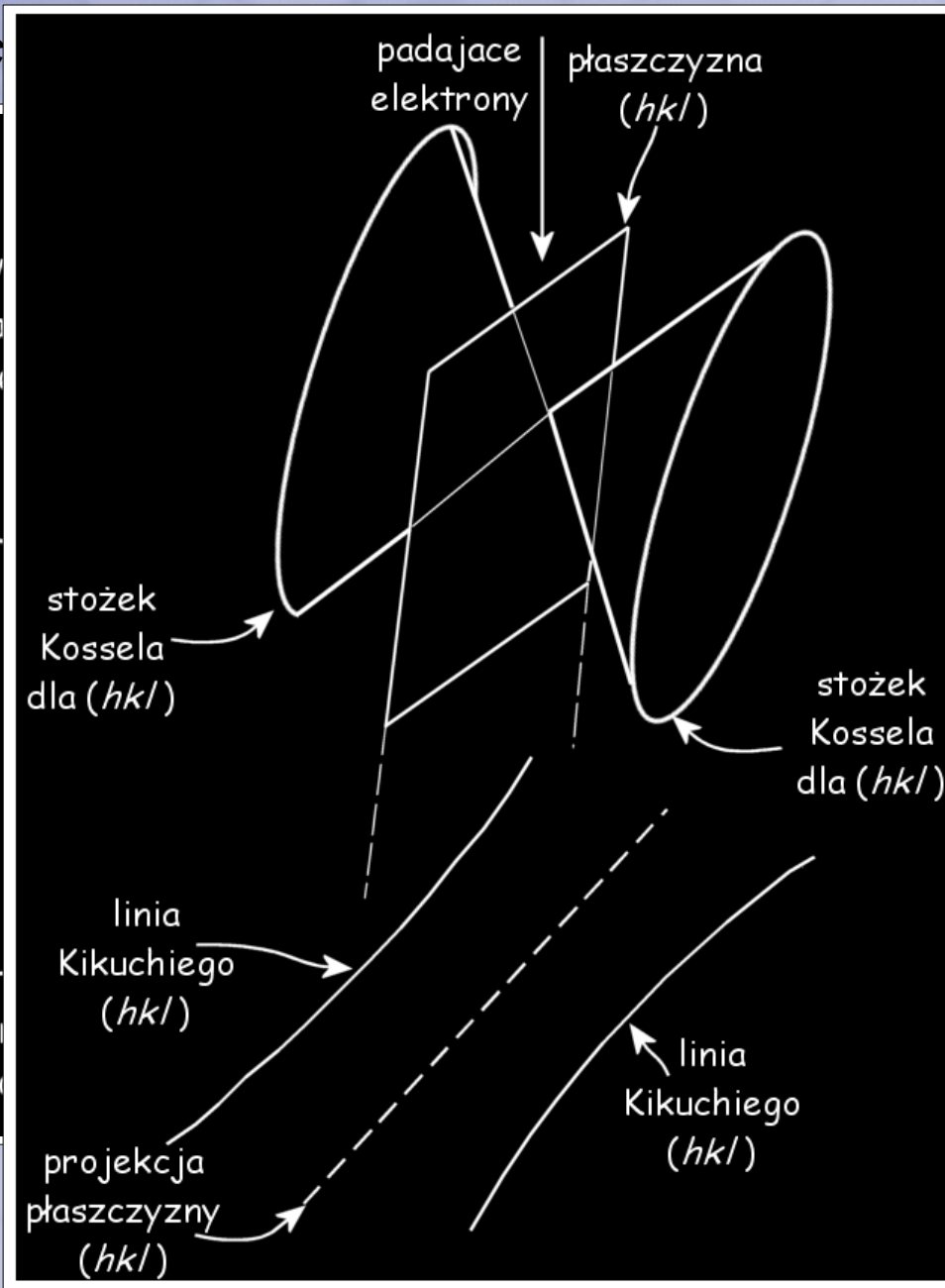


EBSD – opis techniki pomiarowej

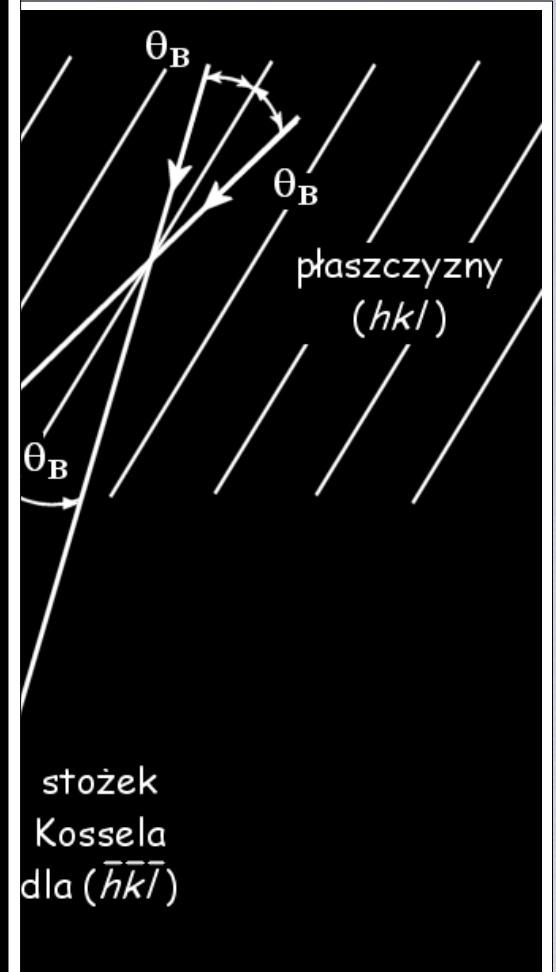
EBSD – *Electron Back*



Rozpraszanie nieelastyczne

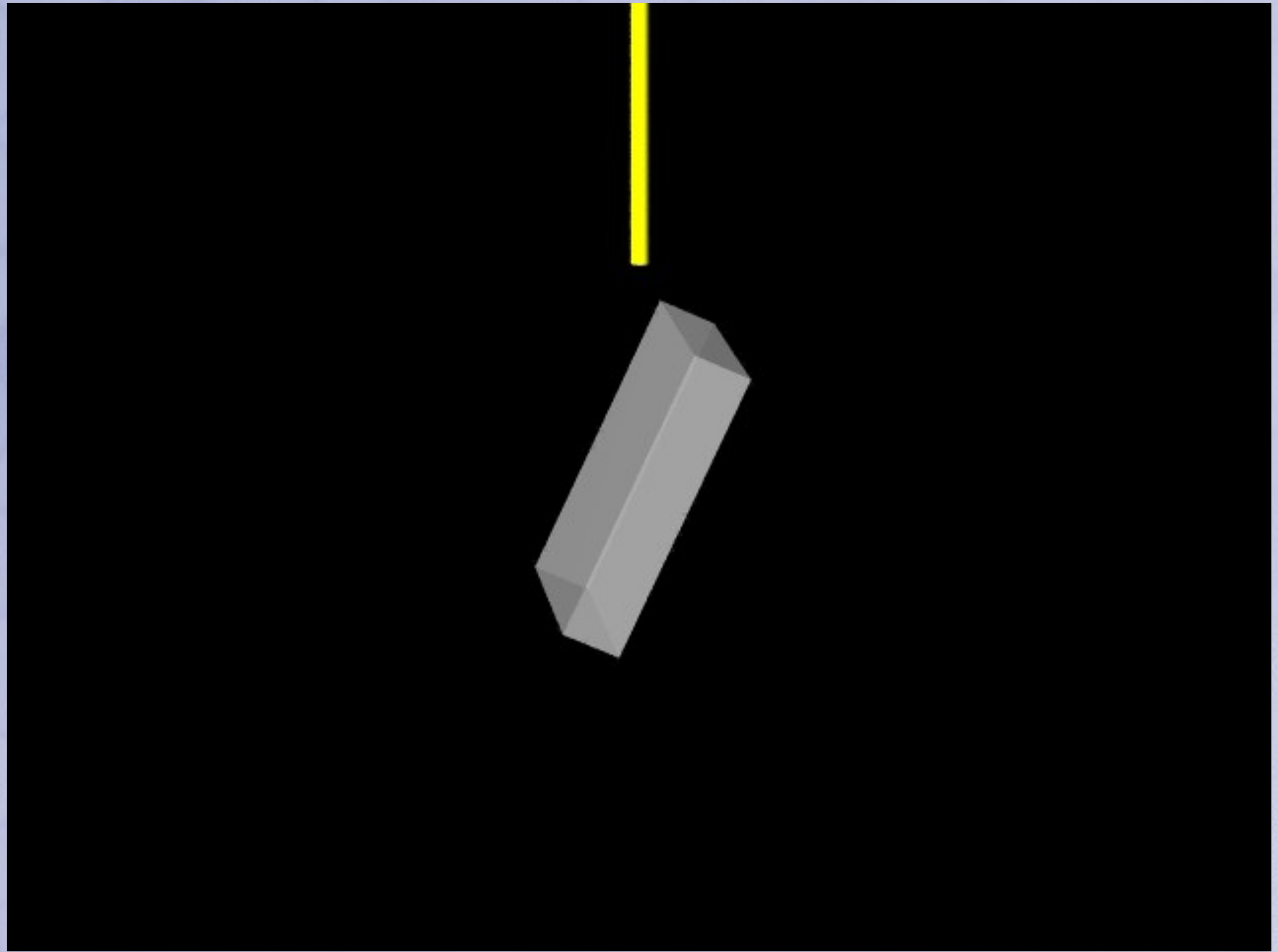


rozproszonych elektronów

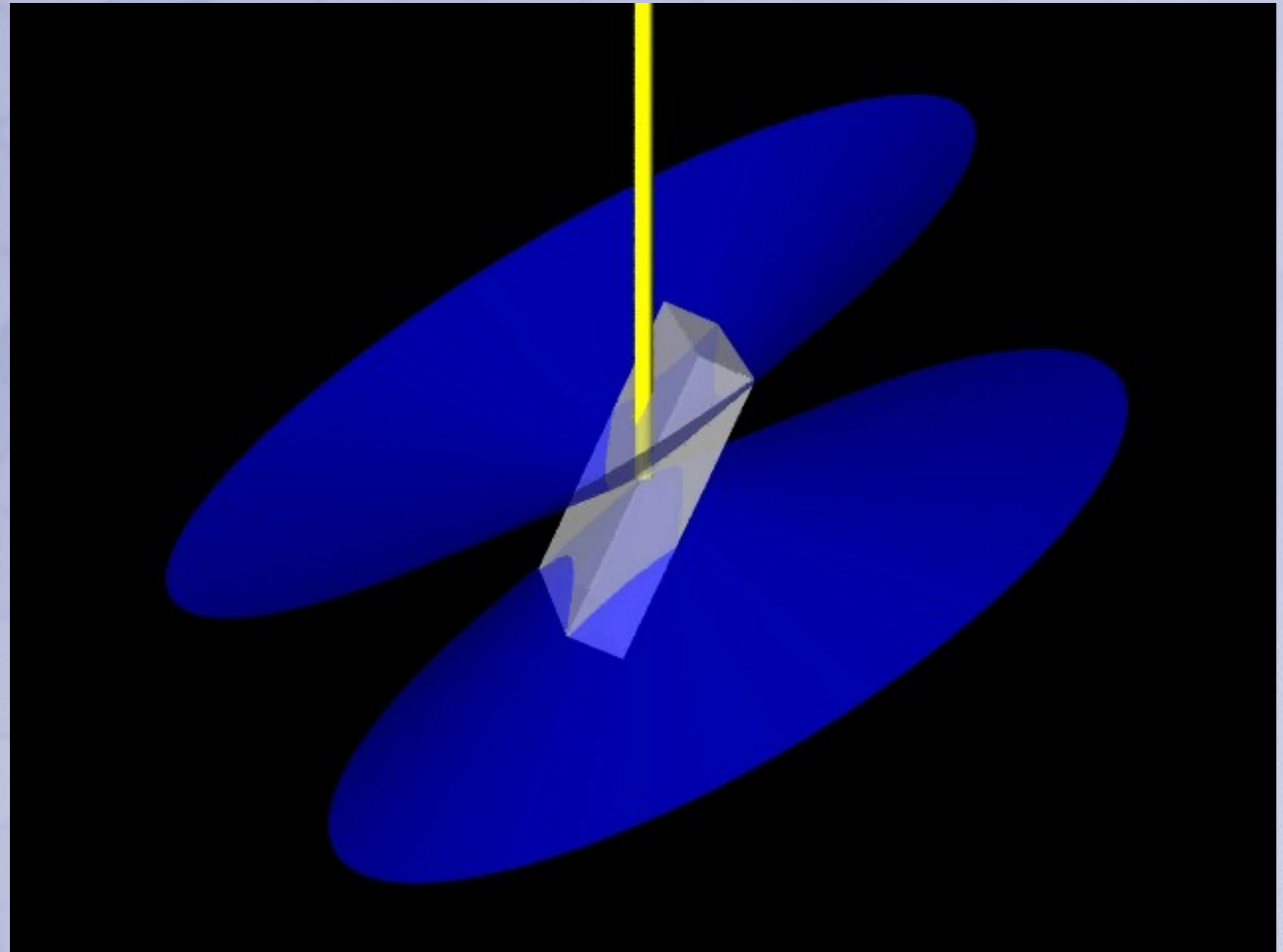
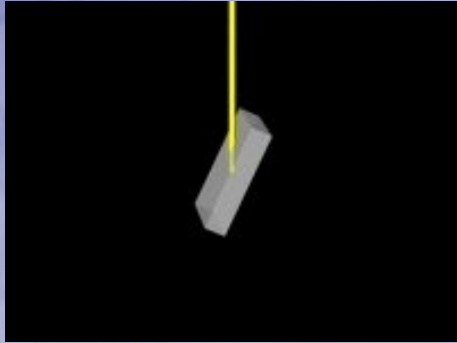


cja

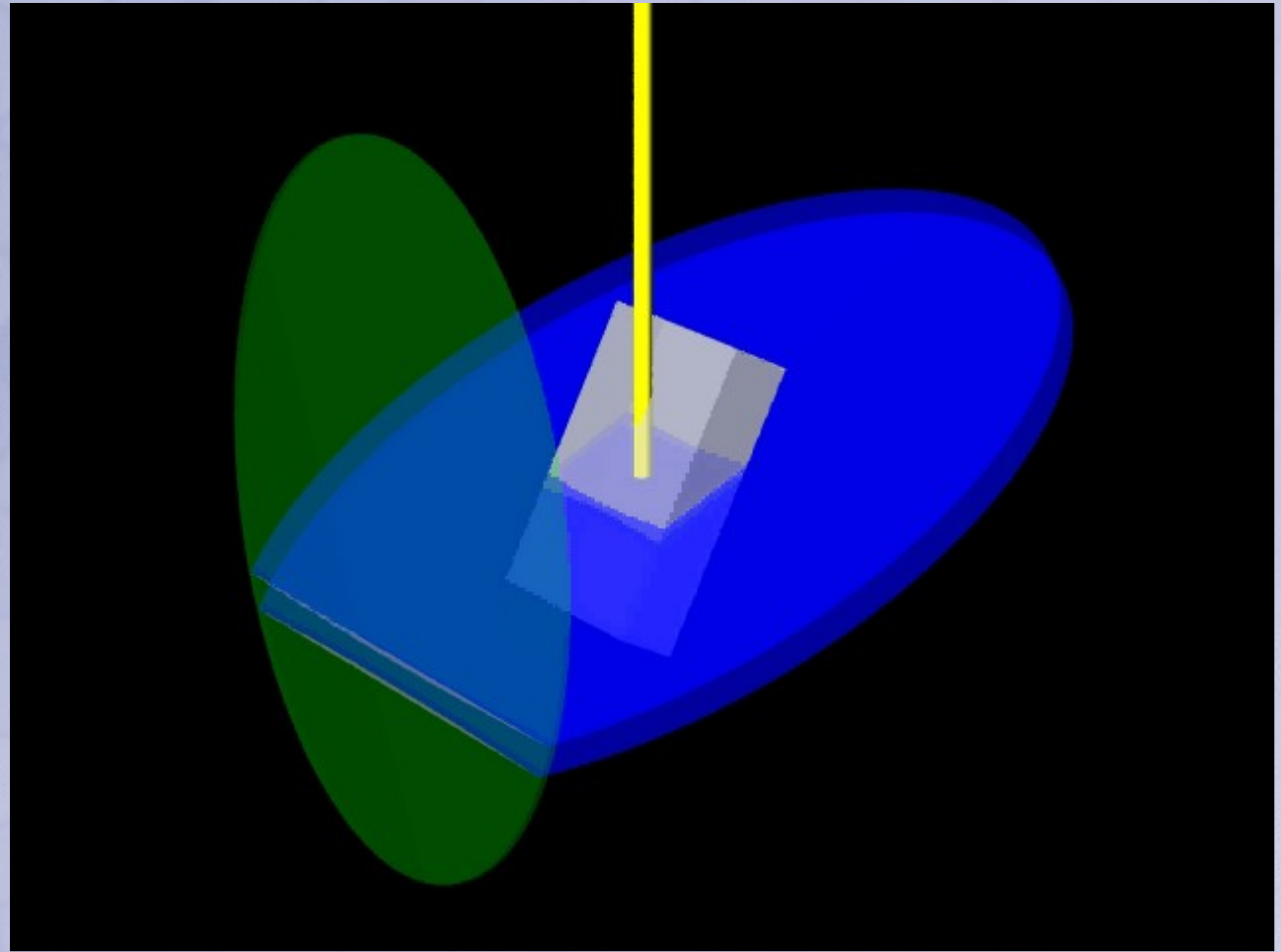
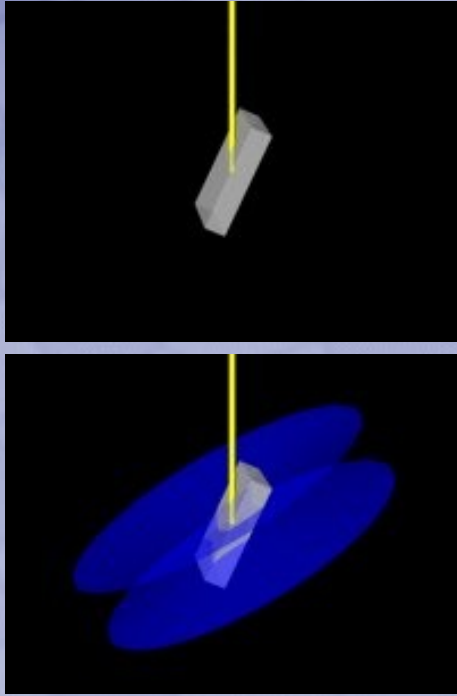
EBSD – opis techniki pomiarowej



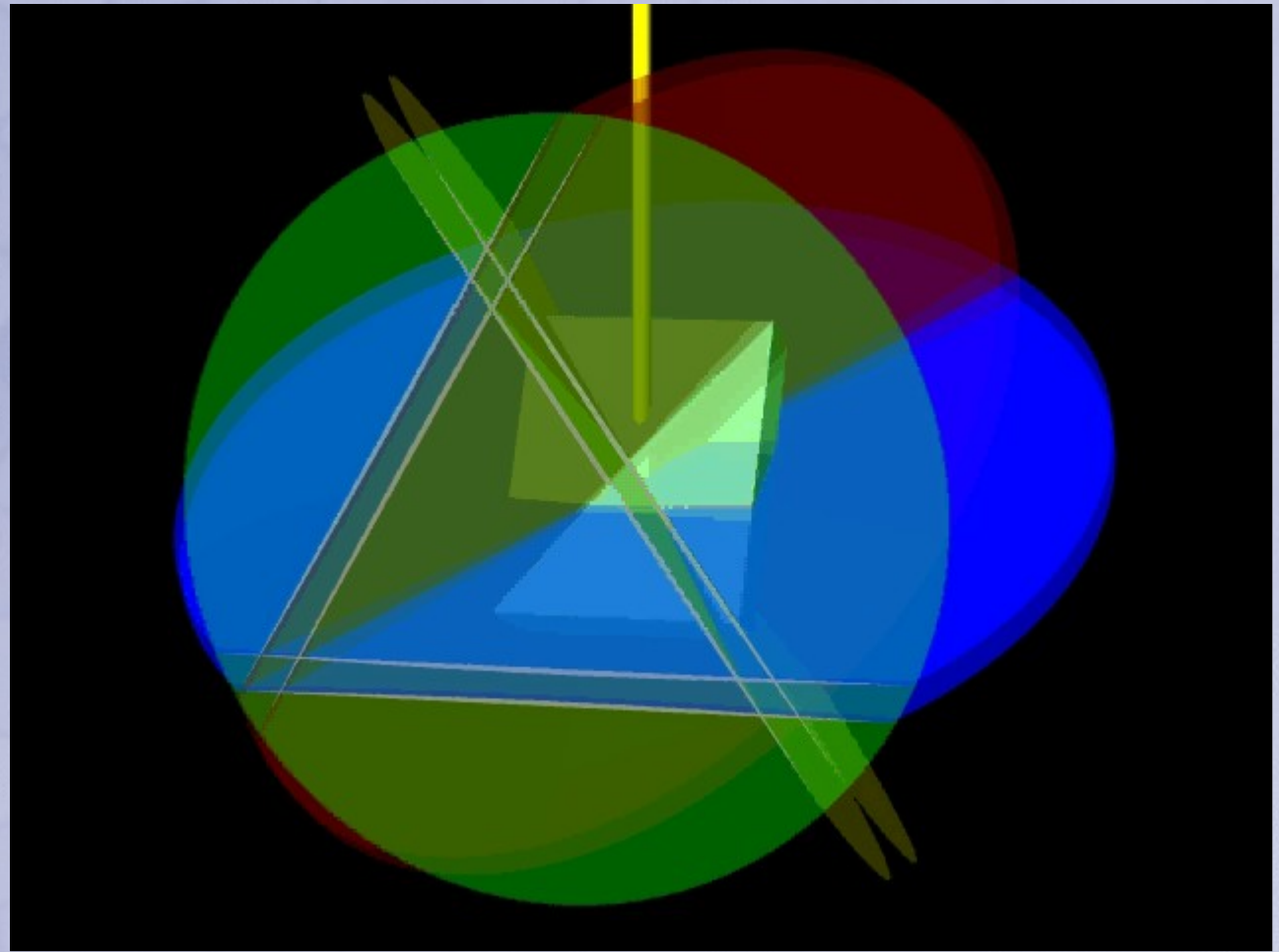
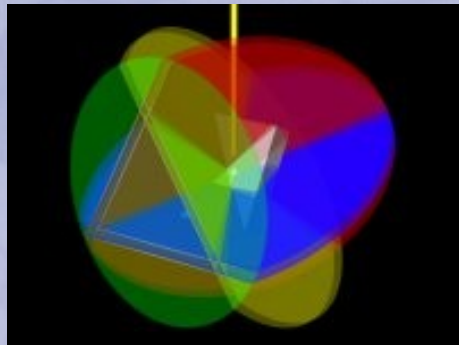
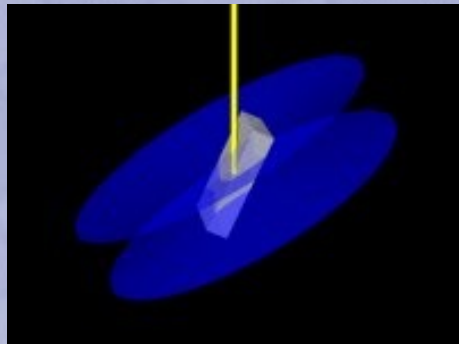
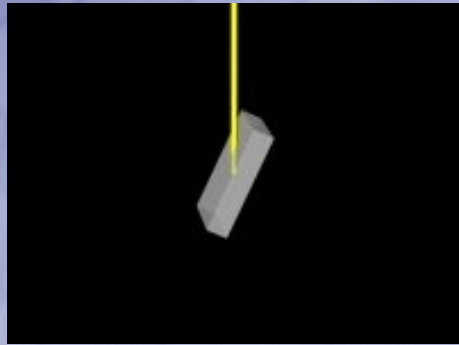
EBSD – opis techniki pomiarowej



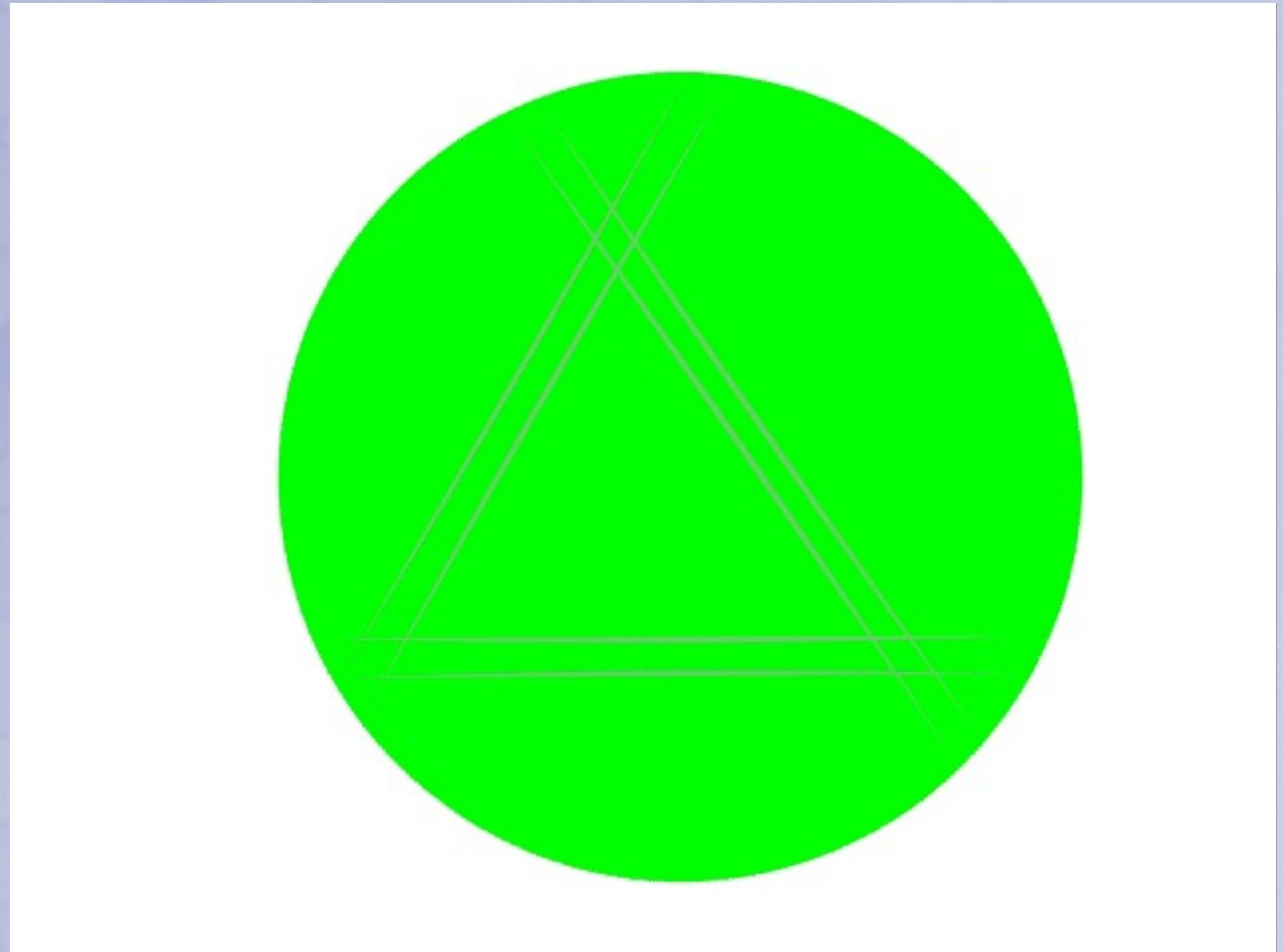
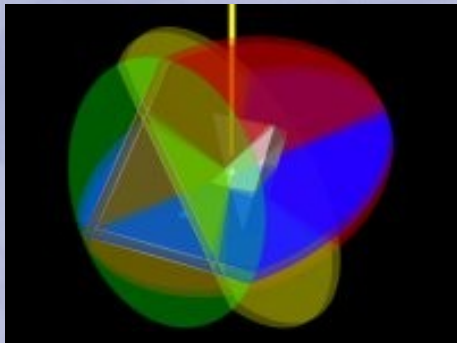
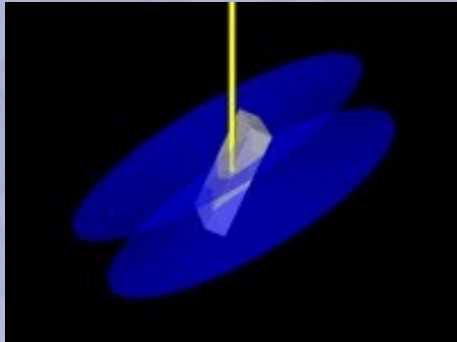
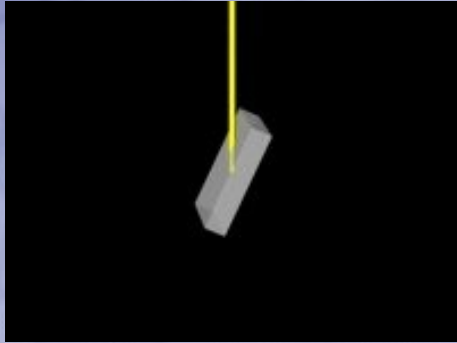
EBSD – opis techniki pomiarowej



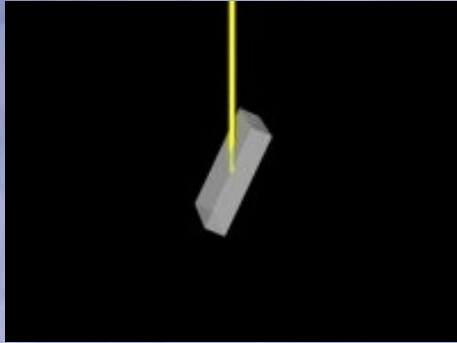
EBSD – opis techniki pomiarowej



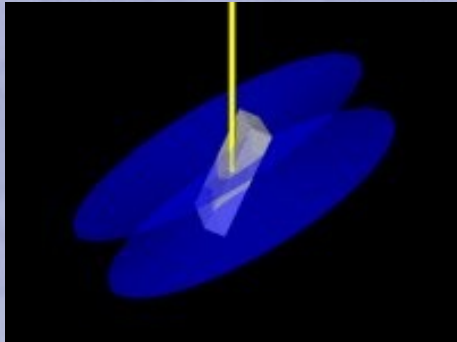
EBSD – opis techniki pomiarowej



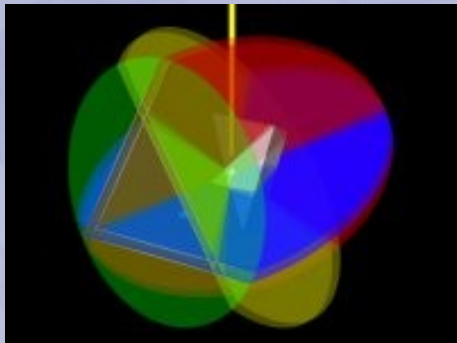
EBSD – opis techniki pomiarowej



Próbka pochylona pod niewielkim kątem.
Elektrony ulegają rozproszeniu nieelastycznemu.



Wstecznie rozproszone elektrony ulegają
dyfrakcji, tworząc stożki Kosella.



Przecięcia stożków Kosella ze sferą Ewalda
tworzą pary linii Kikuchiego.



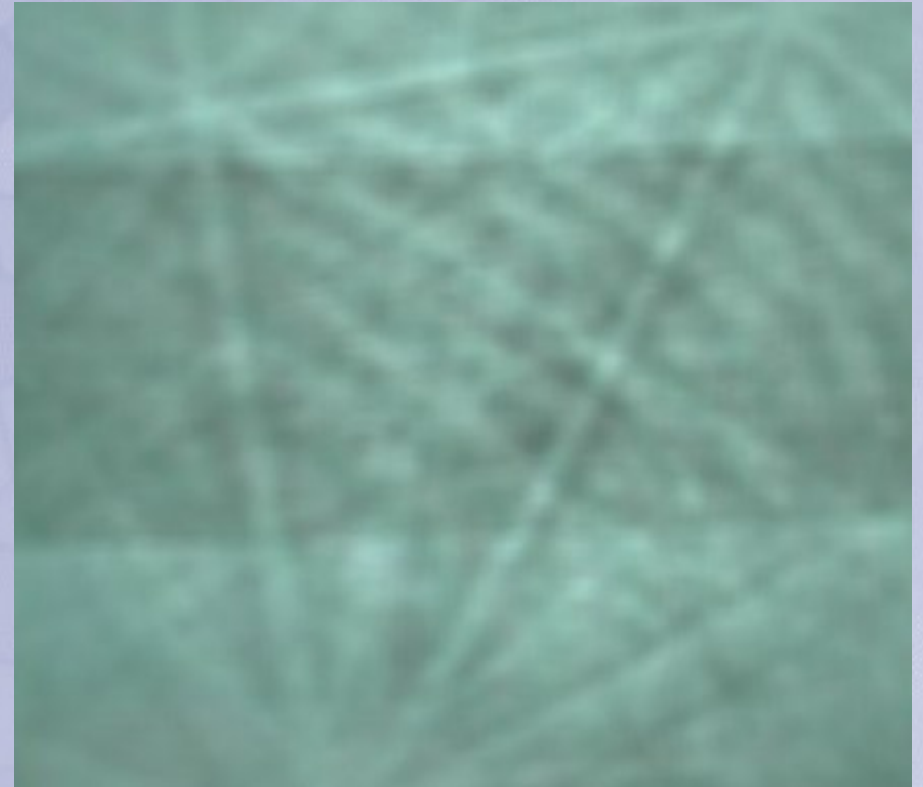
Linie Kikuchiego odzwierciedlają relacje geometryczne
pomiędzy płaszczyznami krystalograficznymi.

EBSD – opis techniki pomiarowej

Zaawansowane algorytmy analizy obrazu znajdują w obrazie z kamery CCD układ linii Kikuchiego.

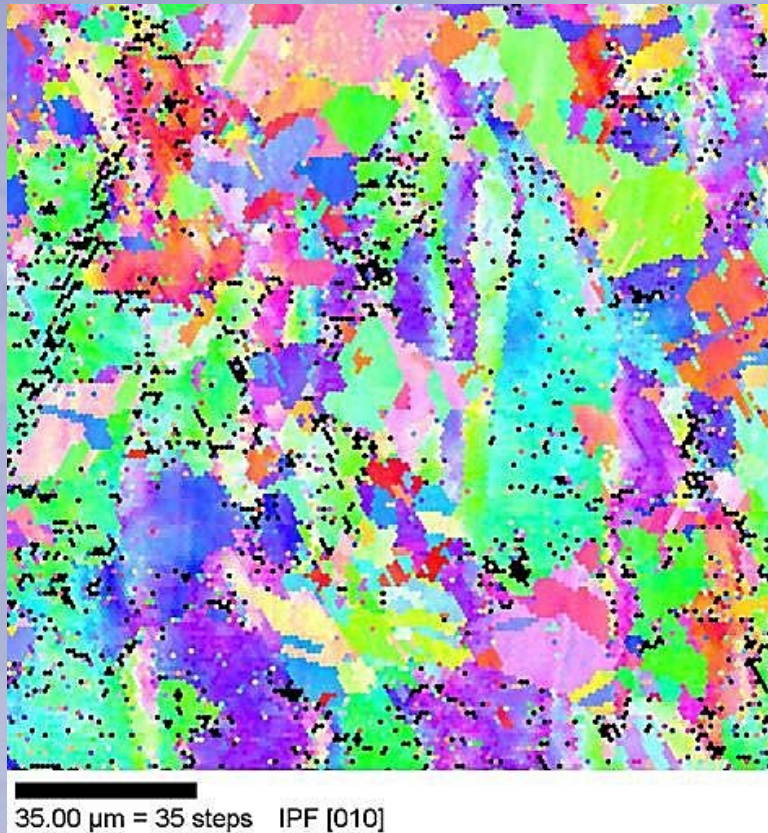
Odrębne procedury analizując geometrię układu linii Kikuchiego znajdują orientację sieci krystalicznej w punkcie, w którym wiązka elektronów trafia w próbkę.

(struktura, zestawy płaszczyzn, itp...)

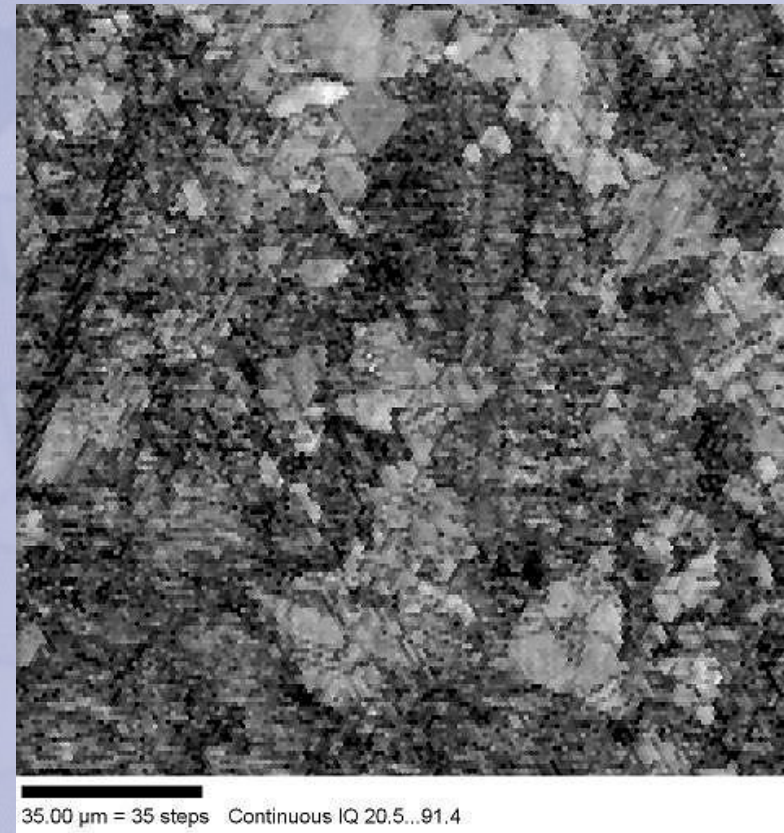


Czasami trudno jednoznacznie zidentyfikować wzorzec linii Kikuchiego.

EBSD – opis techniki pomiarowej



Orientacja sieci krystalicznej

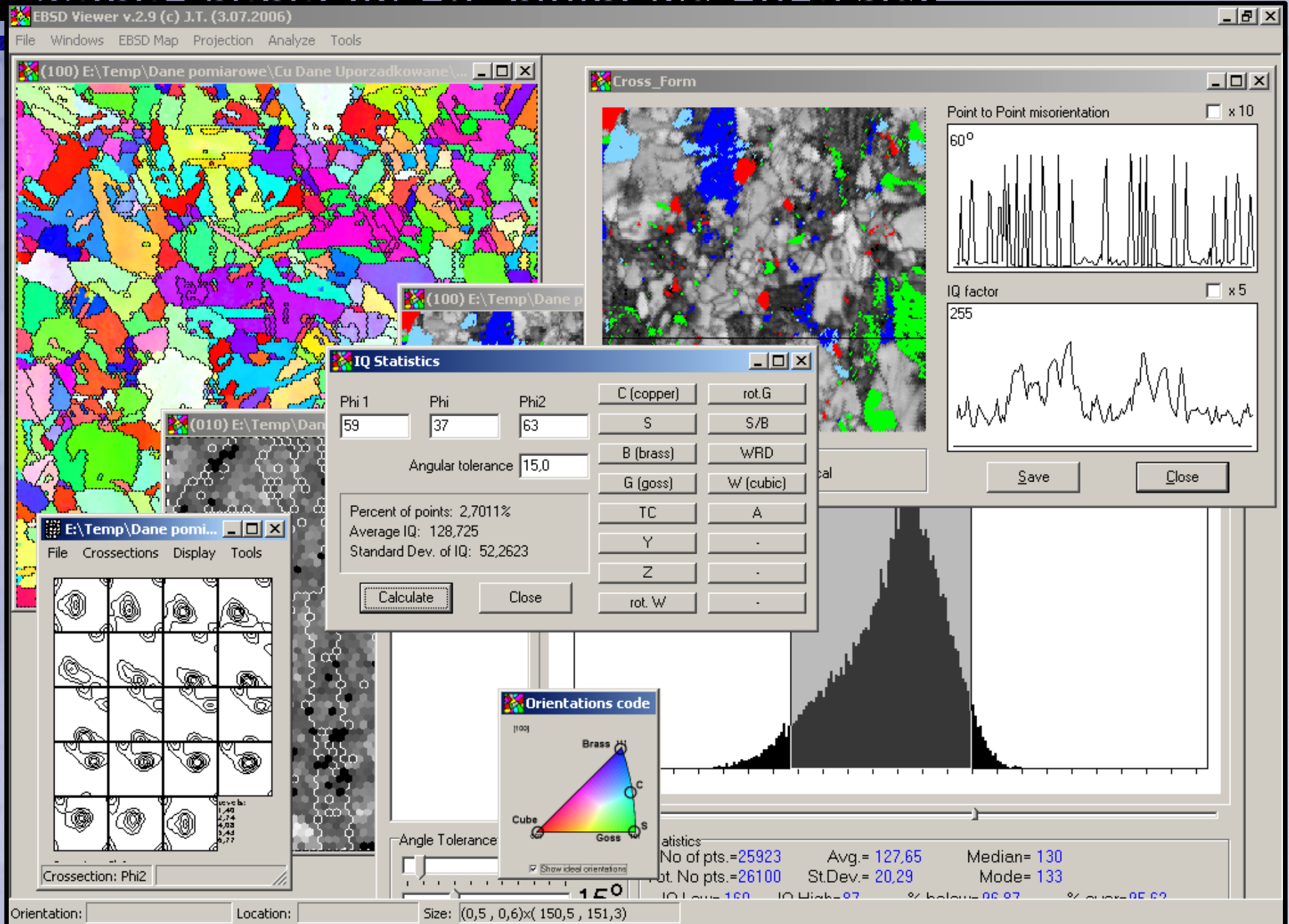


Jakość obrazu (*Image Quality*)

Współczynnik zaufania (*Confidence Index*)

- ✓ **Orientacja sieci krystalicznej** - dokładność ok. 0.1°
- ✓ **Rozdzielczość przestrzenna** – ok. $0.5 \mu\text{m}$

Przetwarzanie danych emawianych w pręcy



- Algorytmy genetyczne w IM

Przegląd zagadnień omawianych w pracy

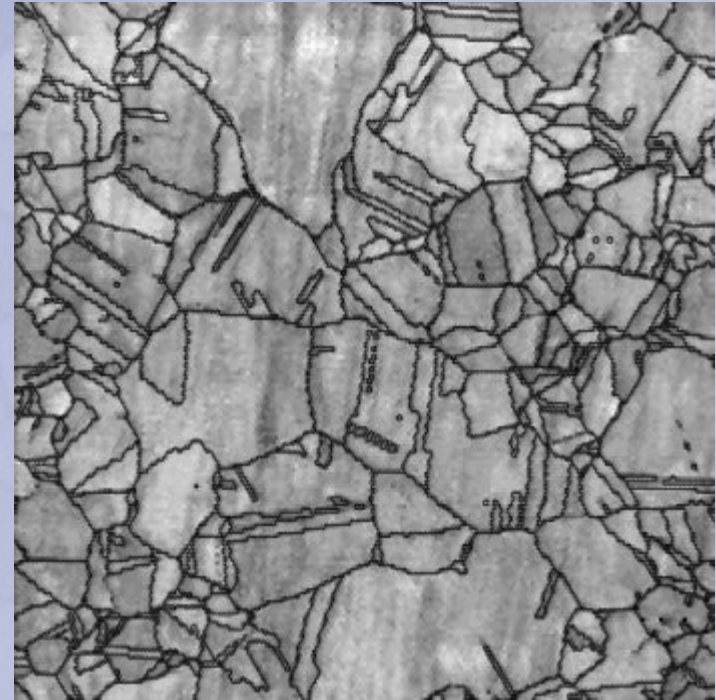
- Narzędzia analizy tekstury
 - porównywanie tekstur
 - synteza i rozkład FRO (orientacje, składowe idealne)
 - wyznaczanie FB i FRO
- Narzędzia analizy mikrostruktury
 - analiza topologiczna
 - analiza orientacji, dezorientacji
 - analizy korelacyjne
 - analiza wskaźników IQ i CI
 - **szacowanie frakcji zrekrystalizowanej**
- Badania rekrytalizacji w miedzi
 - Analiza składowych idealnych
 - **Pomiary EBSD**
 - Szacowanie energii zgromadzonej
 - **Hipoteza progu**
- Modelowanie rekrytalizacji
 - **model typu Monte-Carlo**
 - **model typu Vertex**
 - model mieszany
- Algorytmy genetyczne w IM

Szacowanie frakcji zrekrystalizowanej

po odkształceniu



po rekrytalizacji

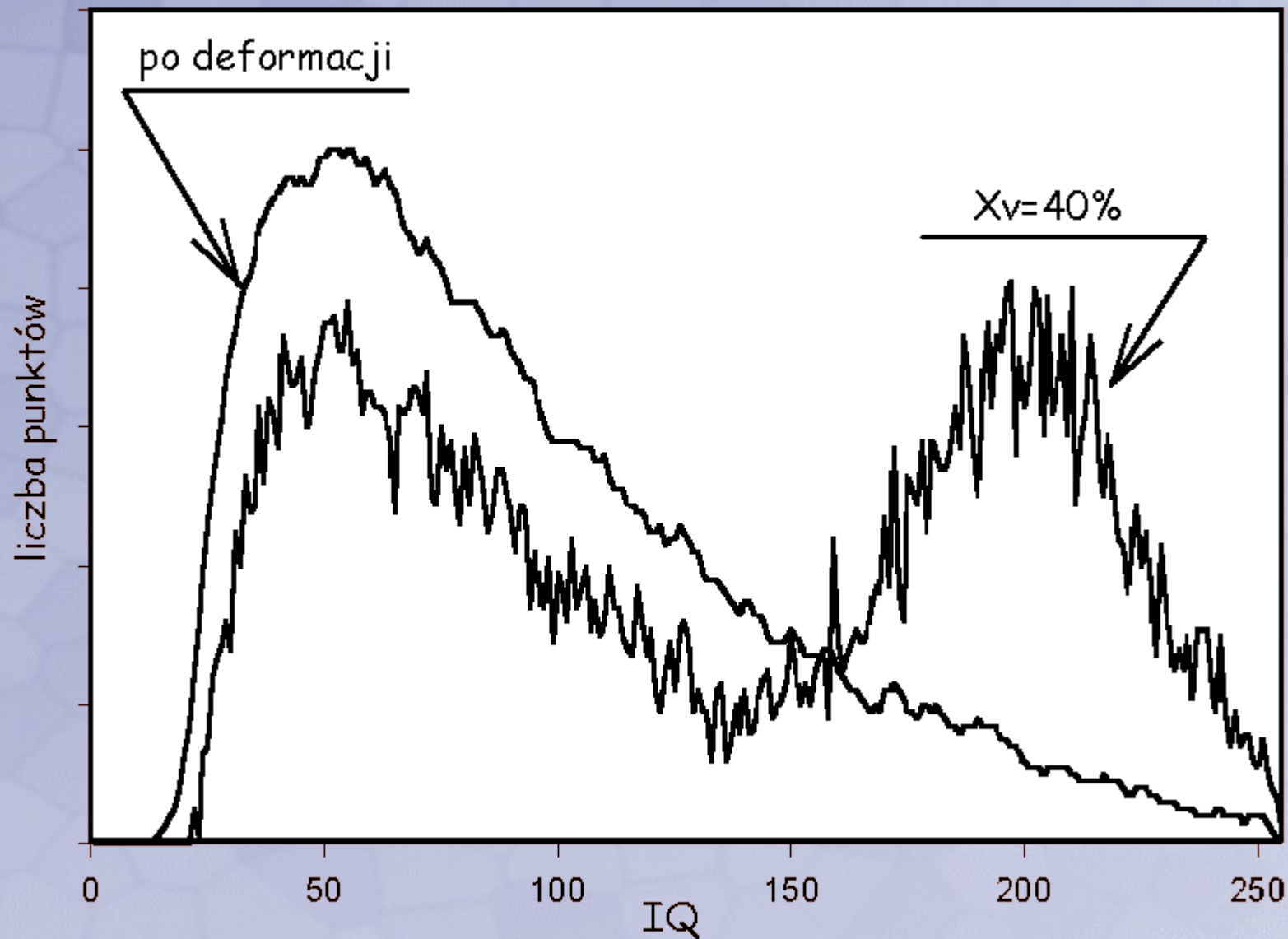


IQ=0

IQ=255

Współczynnik jakości obrazu (IQ) zależy głównie od stopnia niedoskonałości sieci krystalicznej ➡ stopnia rekrytalizacji.

Szacowanie frakcji zrekrystalizowanej

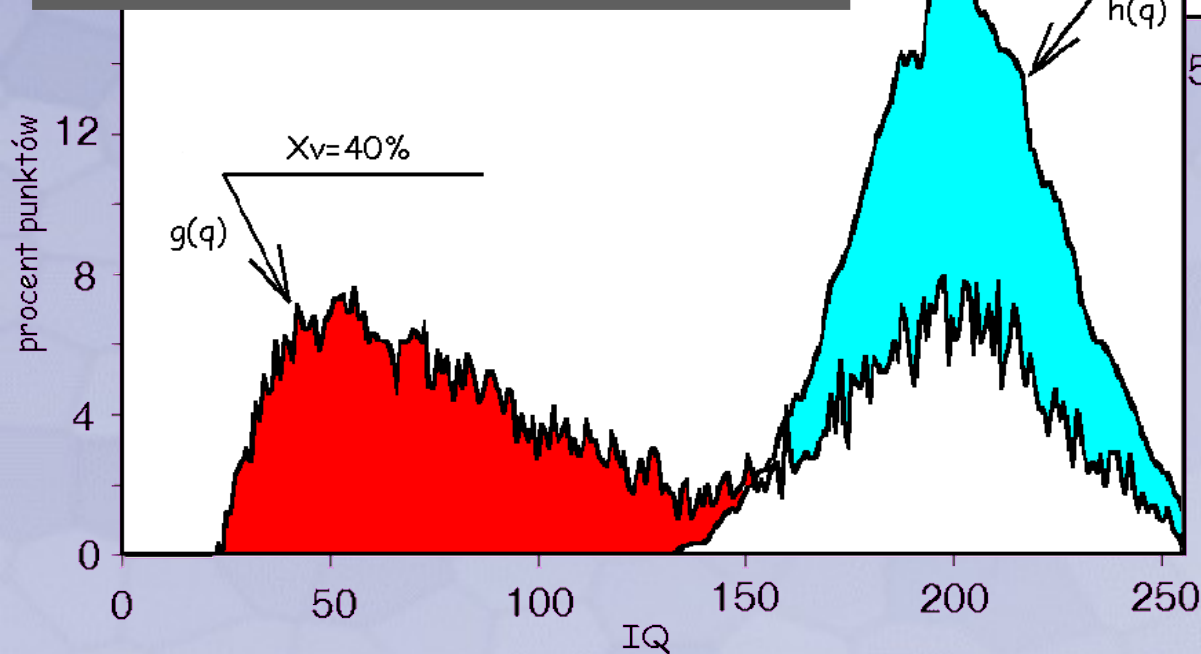
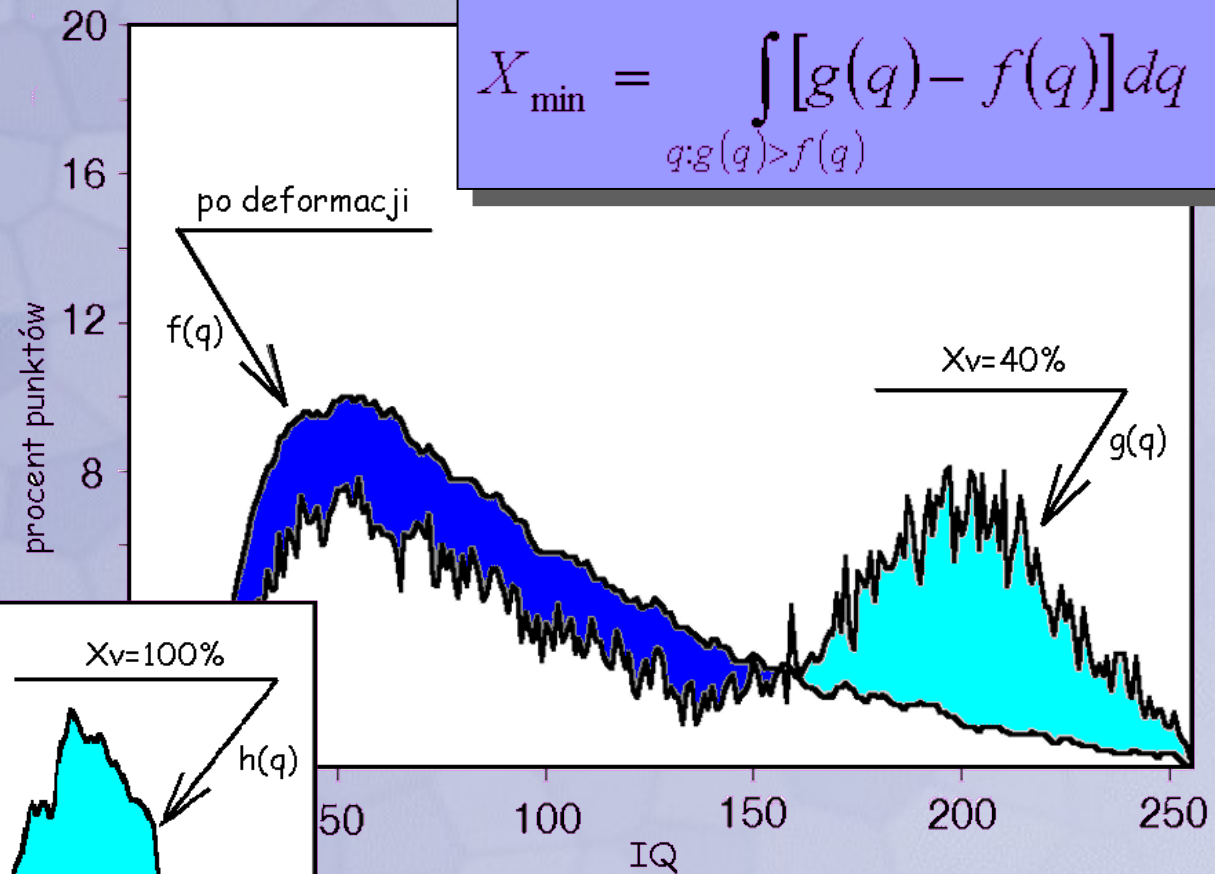


Szacowanie frakcji zrekrystalizowanej

$$X_{\min} = \int_{q:g(q)>f(q)} [g(q) - f(q)] dq$$

$$1 - X_{\max} = \int_{q:g(q)>h(q)} [g(q) - h(q)] dq$$

$$X_{\max} = 1 - \int_{q:g(q)>h(q)} [g(q) - h(q)] dq$$



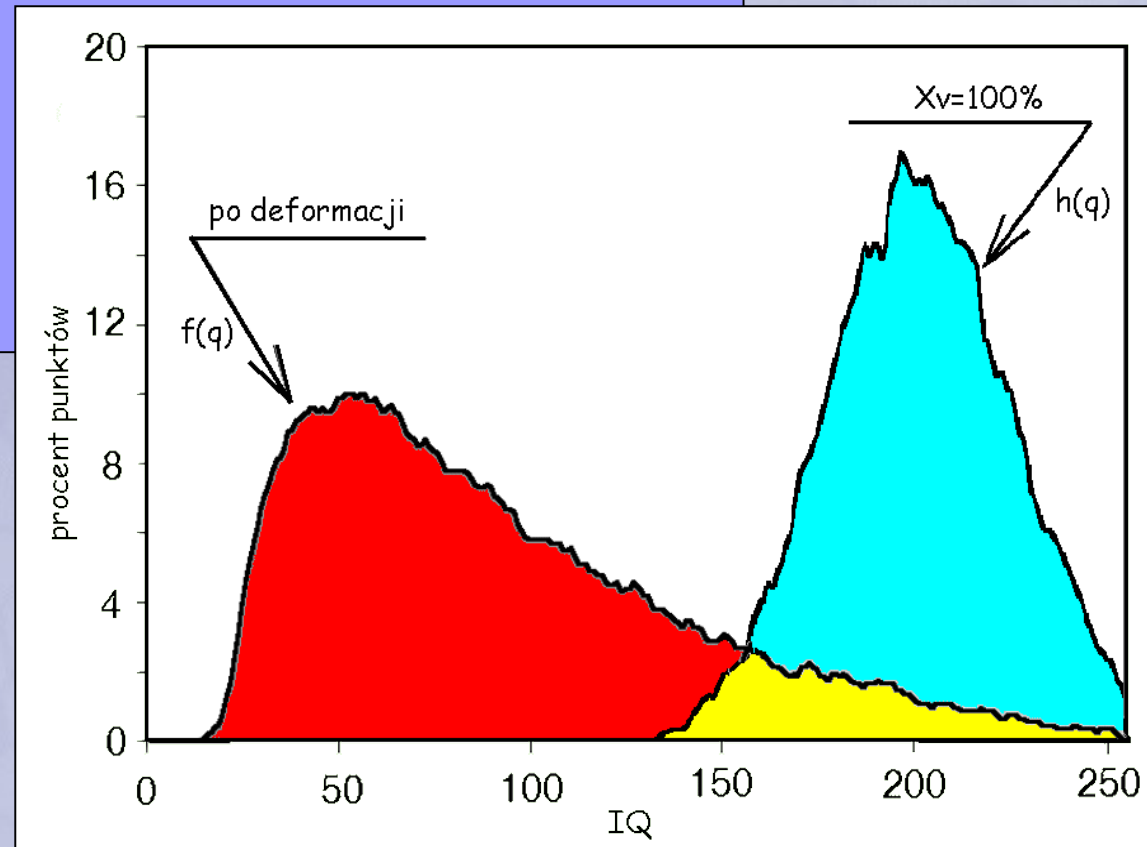
Szacowanie frakcji zrekrystalizowanej

$$X_{\min} = \int_{q:g(q)>f(q)} [g(q) - f(q)] dq \quad X_{\max} = 1 - \int_{q:g(q)>h(q)} [g(q) - h(q)] dq$$

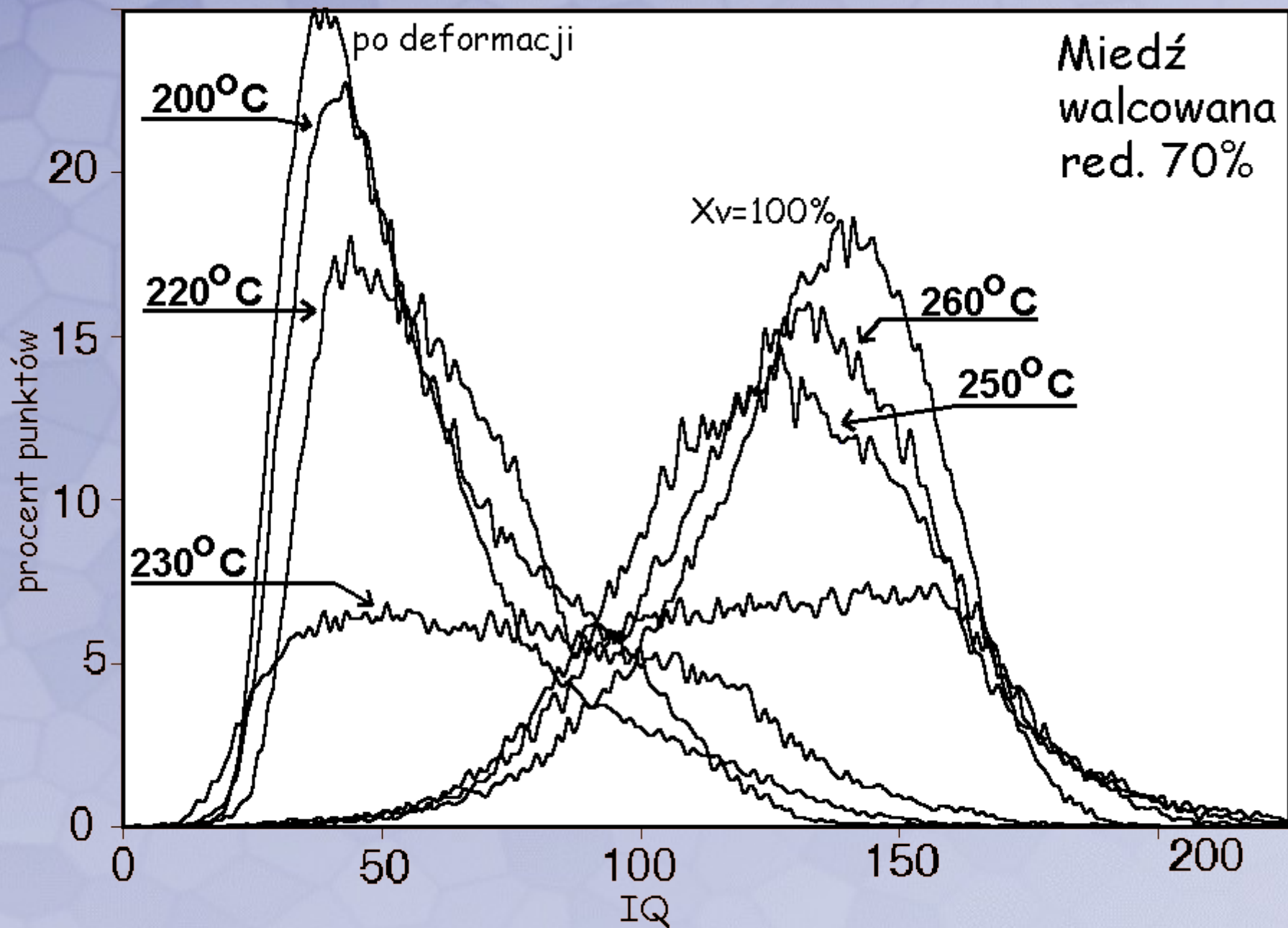
$$\Delta X = X_{\max} - X_{\min} \approx \int_{q_{\min}}^x h(q) dq + \int_x^{q_{\max}} f(q) dq$$

$$X = X_{\min} \begin{matrix} +\Delta X \\ -0 \end{matrix}$$

$$X = \left(X_{\min} + \Delta X \cdot X_{\min} \right) \begin{matrix} +\Delta X \cdot (1 - X_{\min}) \\ -\Delta X \cdot X_{\min} \end{matrix}$$

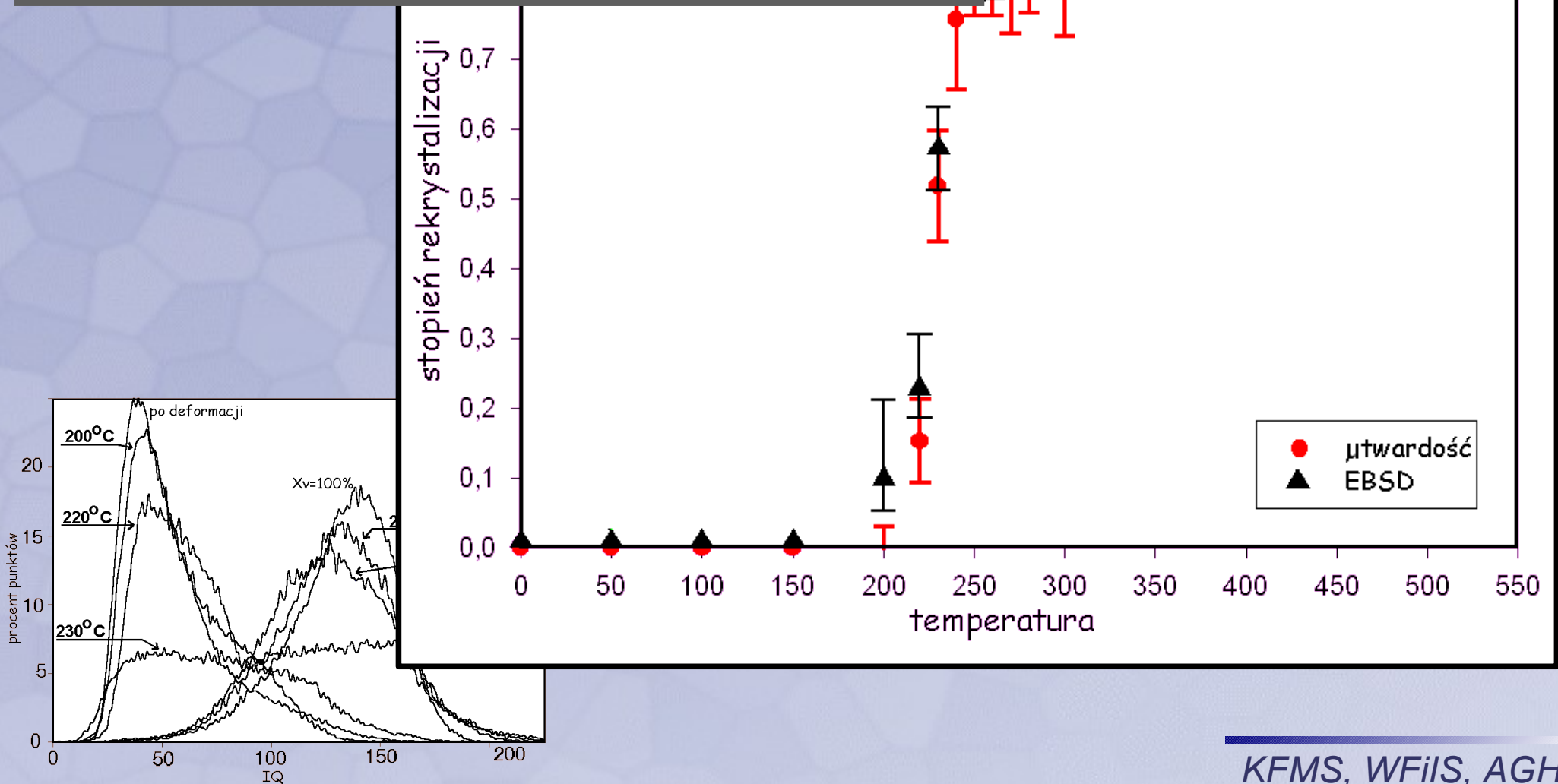


Szacowanie frakcji zrekrystalizowanej



Szacowanie frakcji zrekrystalizowanej

- ✓ dobra zgodność wyników z obu metod
- ✓ EBSD wcześniej wykrywa początki rekrytalizacji
- ✓ błędy tego samego rzędu
- ✓ błąd EBSD zależy od stopnia rekrytalizacji
(najmniejszy dla $X_v=50\%$)



Zalety proponowanej metody

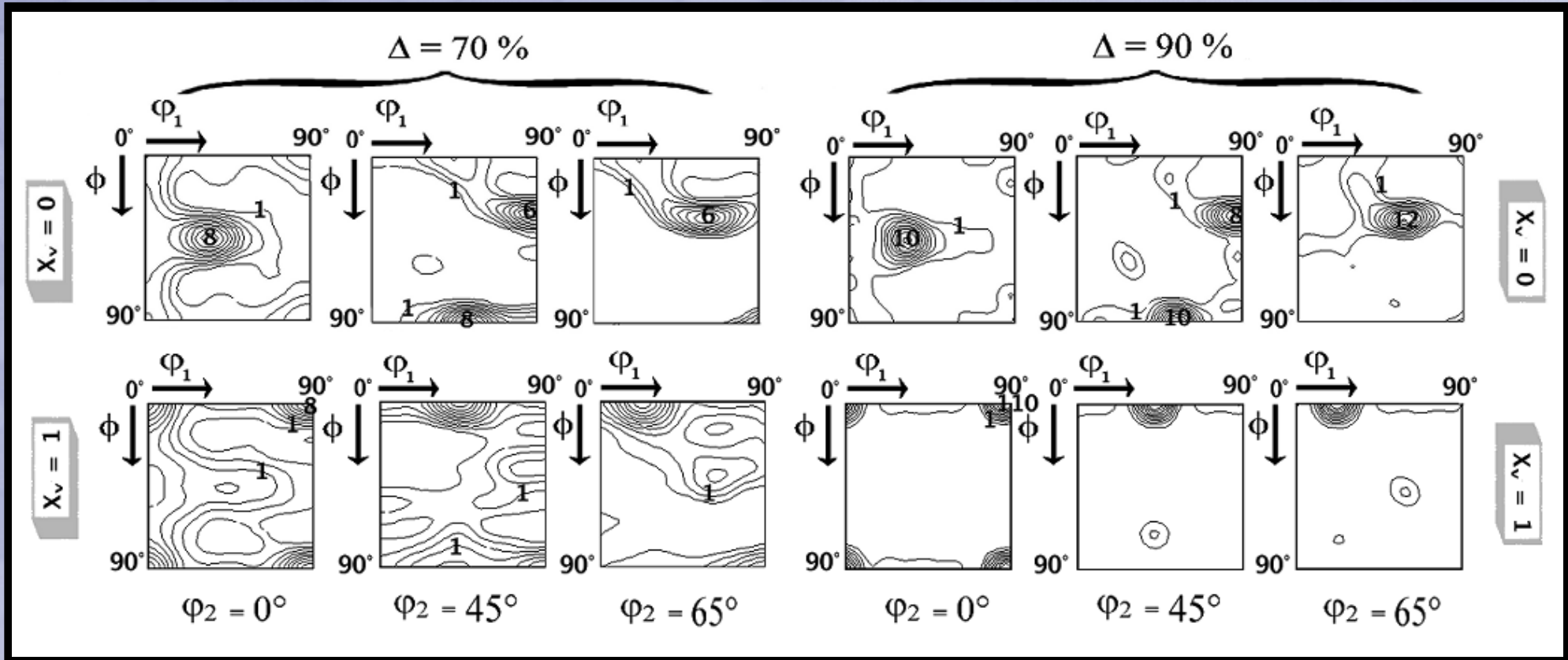
- *wynik ilościowy wraz z oszacowaniem błędu*
- *pomiar X_v „przy okazji” badania EBSD*
- *łatwa automatyzacja*
- *metoda nie niszcząca*

Możliwe zastosowania

- *wyznaczanie frakcji zrekrytalizowanej*
- *pomiar proporcji w materiałach dwufazowych*
- *oznaczanie stopnia pokrycia cienką warstwą*

Doświadczalne badanie rekrytalizacji w miedzi

Postawienie problemu



- **krytyczna wartość odkształcenia** (85%-90%), granica pomiędzy teksturą typu odkształcenia a czystą sześcienną
- hipotezy **zorientowanego wzrostu** i **zorientowanego zarodkowania**

Doświadczalne badanie rekrytalizacji w miedzi

Założenia wstępne

- Wnioskowanie na podstawie danych statystycznych
- „Obiektywizacja” kryteriów oceny obserwowanych procesów

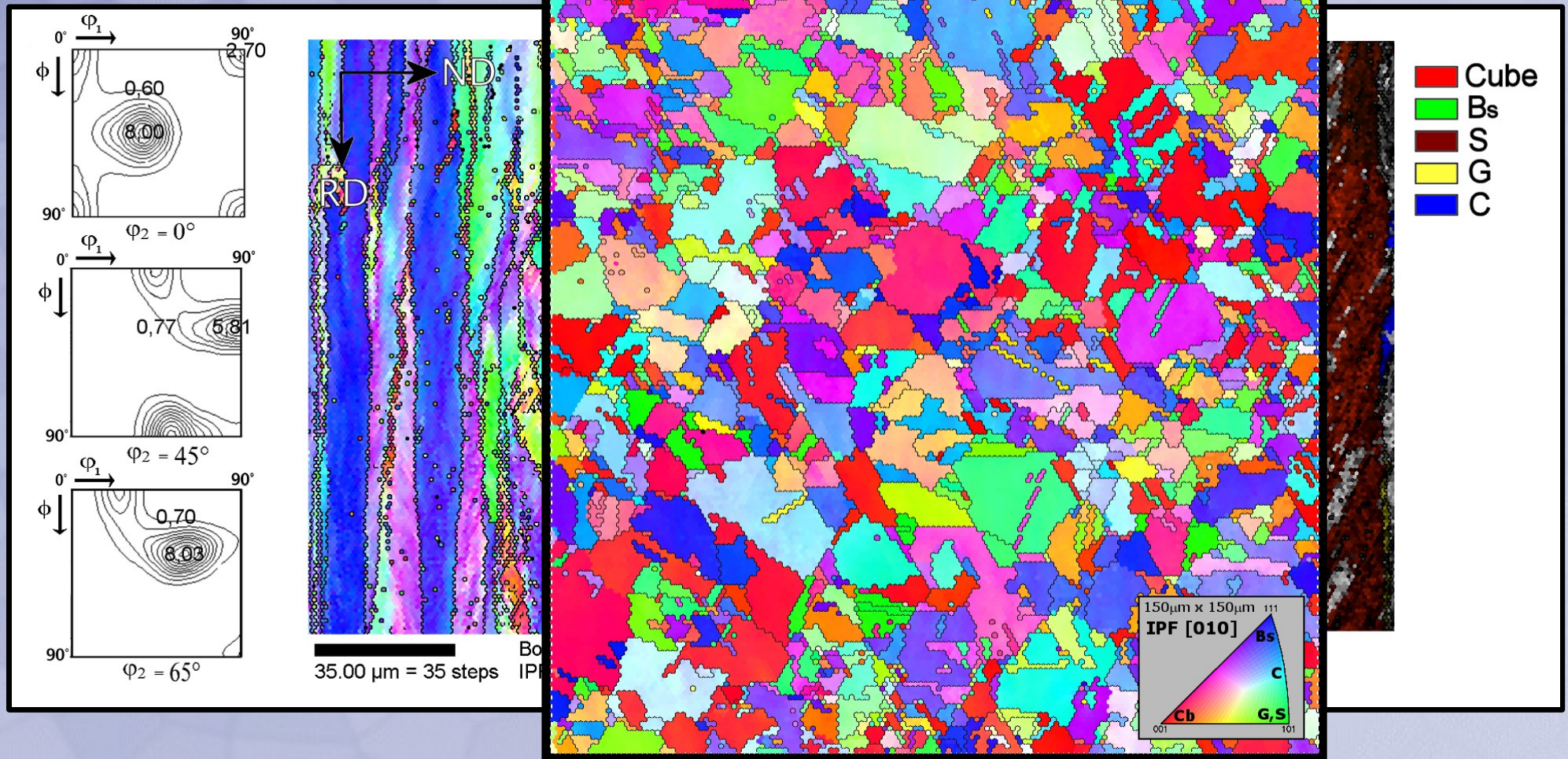
Praca

- duża liczba pomiarów
- wielokrotne pomiary różnych rejonów tej samej próbki
- F.R.O. rozkładane na składowe idealne
- zmierzone ponad 250 obszarów $150 \times 150 \mu\text{m}$ ($\sim 10\text{mm}^2$)
- rentgenowskie pomiary tekstury
- tekstura (X, EBSD)
- składowe idealne
- mapy EBSD
- obserwacje TEM
- analiza lokalnych dezorientacji

Modelowanie rekrytalizacji

- testowanie możliwych mechanizmów
- weryfikacja hipotezy progu

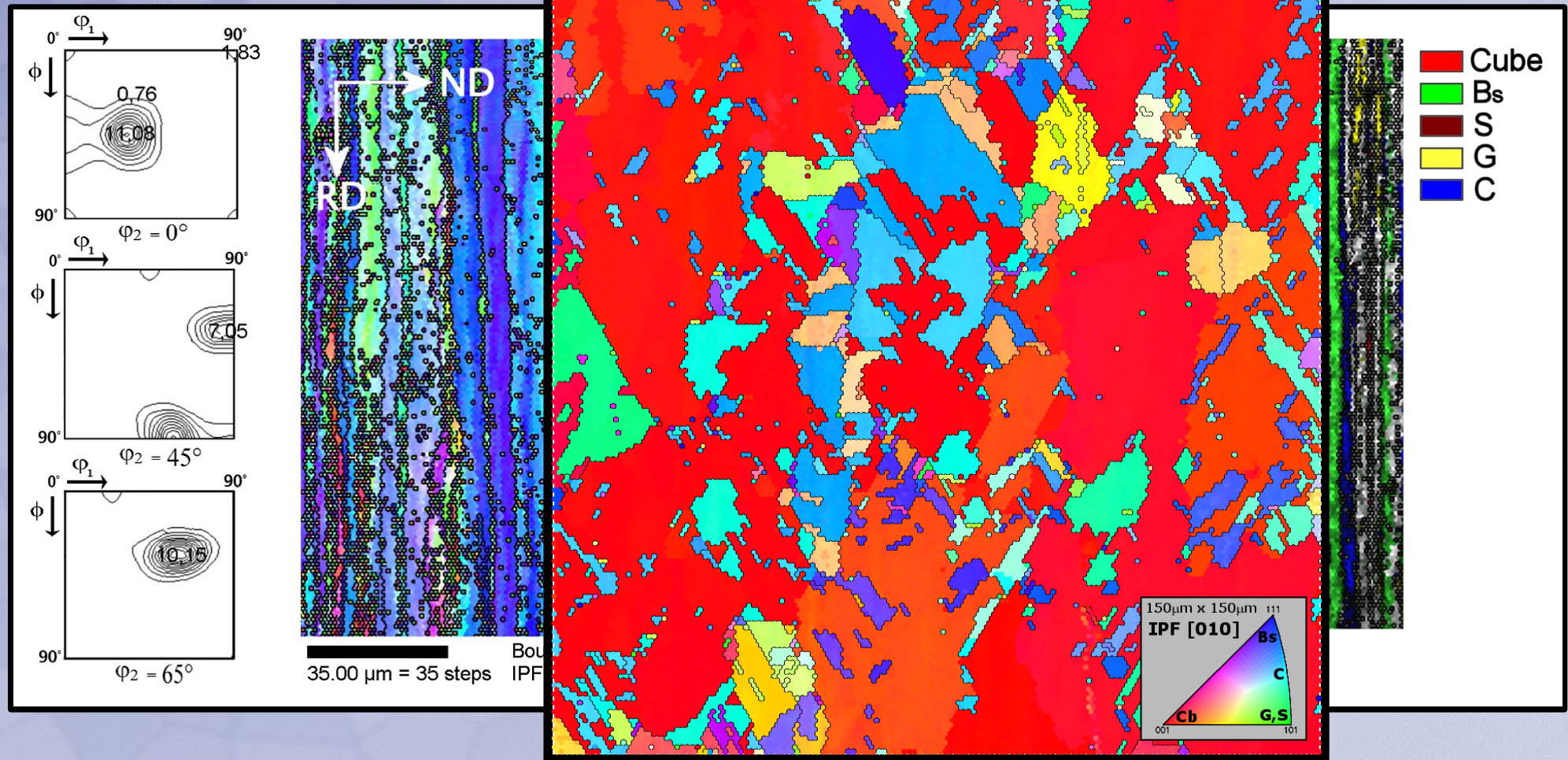
Doświadczalne badanie rekrystalizacji w miedzi



$\Delta = 70\%$:

- Całkowicie przypadkowe otoczenie pasm/ziaren sześciennych
- Dezorientacje wewnątrz-ziarnowe w pasmach/ziarnach sześciennych większe od 15° zarówno w kierunku ND jak i TD
- Dezorientacje wewnątrz-ziarnowe w małych ziarnach sześciennych mniejsze od 15°

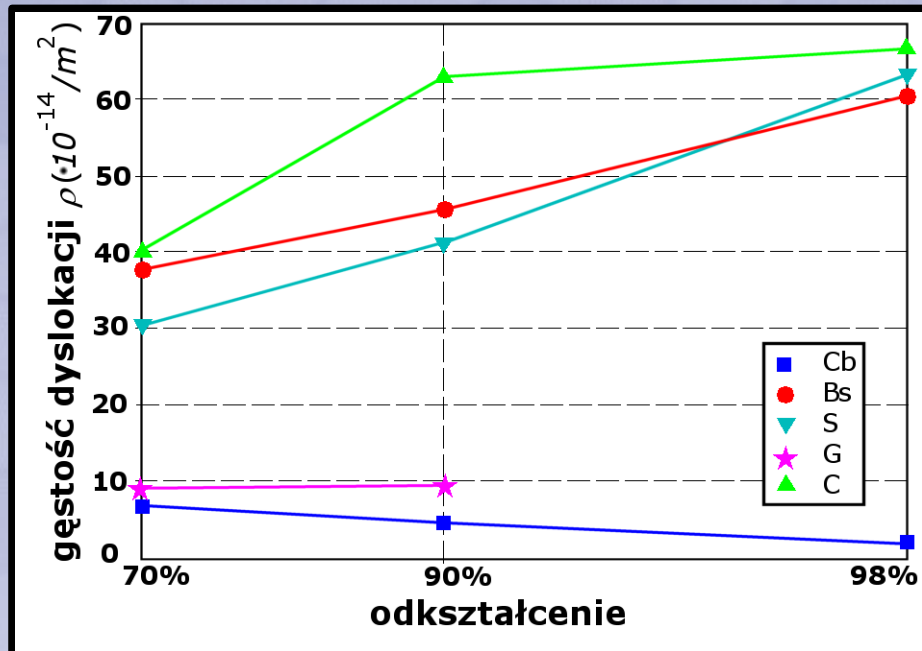
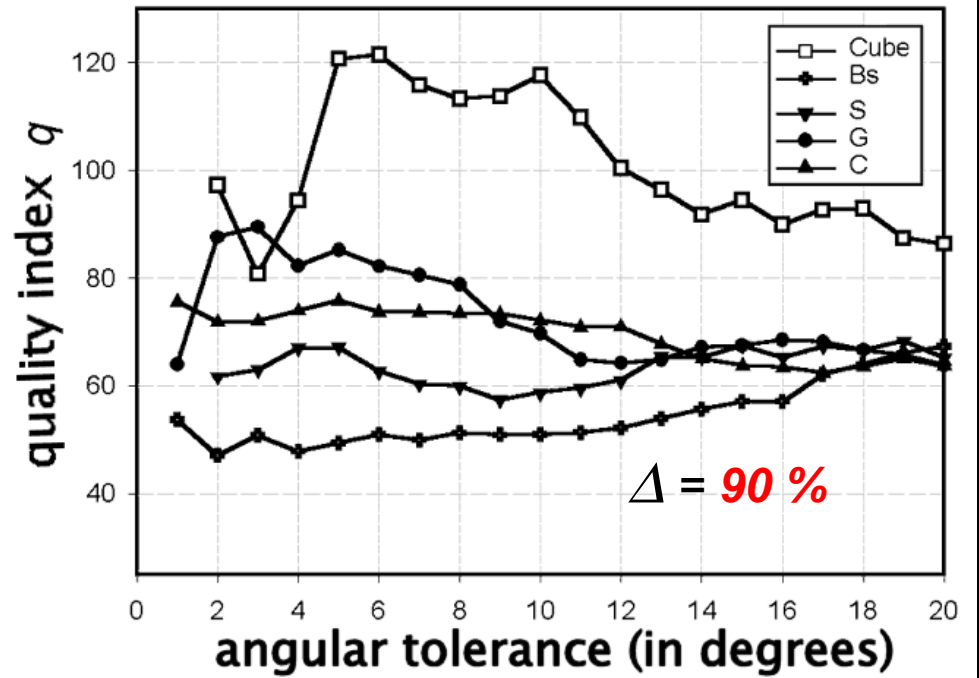
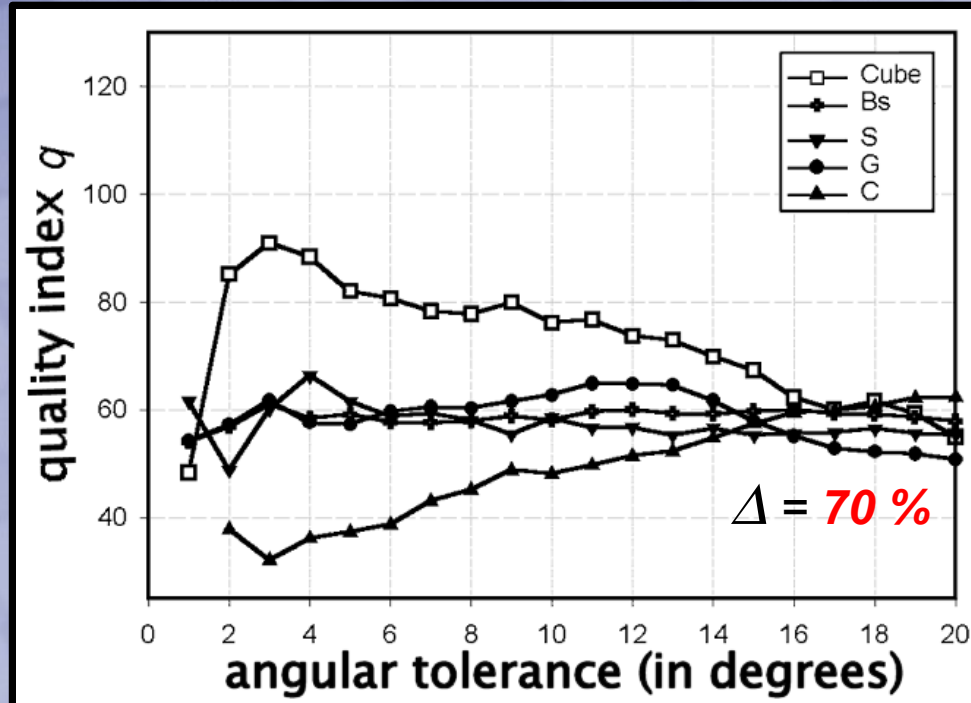
Doświadczalne badanie rekrytalizacji w miedzi



$\Delta = 90\%$

- Preferencja orientacji C/S wokół pasm/ziaren sześciennych
- Dezorientacje wewnątrz-ziarnowe w pasmach/ziarnach znacznie mniejsze od 15° zarówno w kierunku ND jak i TD

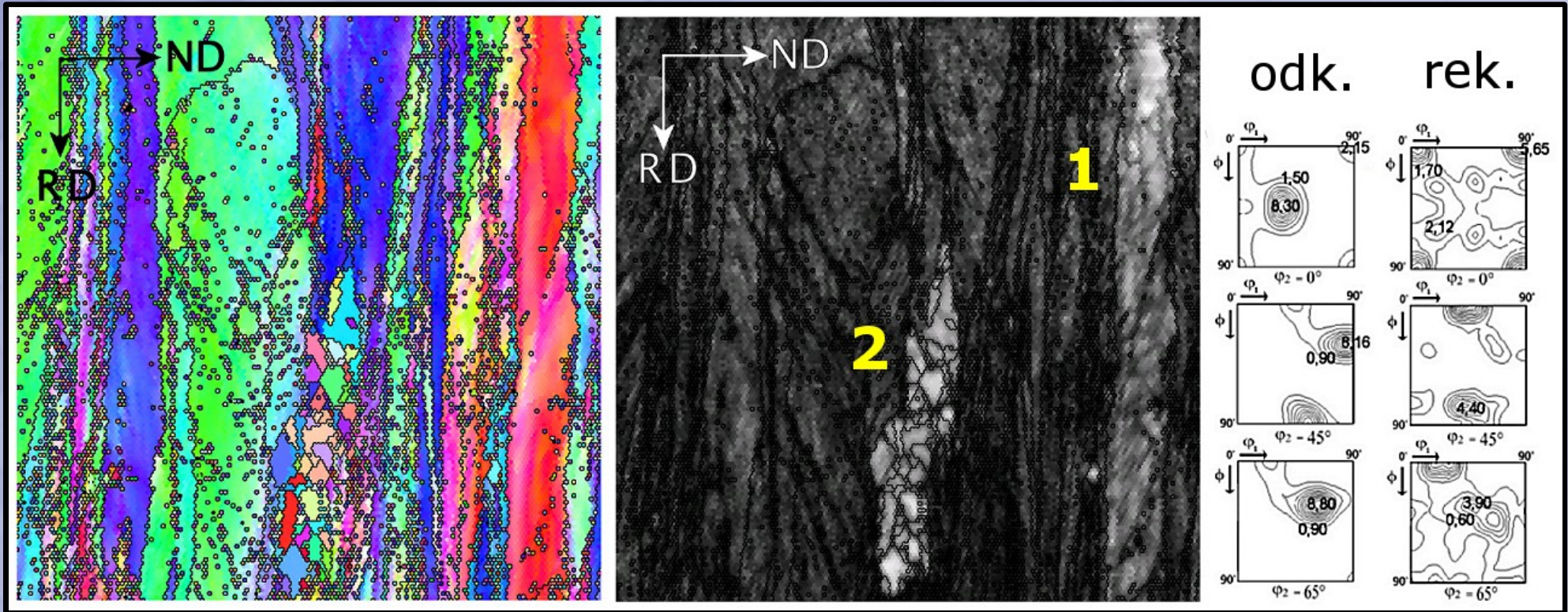
Doświadczalne badanie rekrytalizacji w miedzi



- Bardzo dobra zgodność z pomiarami synchrotronowymi

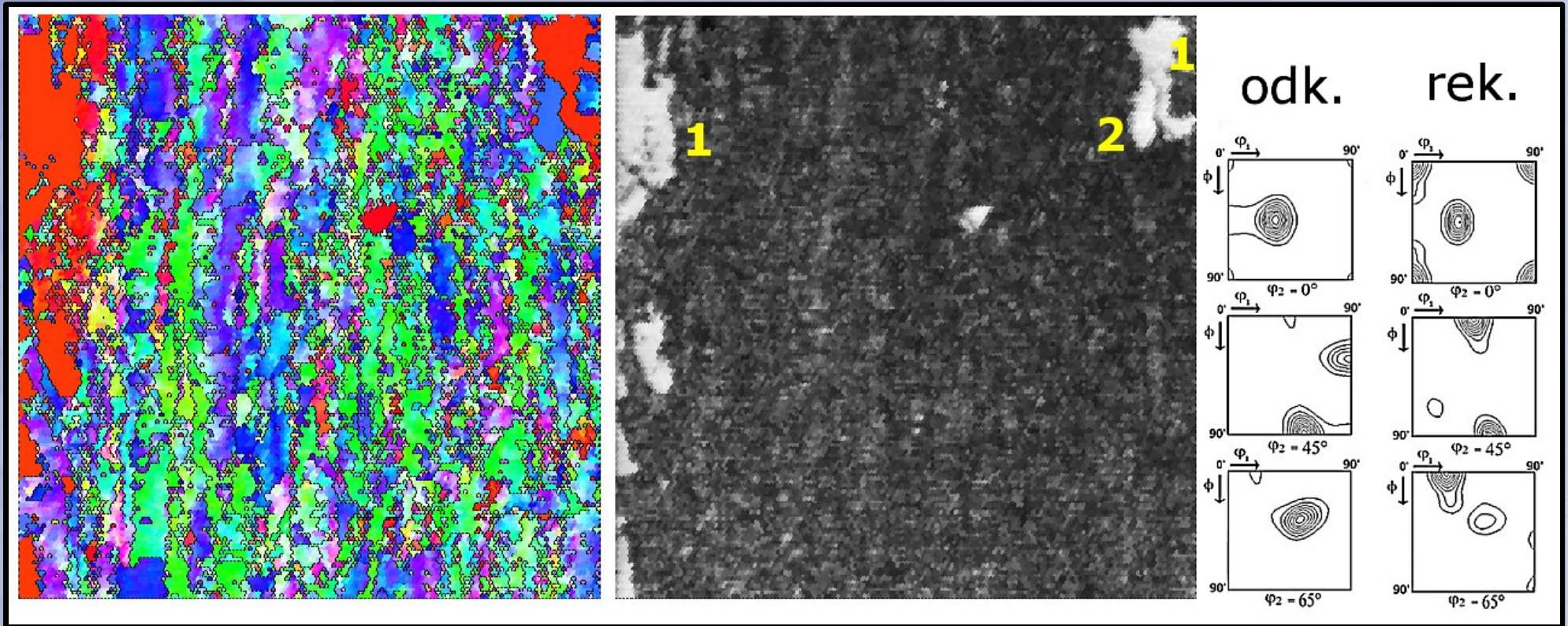
- Orientacja sześcienna w silnie zdeformowanym materiale posiada wyraźnie niższą energię zgromadzoną

Doświadczalne badanie rekrytalizacji w miedzi



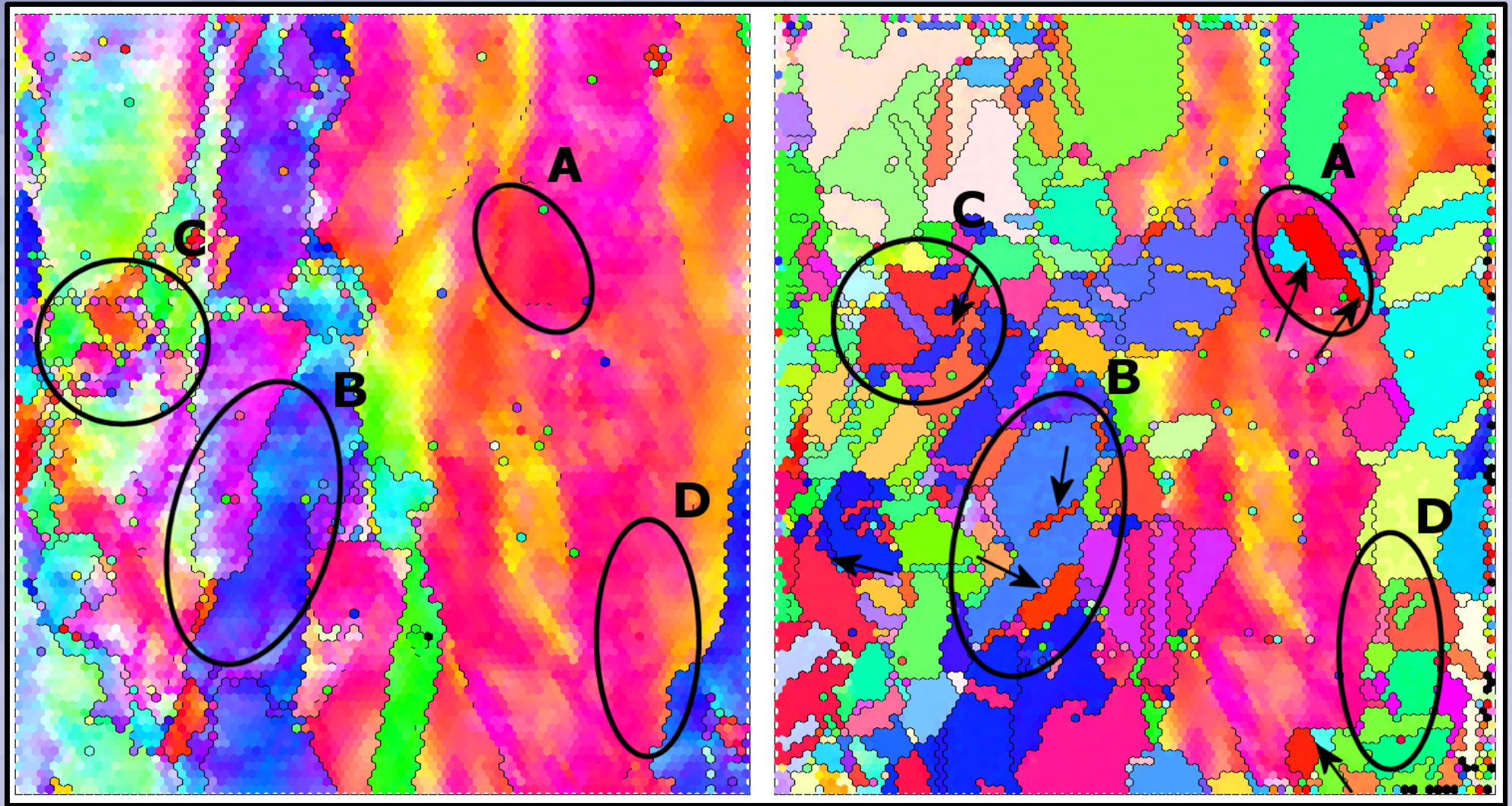
- Wysoki poziom zdrowienia w pasmach/ziarnach sześciennych
- Zarodkowanie w obszarach międzyziarnowych
- Zarodkowanie homogeniczne
- Pojawienie się dużej ilości bliźniaków orientacji sześciiennej

Doświadczalne badanie rekrytalizacji w miedzi



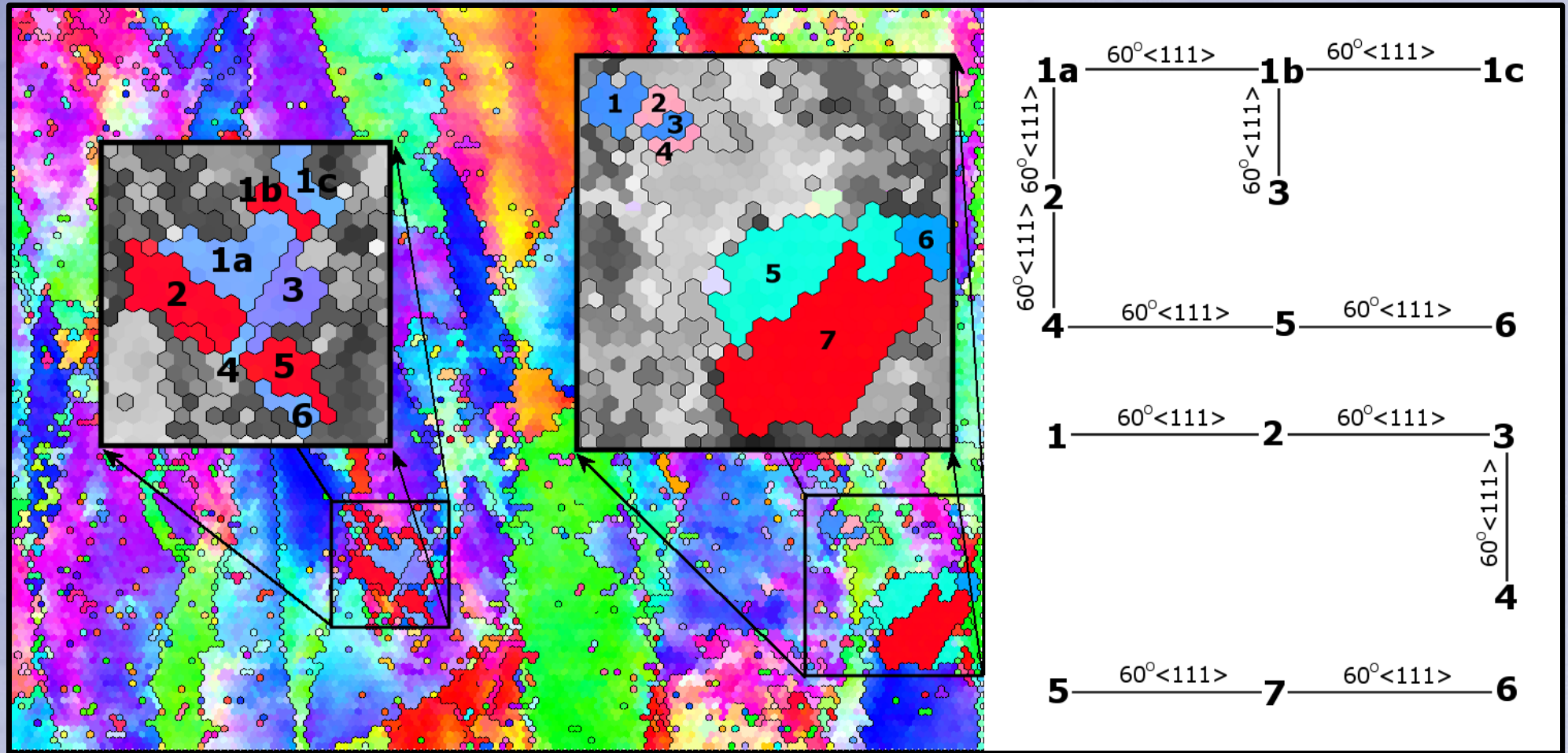
- Zarodkowanie zarówno w obszarach międzyziarnowych jak i pasmach przejściowych
- Wiele zarodków sześciennych umieszczonych w zdeformowanej matrycy
- Brak bliźniaków

Doświadczalne badanie rekrytalizacji w miedzi



- A) zarodkowanie w obszarze po zdrowieniu
- B) zarodkowanie wewnątrz-ziarnowe (*intragranular*)
- C) zarodkowanie między-ziarnowe (*intergranular*)
- D) zarodkowanie homogeniczne

Doświadczalne badanie rekrystalizacji w miedzi



Kaskady ziaren bliźniaczych w przypadku $\Delta=70\%$ i praktyczny ich brak w przypadku $\Delta=90\%$.

Ciekawostka: podobny efekt zaobserwowano w Fe-Ni [Zaeferer].

Doświadczalne badanie rekrytalizacji w miedzi

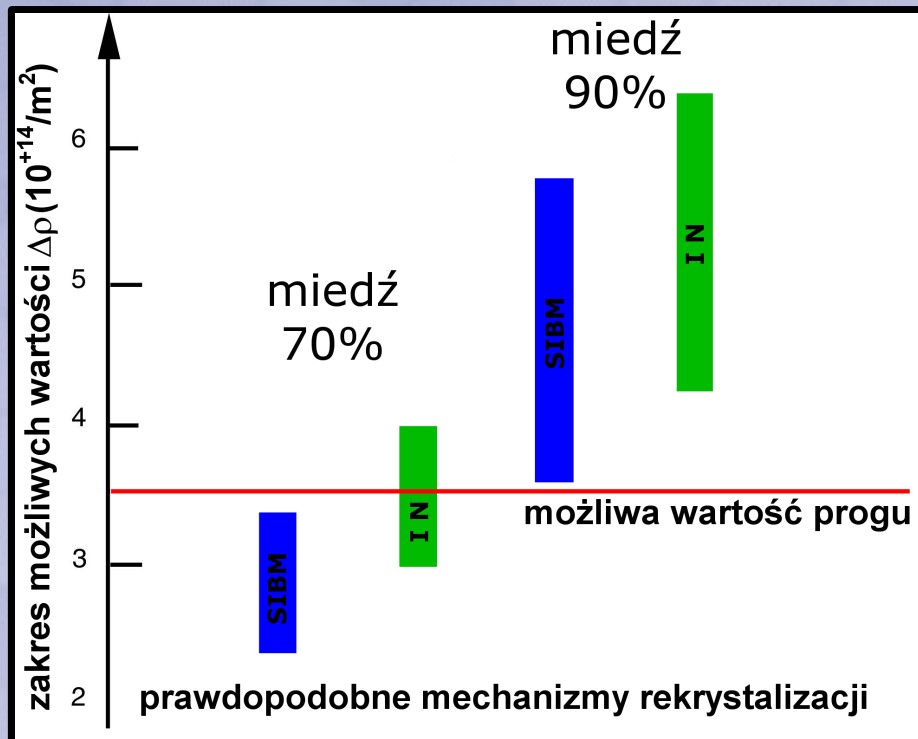
Wnioski

- ✓ Za teksturę rekrytalizacji odpowiada zarówno zorientowany wzrost jak i zorientowane zarodkowanie (*wysoki poziom zdrowienia w orientacji sześcienniej oraz preferowane sąsiedztwo Cb/S*)
- ✓ Wykształcenie się tekstury sześcienniej możliwe jest tylko przy odpowiednio dużej różnicy w wartościach energii zgromadzonej dla poszczególnych składowych
- ✓ Zarodkowanie w obszarach międzyziarnowych oraz pasmach przejściowych występuje zarówno w przypadku $\Delta = 70\%$ jak i $\Delta = 90\%$ z tym, że:
 - dla $\Delta = 70\%$: dominuje ten pierwszy mechanizm i prowadzi do tekstury pseudo-izotropowej
 - dla $\Delta = 90\%$: oba mechanizmy są istotne i prowadzą do tekstury kubicznej

Doświadczalne badanie rekrytalizacji w miedzi

Hipoteza progu

Jeżeli założymy, że do uruchomienia każdego z mechanizmów potrzebne jest przekroczenie pewnego minimalnego progu różnicy gęstości dyslokacji, to w zależności od wielkości tego progu, w materiałach o różnym stopniu odkształcenia uruchamiać się będą różne mechanizmy.



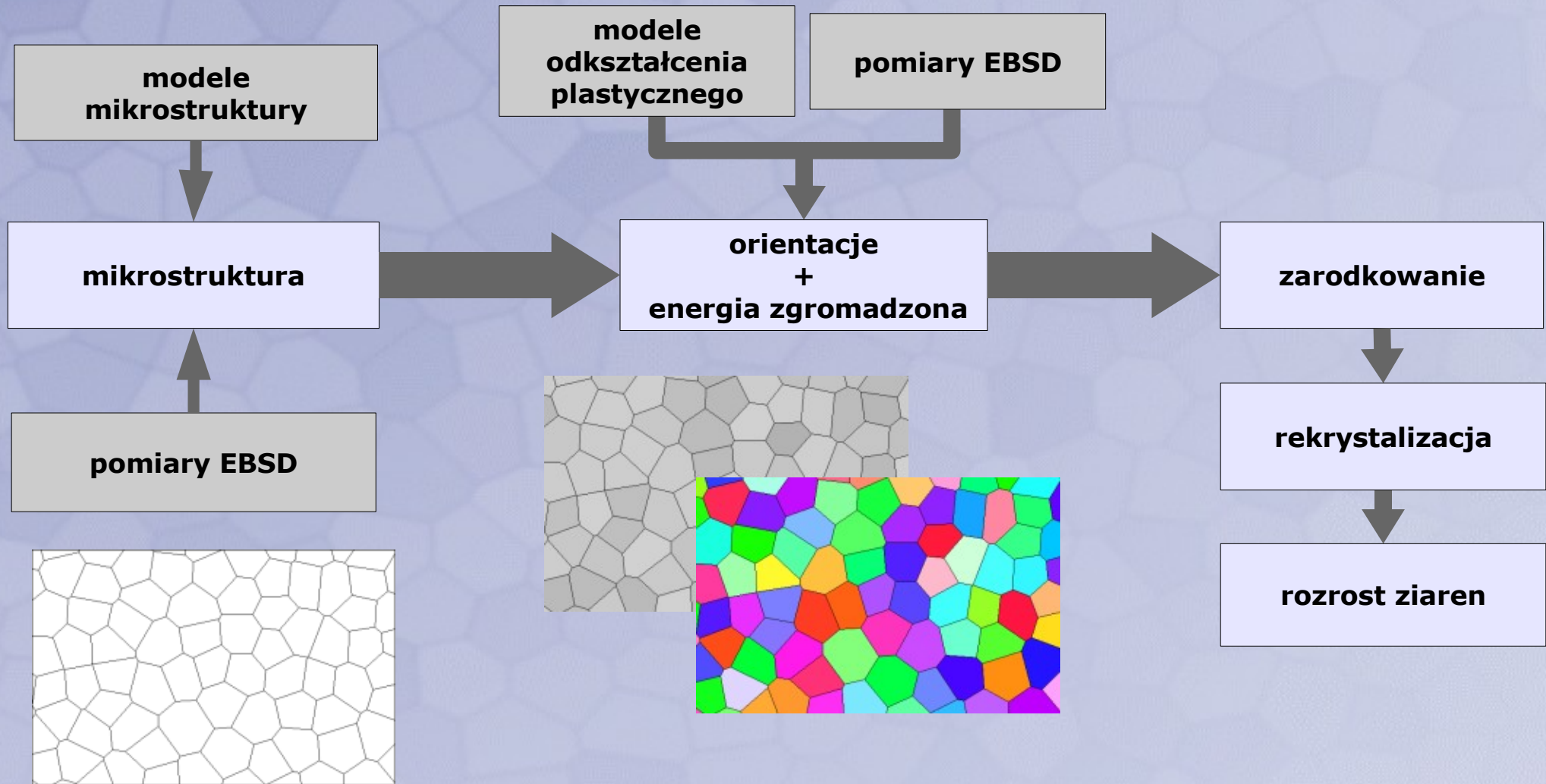
SIBM

Strain Induced Boundary Migration

IN

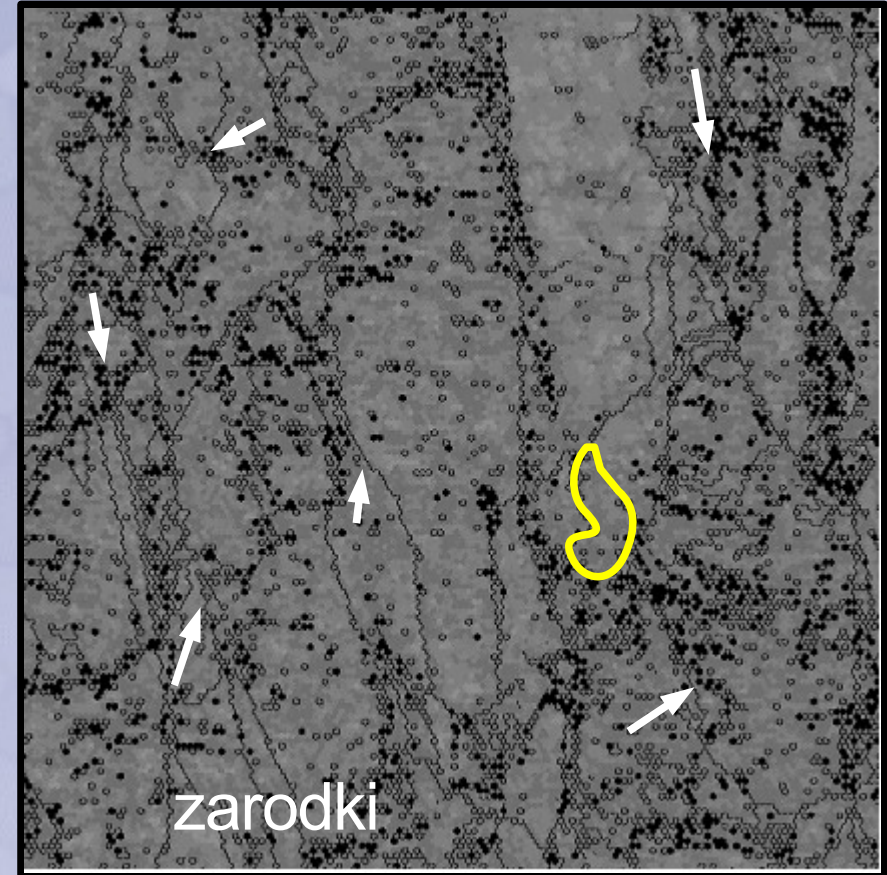
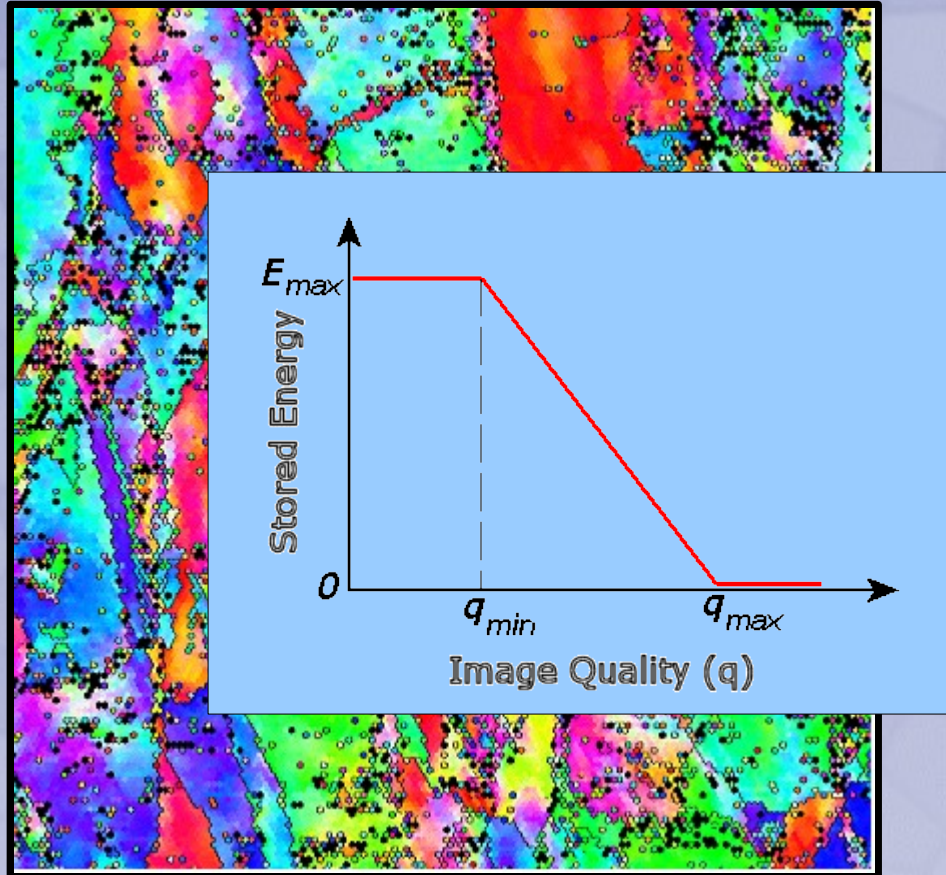
Intergranular Nucleation

Modelowanie rekrytalizacji



Modelowanie rekrytalizacji

Model typu Monte-Carlo



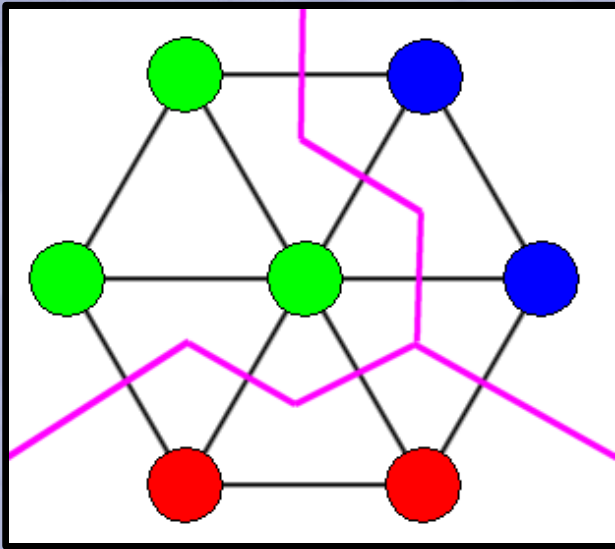
$$\sigma_{ij}(g_i, g_j) = \begin{cases} \sigma_{HAGB} \cdot \frac{\phi_{ij}}{\phi_{HAGB}} \cdot \left[1 - \ln \left(\frac{\phi_{ij}}{\phi_{HAGB}} \right) \right] & \phi_{ij} \leq \phi_{HAGB} \\ \sigma_{HAGB} & \phi_{ij} > \phi_{HAGB} \end{cases}$$

1. Mikrostruktura
2. Energia zgromadzona
3. Energia granic
4. Zarodkowanie

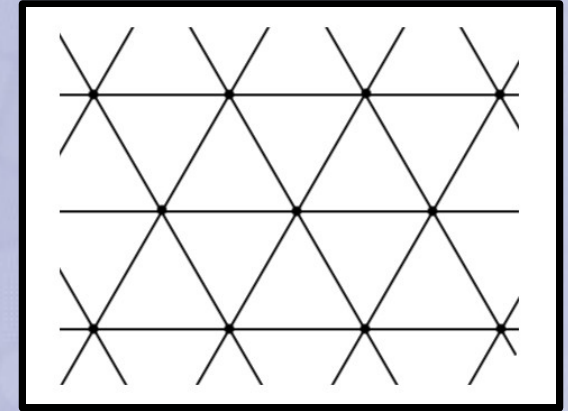
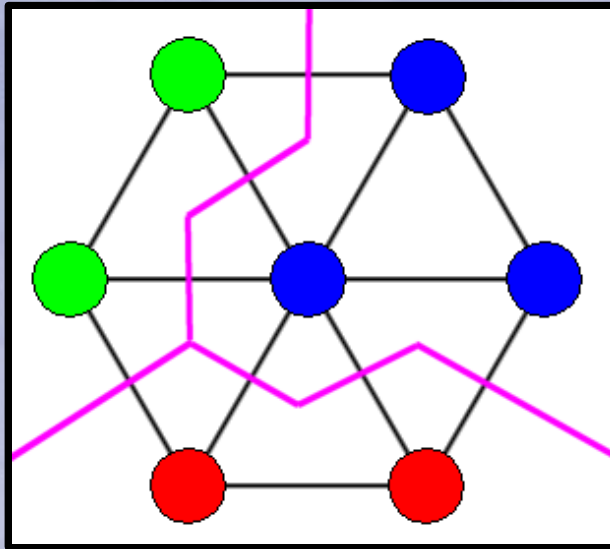
Modelowanie rekrytalizacji

Model typu Monte-Carlo

$$J = \sum_{i=1}^6 \sigma(g_0, g_i)$$



$$J' = \sum_{i=1}^6 \sigma(g_0', g_i)$$



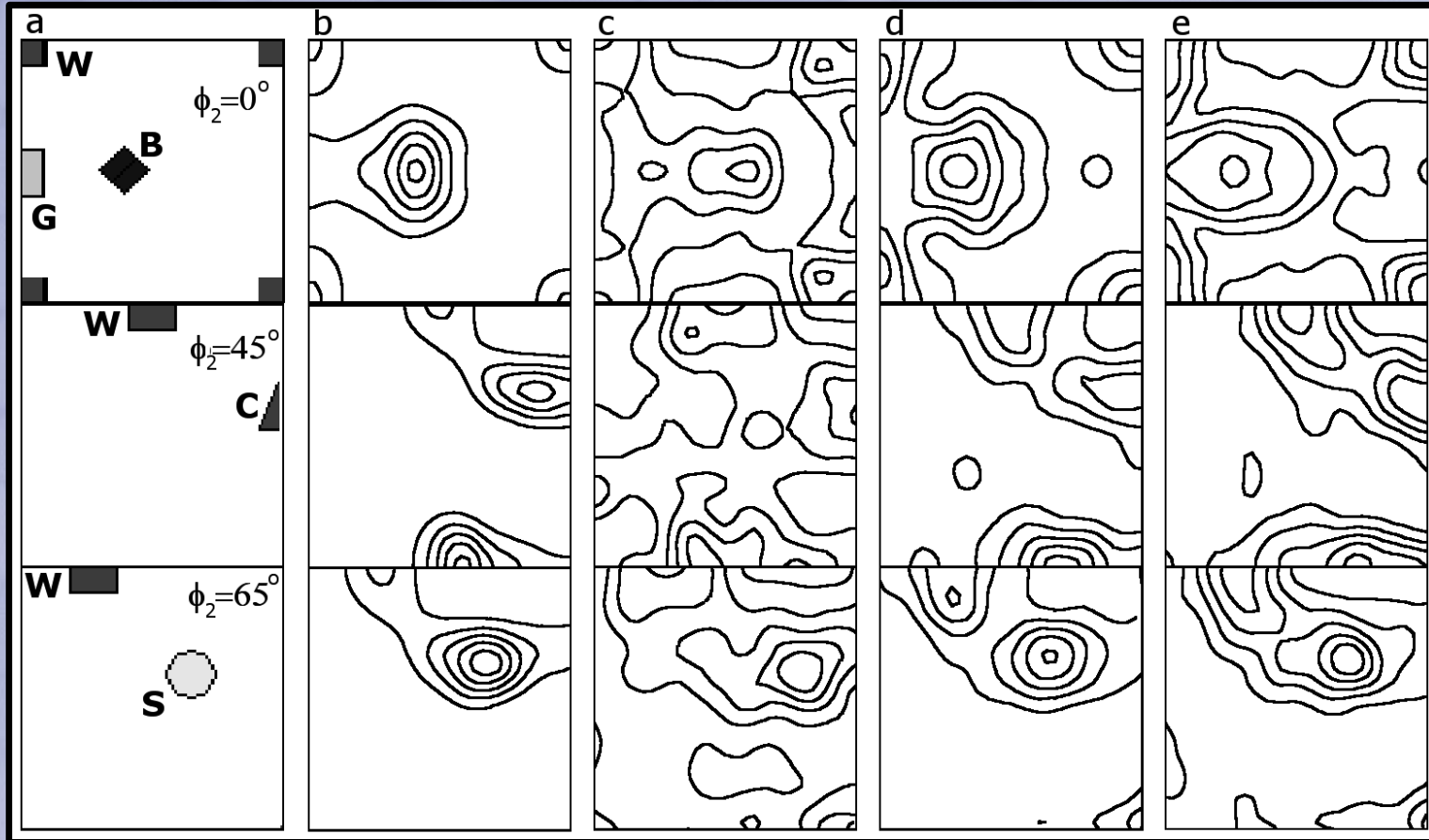
$$\Delta E = \left(J^* + H_0^* \right) - \left(J + H_0 \right)$$

$$p = \begin{cases} m(\phi) & \Delta E^{(i)} \leq 0 \\ m(\phi) \cdot \exp\left(-\frac{\Delta E^{(i)}}{kT}\right) & \Delta E^{(i)} > 0 \end{cases}$$

$$m(\phi, B, n) = m_{HAGB} \left(1 - \exp[-B(\phi / \phi_m)^n] \right)$$

Modelowanie rekrytalizacji

Model typu Monte-Carlo

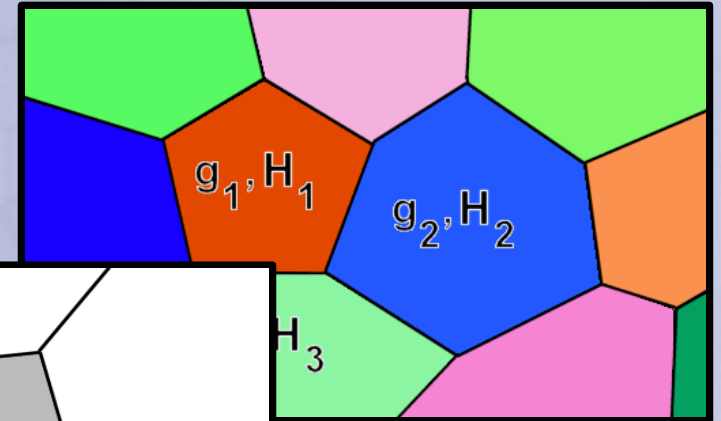
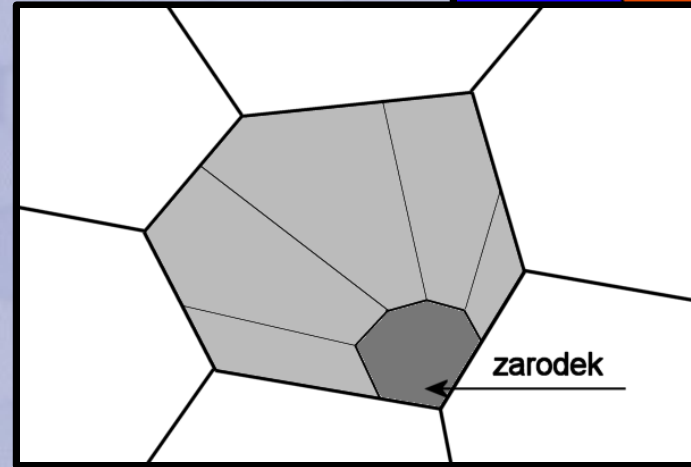
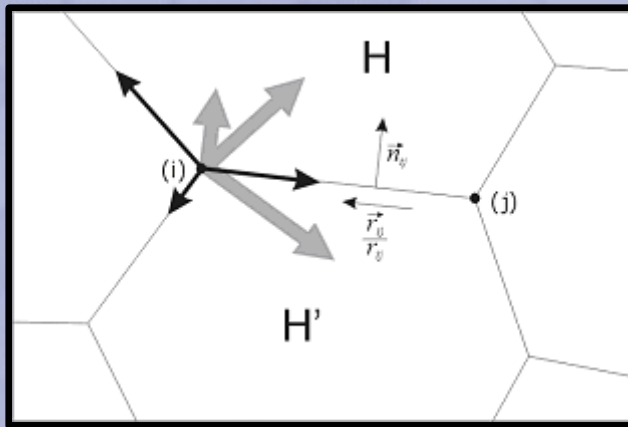


- a) orientacje idealne
- b) tekstura odkształcenia
- c) tekstura rekrytalizacji
- d) tekstura modelowa (HSM)
- e) tekstura modelowa (HSM+MIS)

Modelowanie rekrytalizacji

Model typu Vertex

1. Mikrostruktura
2. Zarodkowanie
3. Równania ruchu



Wypadkowa siła działająca na węzeł

$$\vec{f}_i = - \sum_j^{(i)} \sigma_{ij} \frac{\vec{r}_{ij}}{\|\vec{r}_{ij}\|} + \sum_j^{(i)} \gamma_{ij} \vec{n}_{ij}$$

$$\gamma_{ij} = H - H'$$

Ogólne równanie ruchu

$$D_i \vec{v}_i = \vec{f}_i - \frac{1}{2} \sum_j^{(i)} D_{ij} \vec{v}_j \quad i = 1, \dots, N$$

$$D_i = \sum_j^{(i)} D_{ij} \quad D_{ij} \propto \frac{1}{m_{ij}}$$

Modelowanie rekrytalizacji

Model typu Vertex

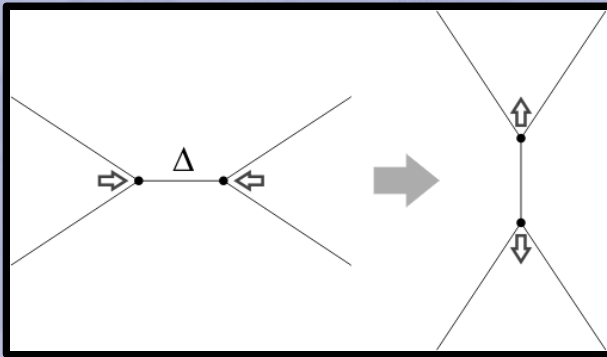
Transformacje topologiczne

Δ – najmniejsza dopuszczalna odległość między węzłami, warunek zajścia transformacji

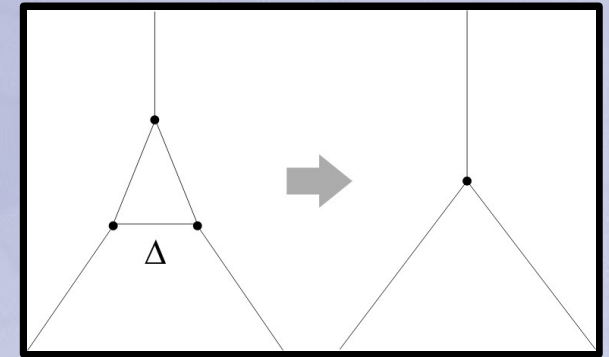
$$\Delta = \alpha \langle r \rangle \quad \langle r \rangle = \sqrt{\frac{2A_{total}}{\pi n}}$$

$\alpha = 0.025$ - model parameter

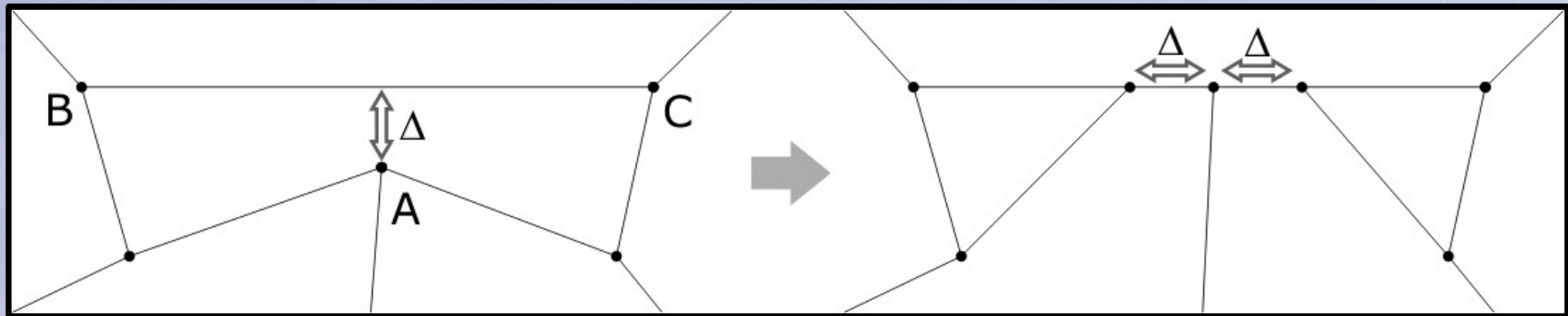
Proces T1



Proces T2

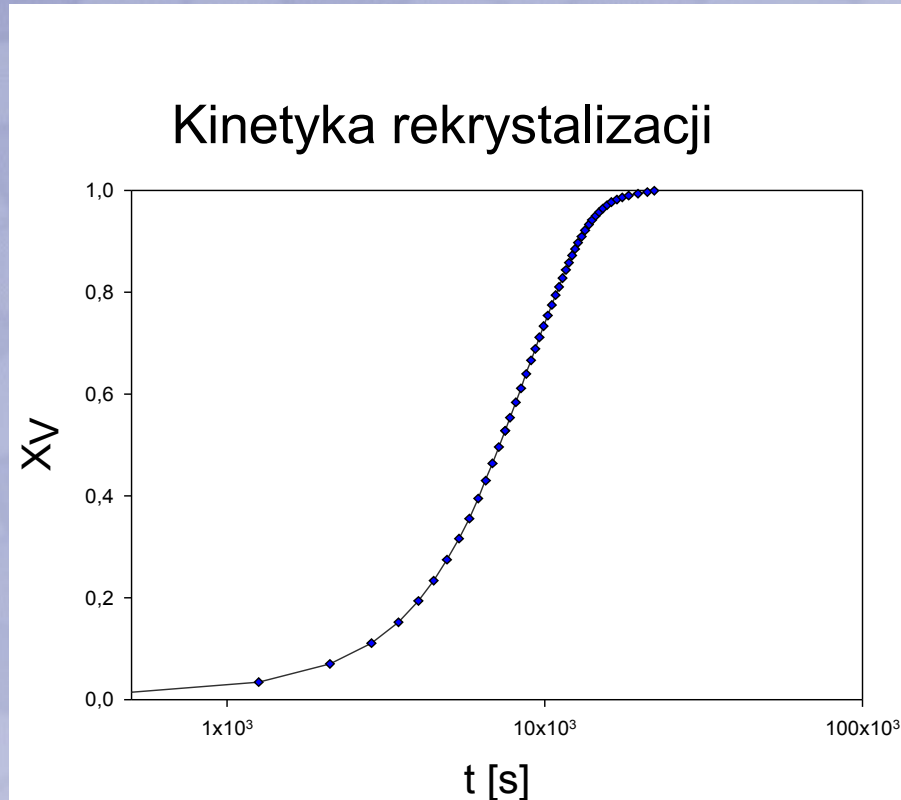


Proces TA



Modelowanie rekrytalizacji

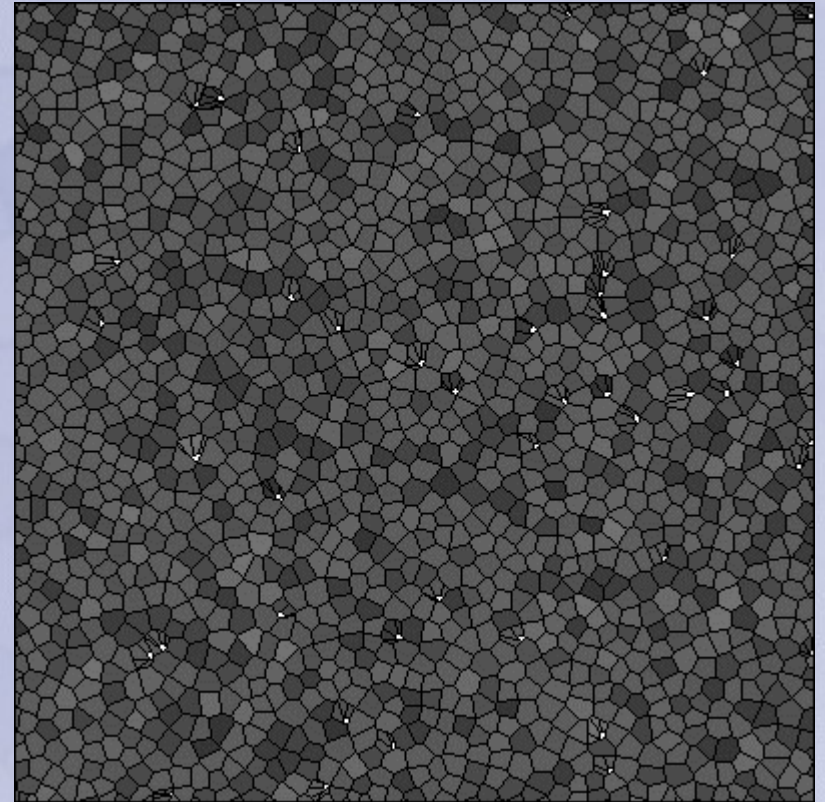
Model typu Vertex



Johnson-Mehl-Avrami-
Kolmogorov (JMAK)

$$X_v = 1 - \exp(-Bt^n)$$

eksponenta Avramiego $n = 2,037$
wart. teor. $n=2,0$

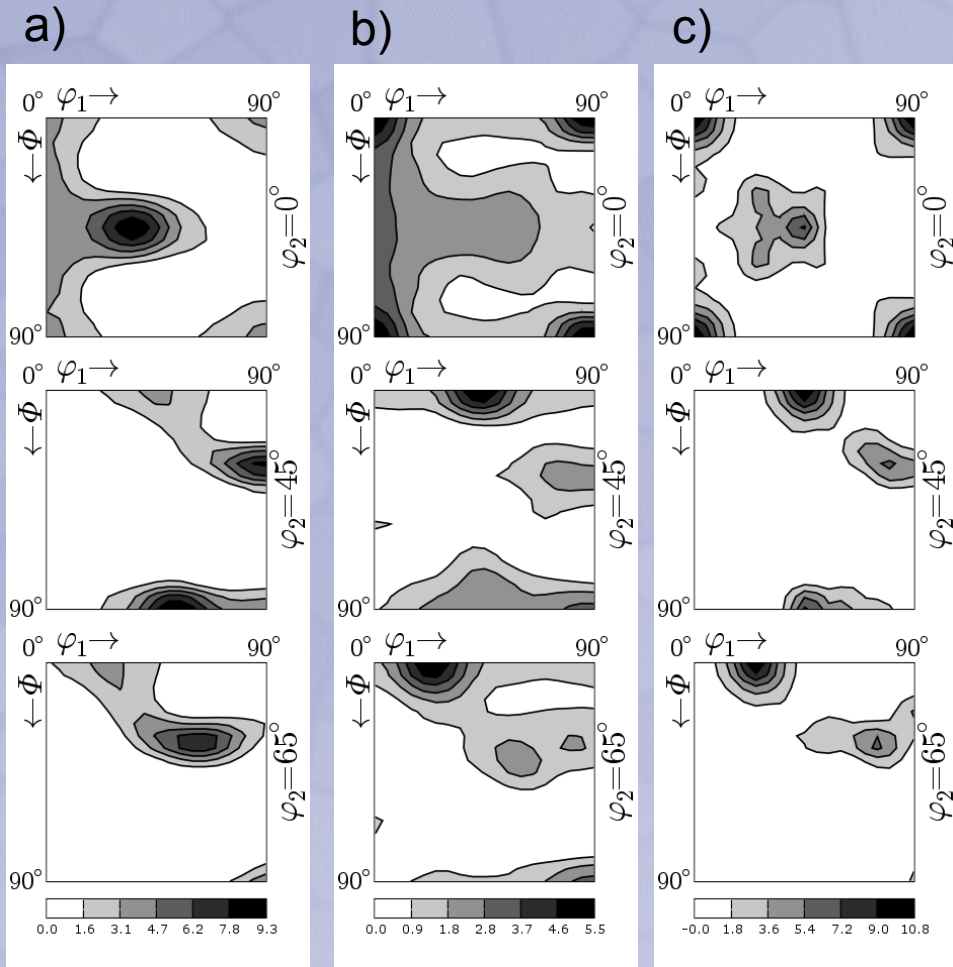


Mikrostruktura początkowa (~2000 ziaren)

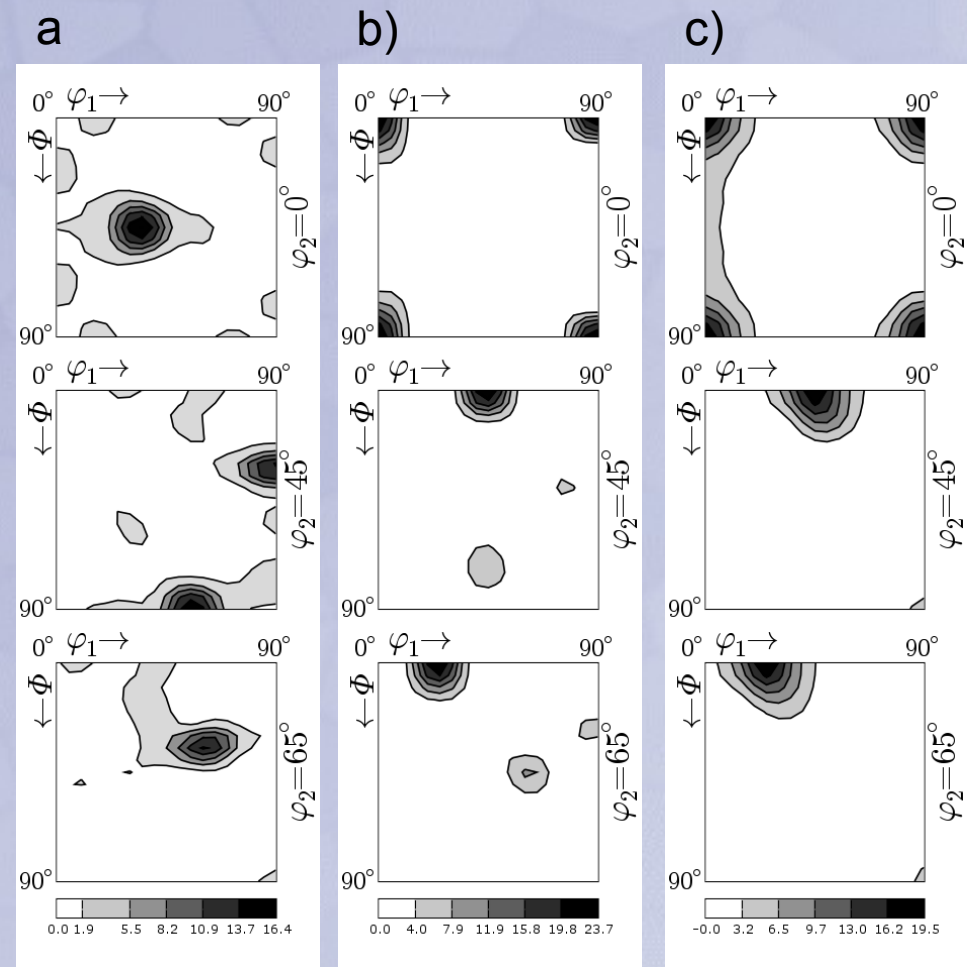
Modelowanie rekrytalizacji

Model typu Vertex

$\Delta = 70\%$



$\Delta = 90\%$

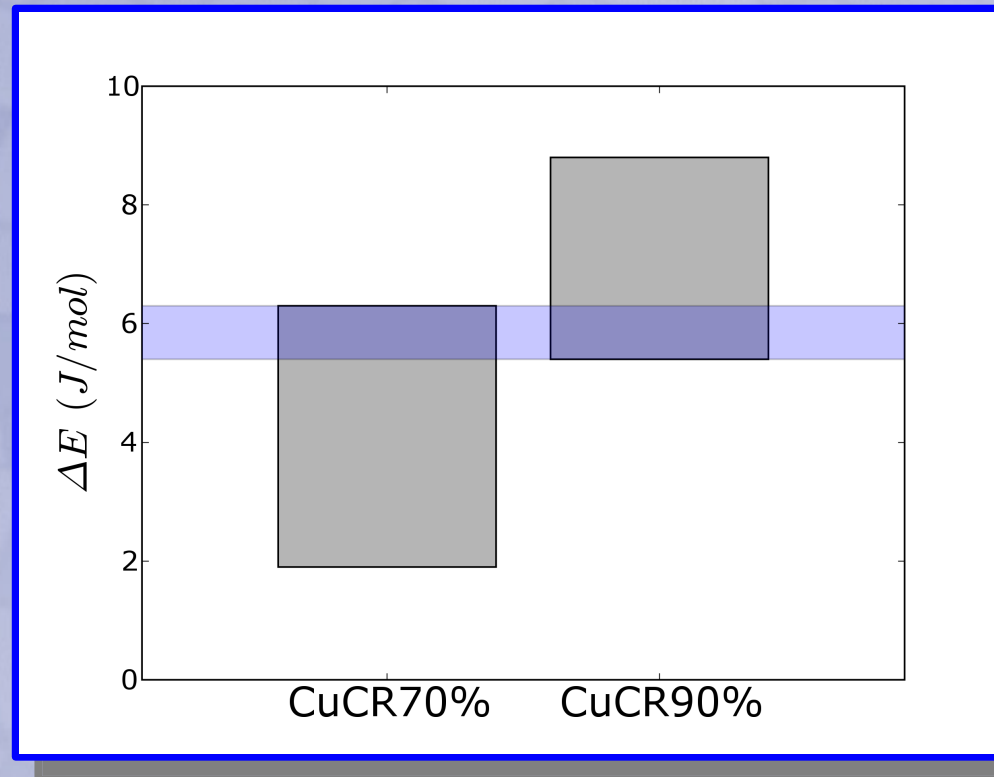


Tekstura:

a) odkształcenia b) rekrytalizacji c) modelowana

Modelowanie rekrytalizacji

Model typu Vertex



Hipoteza progu, zastosowana do modelu typu Vertex, prawidłowo odtwarza tekstury zarówno dla materiału odkształconego do 70% jak i do 90%.

Po ustaleniu wartości progu (jednakowego dla obu materiałów), w modelu nie ma parametrów swobodnych.

Modelowanie rekrytalizacji

Podsumowanie

- **Kilkanaście programów narzędziowych** (w tym pakiet do analizy tekstur oraz oprogramowanie do kompleksowej analizy map EBSD)
- **Szereg metod badawczych** (w tym porównywanie tekstur oraz dwie metody szacowania frakcji zrekrystalizowanej)
- **Modele rekrytalizacji** (model funkcji kompromisu, model Monte-Carlo, unikatowy model Vertex, model mieszany)
- **Badania rekrytalizacji w miedzi** (wiarygodne statystycznie podejście)
- Opis głównych mechanizmów rekrytalizacji w miedzi oraz **hipoteza progu**.

2000 - 2007

- 14 magistrantów (3 ► doktoranci)
- 2 współprowadzone doktoraty



dr Philippe Gerber



dr Krystian Piękoś

Dziękuję za uwagę