



## Mikrostrukturen i valset kobber

**Christoffersen, Henrik**

*Publication date:*  
1997

*Document Version*  
Også kaldet Forlagets PDF

[Link back to DTU Orbit](#)

*Citation (APA):*  
Christoffersen, H. (1997). Mikrostrukturen i valset kobber. Forskningscenter Risø. (Denmark. Forskningscenter Risøe. Risoe-R; Nr. 958(DA)).

## DTU Library

Technical Information Center of Denmark

---

### General rights

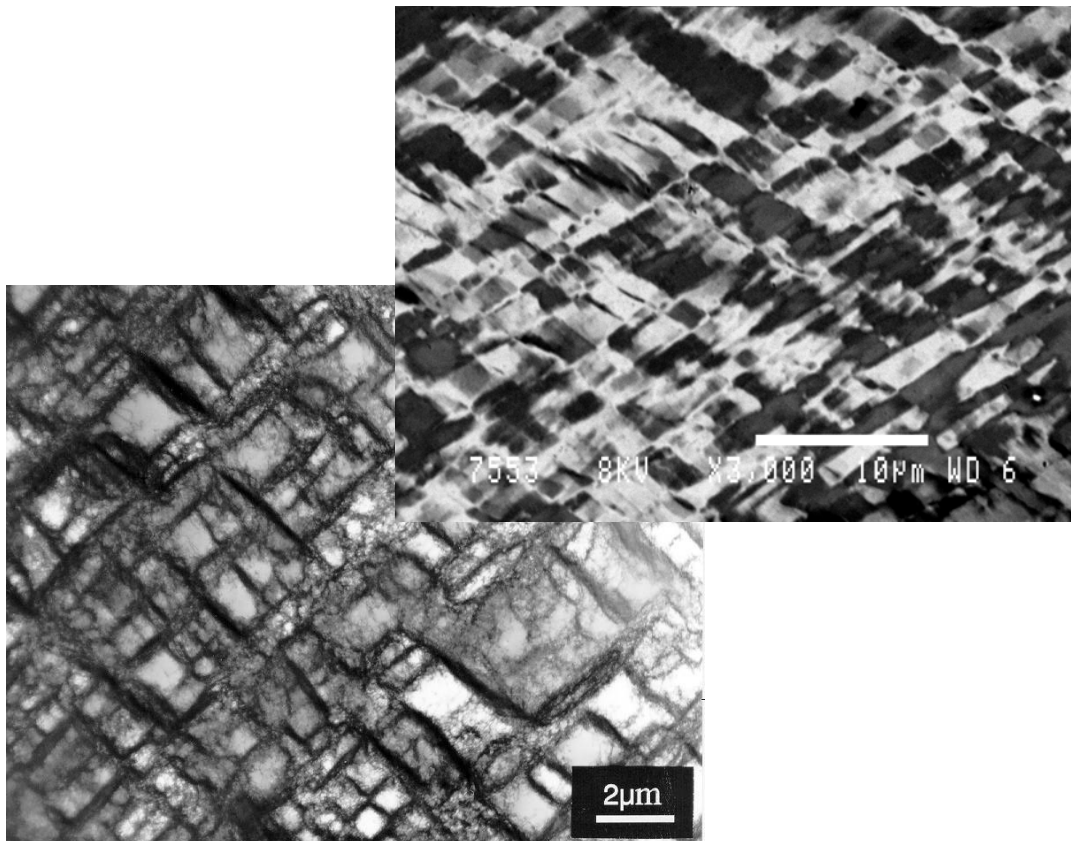
Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
- You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.

# Mikrostrukturen i valset kobber

Henrik Christoffersen



- Forskningscenter Risø, Roskilde  
Juni 1997

Figuren på forsiden: To billeder, der begge viser HWD-strukturer i valset kobber. Øverste billede (SEM) er ved 29% valsereduktion i et grovkornet materiale. Nederste billede (TEM) er ved 11% valsereduktion i et finkornet materiale.

Denne rapport er afleveret som en del af de betingelser der skal opfyldes for at opnå en ph.d. grad fra Københavns Universitet.

Erratum: På side 71 i det elektroniske dokument mangler billedtekst plus sidetal.

Figurteksten er : *Figur 6.3.6 HWD-struktur som ser ud til at gentage sig selv på finere og finere skala.*

## Abstract

The present thesis, submitted in partial fulfilment of the requirements for a Ph.D. degree from the University of Copenhagen, describes the microstructure in copper rolled to low and intermediate strains. The emphasis is on the “high wall density” component of the microstructure.

The experimental techniques used in the thesis are transmission electron microscopy and scanning electron microscopy. In transmission electron microscopy a slightly modified version of the hollow-cone technique has been used. In the field of scanning electron microscopy the resolution and the reliability of the back-scattering images has been investigated, for instance with comparison with transmission images.

In connection with the general study of the development of the microstructure in rolled copper a number of quantitative investigations have been conducted as listed below.

- *The orientation of the dislocation walls* It was found that the dislocation walls have no preference for orientations parallel to the  $\{111\}$  slip planes. Viewed in the longitudinal section (parallel to the rolling direction and the normal direction) the walls form angles of approximately  $\pm 45^\circ$  with the rolling direction. According to simple geometry this angle should decrease with increasing rolling reduction. A certain reduction was observed, but it is much smaller than the reduction expected theoretically. This must mean that the dislocation walls rotate in a direction opposite to the geometrically imposed rotation.
- *The orientation distribution of the dislocation walls* To a first crude approximation the walls are parallel to the transverse direction. However, as seen in transverse sections and sections parallel to the rolling plane (perpendicular to the rolling direction and the normal direction, respectively) this is a very crude approximation. A geometrical model with added rotation about axes parallel to the rolling and normal directions gives a better description of the wall orientations – even though it is not possible to reconcile all observations in the different sections. The ultimate statistical description of the wall orientations, independent of geometrical models, is the two-dimensional orientation distribution of the plane normals. A method for the synthesis of such an orientation distribution is developed. The resulting distribution reflects a rather wide spread in the orientations of the walls.
- *Microstructure and Crystallographic orientation* An attempt was made to correlate the type of microstructure in the different grains (“high wall density” structure or the alternative “low wall density” structure) to the crystallographic orientation of the grains. There was a certain, but not a very convincing, correlation. For a third not very common, type of microstructure there was a very clear correlation with crystallographic orientation. In a parallel investigation of rolled brass, a clear correlation was found between the type of microstructure (twin lamellae or no twin lamellae) and the crystallographic orientation.

Even though a number of details have been elucidated in the present work, the mechanics and the micromechanics behind the microstructures are not really understood. However, certain preliminary conclusions may be drawn:

- The initial formation of the high wall density structure is governed by specific dislocation interactions.
- The subsequent development may be seen as subdivision of the grains into regions with different strains, different slip patterns and a number of active slip systems smaller than the five required in the Taylor model.
- Grain-to-grain interaction, as modified by the specific neighbour relations plays a significant role in the formation of microstructure.



### Forord

Da jeg for ca. tre et halvt år siden påbegyndte mit Ph.D-projekt om *Mikrostrukturen i valset kobber* var mit forhold til projektet blandet. Jeg er uddannet cand. scient i fysik og projektet var **ikke** fysik, selvom metoderne ofte ligner. Som min vejleder udtrykte det “*Vi får ikke point for de samme ting som fysikere gør*”.

Vendepunktet kom i Cambridge, hvor jeg tilbragte tre måneder. Projektet kom på afstand og tingene blev sat i perspektiv. Som tiden gik i Cambridge opstod idéer til undersøgelser jeg kunne tænke at foretage mig, og jeg vendte derfor hjem med fornyet gejst. Studiet af dislokationsmikrostrukturer har nogen nedladende kaldt “*bird watching*”, og målet for mig blev (foruden at have et spændende arbejde) at tilvejebringe sammenhængende kvantitative og kvalitative data, som kan bruges i fremtidige modeller. Hvorvidt det er lykkedes, overlader jeg til læseren at bedømme – men jeg vil meget nødigt betegnes som fuglekigger. Ornitolog derimod, ville ikke genere mig det fjerneste.

Dette projekt ville ikke være blevet til noget uden Torben Leffers, som har været min vejleder på Risø og jeg ønsker at takke for et inspirerende og frugtbart samarbejde. Arbejdet er udført under Det Ingeniørvidenskabelige Center for Materialestrukturer og Materialemodeller.

Erik Johnson, min vejleder fra Københavns universitet, takkes for at have stillet transmissionselektronmikroskopet på Ørsted laboratoriet til rådighed og tackle administrative problemer i forbindelse med mit projekt. Desuden har Erik Johnson bidraget til denne rapport med *weak beam* billeder af andengenerations mikrobånd.

Elektronmikroskoper var ukendt land, da jeg startede på Risø og Jørgen B. Bilde-Sørensen takkes for at have påtaget sig arbejdet med at indføre mig i denne verden.

Jeg har ikke tal på antallet af TEM-tyndfilm der er brugt i denne rapport, og en stor tak går derfor til Jørgen Lindbo, som har ophøjet fremstillingen af tyndfilm til en kunststart. Tak til Grethe Winther for modelberegningerne i kapitlet om mikrostruktur og krystallografi, og i samme åndedrag tak til Ricardo Lebensohn (Universidad Nacional de Rosario, Argentina.)

Under skrivningen af denne rapport er adskillige mennesker blevet involveret i korrekturlæsningen: Thomas Petersen, Grethe Winther, Niels Krieger Lassen og Jørgen B. Bilde-Sørensen. Jeg takker alle for deres arbejde, som har beskæftiget sig med forskellige områder af rapporten. Thomas: Layout og sprog. Grethe og Krieger: “*Det forstår vi ikke*” og korrektur læsning. Bilde: En skarp rød tuschpen til en sidste gennemgang af rapporten.

I løbet af de godt tre år, der forløber fra man som nyuddannet kandidat starter på forskeruddannelsen til den dag hvor man indleverer sin rapport, sker der meget og meget –noget godt-noget skidt. Jeg vil derfor benytte lejligheden til at rette en varm tak til Morten, Anne-Mette, Bo, Karin og Birgitte for deres støtte i en svær tid. Endvidere tak til bofællesskabet A/B Ritz og deres overbærenhed med mit rod og mine særheder i tre år.



## Indholdsfortegnelse

<b>1. Indledning</b>	<b>9</b>
<b>2. Plastisk deformation</b>	<b>11</b>
2.1 <i>Énkrystaller</i>	11
2.2 <i>Polykrystalmodeller</i>	13
<b>3. OD-Mikrostrukturer i Kobber</b>	<b>18</b>
3.1 <i>Mikrostrukturer i deformerede FCC materialer.</i>	18
3.2 <i>Mikrostrukturer i valsede kobber polykrystaller</i>	19
3.3 <i>Deformationsbånd</i>	23
3.4 <i>Polykrystalmodeller og OD-mikrostrukturer.</i>	24
<b>4. Eksperimentelle detaljer</b>	<b>27</b>
4.1 <i>Valsning</i>	27
4.2 <i>Materialer</i>	28
4.3 <i>Prøvepræparation</i>	29
4.4 <i>Transmissionselektronmikroskopi (TEM)</i>	30
4.5 <i>Scanningelektronmikroskopi</i>	35
<b>5. HWD-strukturer i valset kobber</b>	<b>37</b>
5.1 <i>Dannelse af HWD-strukturer</i>	37
5.2 <i>Den videre udvikling af HWD-strukturer</i>	47
<b>6. SEM observationer af valset kobbers OD-mikrostruktur</b>	<b>56</b>
6.1 <i>SEM og TEM</i>	56
6.2 <i>Finkornet kobber</i>	58
6.3 <i>Grovkornet kobber</i>	67
<b>7. Stabilitet af SEM observationer</b>	<b>74</b>
7.1 <i>Eksperimentet</i>	74
7.2 <i>Resultater</i>	74
7.3 <i>Opsummering af observationerne</i>	79
<b>8. Krystallografi og dislokationsvægge</b>	<b>80</b>
8.1 <i>Introduktion</i>	80
8.2 <i>Eksperimentelt</i>	80
8.3 <i>Teoretiske overvejelser</i>	80
8.4 <i>Eksperimentelle resultater</i>	81
8.5 <i>Diskussion</i>	81
<b>Risø-R-958(DA)</b>	<b>7</b>



<b>9. Makroskopiske orienteringsforhold for dislokationsvæggene</b>	<b>83</b>
9.1 Geometrisk rotation	83
9.2 Resultater	85
<b>10. 3D-strukturen af HWD korn</b>	<b>92</b>
10.1 Indledning	92
10.2 En simpel geometrisk model af HWD-strukturen	95
10.3 Resultater	98
10.4 Syntetisering af orienteringsfordelingen	110
10.5 Diskussion	113
<b>11. Mikrostruktur og krystallografisk orientering</b>	<b>117</b>
11.1 Baggrund	117
11.2 Eksperimentelle detaljer	117
11.3 Eksperimentelle resultater	118
11.4 Kornstørrelseseffekt i kobber	121
11.5 Orienterings effekter i messing	122
11.6 Teoretiske fordelinger	125
11.7 Diskussion	131
11.8 Opsummering	134
<b>12. Sammenfatning</b>	<b>136</b>
<b>13. Referencer</b>	<b>138</b>
<b>14. Appendiks: Mikrostrukturer i deformedede kobber énkrytaller</b>	<b>144</b>
14.1 Valsning	144
14.1.1 (110)[001] (Goss) énkrystal, stabil	144
14.1.2 (110)[1-1 2] (messing) énkrystal, stabil	144
14.1.3 (100)[010] (kub) énkrystal, ustabil, danner deformationsbånd	144
14.1.4 (100)[011] énkrystal, ustabil, danner deformationsbånd	145
14.1.5 (-1 1 3) [741] énkrystal, ustabil, deformationsbånd	145
14.1.6 {112}⟨111⟩ (Kobber) énkrystal, stabil	145
14.1.7 (111)[1-1 0] énkrystal, længderetning	145
14.2 Træk	146
14.2.1 [100] -énkrystal Set i {100} planerne	146
14.2.2 [111]-énkrystal set i (111), (-12-1) og (-101) planerne	146
14.2.3 [112] -énkrystal set i (-1-11), (1 -1 0), (001) og (-1-1 0) planerne.	146
14.2.4 [114], [223] og [334] énkrytaller set i (-1 -1 0), (-1-1 1) og (1 -1 0) planerne.	147
14.2.5 [414], [212] og [545] énkrytaller set i (-1 01) og (121) planerne.	147

## 1. Indledning

Hvorfor interessere sig for organiserede dislokations-mikrostrukturer<sup>1</sup> (OD-mikrostrukturer) i metaller? Udgangspunktet er klart. Vi ønsker at forstå deformerede metalliske materialers egenskaber såsom styrke og duktilitet. Problemstillingen blev formuleret således af Aernoudt og Gil Sevillano (1991):

*"The seventy year old sayings that metallic crystals are being fragmented by cold work and that this explains the work hardening of the material are still very much true."*

Forskningsresultater (Hansen og Juul Jensen 1987) har inden for de seneste år vist at OD-mikrostrukturer ikke kan negligeres, når man skal forklare egenskaber så som den anisotrope flydespænding. OD-mikrostrukturer er endvidere et centralt element i fortolkningen af eksperimenter, hvor man ændrer tøjningsretningen (Aernoudt *et al.* 1987). Bauschinger forsøg (Christodoulou *et al.* 1986), hvor man inverterer tøjningsretningen, har vist, at selv cellestrukturer kan besidde retningsbestemte egenskaber.

Karakteriseringen af OD-mikrostrukturer i FCC metaller startede sidst i 70'erne og blev forsat i større detalje i slutningen af 80'erne. I dag er den generelle beskrivelse af OD-mikrostrukturer i FCC metaller, primært kobber, nikkel og aluminium ret vel-etableret, og der er blevet identificeret en række mikrostrukturelle elementer i disse materialer og de sammenhænge hvori elementerne indgår.

Aluminium er sandsynligvis det bedst undersøgte af de tre metaller hvor Bay *et al.* (1989, 1992) og Falk *et al.* (1995) har bidraget væsentligt til beskrivelsen af mikrostrukturens udvikling i valset aluminium. Især er gitterrotationerne, som er en direkte konsekvens af dislokationsmikrostrukturen, særdeles godt undersøgt (Liu og Hansen 1995).

I kobber, hvis mikrostruktur klart adskiller sig fra aluminiums, er situationen en lidt anden. De generelle aspekter af mikrostrukturen, så som andengenerations-mikrobånd, dislokationsvægge mv. er rimeligt velbeskrevne (Malin and Hatherly 1979, Gil Sevillano og Torrealdea 1981, Ananthan, Leffers og Hansen 1991a), men det kvantitative grundlag som findes for aluminium savnes. For eksempel er der i litteraturen uenighed om hvorvidt dislokationsvæggene er parallelle med (111)-planerne (Torrealdea og Gil Sevillano 1981, Ananthan *et al.* 1991a). Spørgsmålet vil blive gjort til genstand for en nærmere undersøgelse i nærværende afhandling.

Ph.D projektets sigte er derfor rettet mod en kvantitativ beskrivelse af dislokations-mikrostrukturer i kobber, hvilket bl.a. indbefatter rotationer af dislokationsvægge og sammenhænge mellem krystallografi og mikrostruktur. Imidlertid er undersøgelser af OD-mikrostrukturer i høj grad et område, som bygger på kvalitative udsagn (læs billeder), og dette vil præge afhandlingen. Kapitlet omhandlende dannelsen af HWD-mikrostrukturer (se kapitel 3 for en definition) afspejler i særdeleshed dette forhold, idet fortolkning af billederne er eneste direkte kilde til forståelse. I andre tilfælde bygger de endelige konklusioner på samspillet mellem kvalitative udsagn og kvantitative data (se f.eks. kapitel 10 :3D-strukturen af HWD korn).

---

<sup>1</sup> Ved organiserede-dislokations-mikrostrukturer (OD-mikrostrukturer) forstås tætte ansamlinger af dislokationer, som er **anisotrope** i deres opbygning og som typisk bliver repeteret mange gange inden for et korn, dvs. en celle-struktur af dislokationer er *ikke* en organiseret dislokationsmikrostruktur.



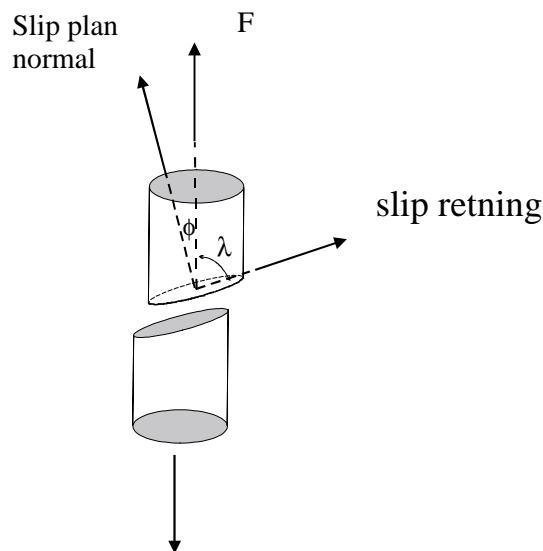
## 2. Plastisk deformation

*Forståelsen af plastisk deformation set i historisk perspektiv.*

I materialevidenskab har der per tradition været to veje i søgen efter indsigt i plastisk deformation af polykrystallinske materialer: Makroskopiske undersøgelser kombineret med modellering (uden smålig hensyntagen til anden mikrostruktur end korngrænser) og detaljerede mikrostrukturelle undersøgelser (uden modellering). Manglen på sammenhæng mellem observationer og teori betyder, at der kun er et meget lille antal modeller, som tager hensyn til OD-mikrostrukturer. Vi vil derfor først se på de få fundamentale fænomener ved plastisk deformation, som er indeholdt i de grundlæggende modeller, nemlig slip og dislokationer. Dernæst beskrives de basale modeller for plastisk deformation af polykrystaller. De få modeller, som sammenkæder OD-mikrostrukturer og plastisk deformation, vil blive omtalt i afsnit 3.4.

### 2.1 Énkrystaller

Arbejde i 20'erne og 30'erne af Schmid og Boas m.fl. (se f.eks. Honeycombe (1968) for en mere detaljeret baggrundshistorie) med metalkrystaller viste, at mange materialeegenskaber varierede med krystallens orientering. Eksempelvis er de elastiske og plastiske egenskaber anisotrope for alle metaller. Alle metalkrystaller deformerer plastisk ved slip, dvs. en del af krystallen bevæger sig hen over en anden del, se Figur 2.1.1:



Figur 2.1.1 Illustration af slip i en én-krystal under et trækforsøg. En karakteristisk forskydningsspænding er nødvendig for slip.

#### Schmid's lov

Schmid's lov postulerer, at slip finder sted langs en given slip plan og retning, når forskydningsspændingen på dette slipsystem når en kritisk værdi. I FCC materialer ved stuetemperaturer finder slip sted på de 4  $\{111\}$ -planer i de 6  $\langle 110 \rangle$  retninger.

Forsøg med udeformede FCC én-krystaller viser en god overensstemmelse med Schmid's lov, og den gælder også for en lang række andre materialer.

Betragt Figur 2.1.1. Krystallen deformeres med kraften  $F$ . Hvis arealet af krystallens endeflader betegnes  $A$ , påvirkes krystallen af en spænding  $\sigma = F/A$ . Komponenten af  $F$  langs slipretningen er  $F \cdot \cos \lambda$ , og arealet den virker på, er  $A / \cos \phi$ . Derfor kan forskydningsspændingen  $\tau$  opløst langs slipretningen i slipplanen skrives som

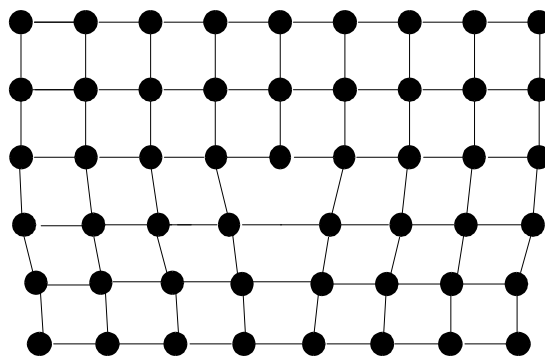
$$\tau = \frac{F}{A} \cdot \cos \phi \cdot \cos \lambda$$

Sammenhængen mellem forskydningsspændingen og trækspændingen kan da kort formuleres som  $\sigma = \tau \cdot m$  og  $m = (\cos \phi \cdot \cos \theta)^{-1}$ . Formlen indeholder kun geometriske variable, og det betyder, at den kritiske forskydningsspænding  $\tau_0$  må være den samme for alle slipsystemer i et givent FCC-metal, idet  $\{111\}$ -planerne (og  $\langle 110 \rangle$ -retningerne) er fysisk ækvivalente. Forskellen mellem slipsystemerne i et FCC-metal er altså ren geometri og udtrykkes ved  $m$ -faktoren ( $m = (\cos \phi \cdot \cos \theta)^{-1}$ ).

### Dislokationer

Atomplaner, der stift glider hen over hinanden, er nok den simpleste ide, der kan postuleres, når man skal forklare slip. Imidlertid fører teoretiske overvejelser samt forholdsvis simple regninger til, at metaller som konsekvens har en styrke, der er ca. 1000 gange større, end den man observerer. Polyani, Orowan og Taylor foreslog derfor i 1934, uafhængigt af hinanden (se Honeycombe 1968), at slip sker via dislokationer (gitterfejl). Den antagelse at udbredelsen af slip sker via dislokationer, betyder at atomplanerne bevæger sig en begrænset strækning ad gangen.

Kantdislokationen er den simpleste dislokation man kan forstille sig: I det ellers perfekte gitter er indskudt en ekstra halvplan (se Figur 2.1.2), og denne halvplan kan forholdsvis let bevæge sig gennem materialet ved at de atomare bindinger flytter sig i et lille område af krystallen. Skruedislokationer er den anden grundlæggende dislokationstype og de fleste dislokationer er sammensat af dislokationsstykker med både skrue- og kantdislokationskarakteristika. Skelnen mellem de forskellige dislokationstyper sker ved deres Burgers- og linievektorer (se f.eks. Hull og Bacon 1984).



Figur 2.1.2 En kantdislokation i et kubisk gitter.

Eksistensen af dislokationer blev først bekræftet eksperimentelt i 50'erne bl.a. via transmissionselektronmikroskopi (Honeycombe 1968).

Schmids lov gælder som tidligere nævnt godt for énkrytaller under forudsætning af, at de ikke er deformerede i forvejen. Deformerer man en stor énkrytall i træk og skærer derefter en ny trækprøve ud, således at et nyt slipsystem har højest opløste forskydningsspænding, og undersøger om Schmids lov stadig gælder, er svaret nej. Dannelsen af masser af nye dislokationer har ført til fænomenet latent hærkning (*latent hardening*, Piercy *et al.* 1955).

Latent hærkning er den første indikation af fænomenet *OD-mikrostruktur*. På en eller anden måde er der skabt nogle forhindringer i materialet der får krystallen til at opføre sig anderledes. Dislokationerne har skabt en anisotropi, der medfører, at den kritiske forskydningsspænding  $\tau_0$  varierer alt efter det valgte slipsystem.

### 2.2 Polykrystalmodeller

*Sachs, Von Mises, Taylor og Bishop-Hill*

Polykrystaller adskiller sig fundamentalt fra énkrytaller, fordi de indeholder korngrænser, som adskiller områder med mere eller mindre forskellige krystallografiske orienteringer. Kombinationseffekten af krystalorienteringer og korngrænser betyder et kompliceret samspil mellem de enkelte korn i materialet. På den anden side må deformationsmekanismerne i de enkelte korn i polykrystallen være de samme som i én-krystallen, så principielt må det være muligt at relatere de plastiske egenskaber af en polykrystal til den plastiske deformation af énkrytaller.

#### Sachs

Det første forsøg på at lave en model for deformation af et polykrystallinsk materiale blev gjort af Sachs i 1928. Han antog, at et polykrystallinsk materiale opfører sig som et gennemsnit af de involverede korn, hvor kornene hver især formodedes at deformere som en énkrytall. Det vil sige at der kun sker slip på slipsystemet med den højest opløste forskydningsspænding. Under antagelse af en samling tilfældigt orienterede korn fandt Sachs en middelværdi for m-faktoren  $\bar{m} = 2.238$  og kunne derfor relatere den kritiske trækspænding  $\sigma_Y$  til den kritiske forskydningsspænding v.h.j.a.

$$\sigma_Y = \bar{m}\tau_0$$

hvor  $\tau_0$  er den kritiske opløste forskydningsspænding for en énkrytall.

Sachs teori indeholder to alvorlige problemer. Eksperimentelt ved vi, at korn ikke deformerer på et enkelt slipsystem i et polykrystallinsk materiale, og desuden har antagelsen om at de enkelte korn deformerer som én-krystaller, som konsekvens, at der mangler tøjningskontinuitet. Det er således umuligt at opretholde et sammenhængende materiale.

#### Taylor

Von Mises havde allerede i 1928 vist, at vilkårlig deformation af en énkrytall kræver fem uafhængige slipsystemer (hvis man antager, at volumen er konstant). Det næste skridt kom i 1938, hvor Taylor formulerede sin model baseret på Von Mises argumenter.

Taylor (1938) antog at hvert enkelt korn følger den makroskopiske tøjning (og dermed at alle korn undergår den samme deformation). I et FCC materiale er der tolv krystallografisk ækvivalente slipsystemer ( $\{111\}$ -planerne udgør et tetraeder) og de fem slipsystemer der opererer i kornet er de fem systemer, der samlet giver mindst arbejde. Arbejdet, der bliver udført via den makroskopiske spænding  $\sigma$  og tøjningsinkrementet  $d\varepsilon$ , sættes lig med arbejdet udført af de fem slipsystemer. Lad den kritiske forskydningsspænding for slip være  $\tau_0$  og  $d\gamma$  tøjningsinkrementet på et slipsystem. Derved fås

$$\sigma d\varepsilon = \sum_{i=1}^n \tau_i d\gamma_i$$

hvor  $n$  er antallet af slipsystemer. Taylor antog endvidere, at den kritiske forskydningsspænding var ens for alle slipsystemer (dvs.  $\tau_i = \tau_0$ ), og at deformationshærdningen ikke ændrede sig fra korn til korn. Dermed kan man skrive

$$\frac{\sigma}{\tau_0} = \frac{\sum d\gamma}{d\varepsilon} = m$$

Taylor fandt at gennemsnitsværdien  $\bar{m}$  i træk for et polykrystallinsk FCC-materiale med tilfældigt orienterede korn, er 3.06 dvs.  $\sigma = 3.06\tau_0$ .

Bishop og Hill (se Hosford 1993) tog et andet udgangspunkt, hvor de fandt alle de spændingstilstande, der samtidigt kunne aktivere fem eller flere slipsystemer. For en given formændring fandt de en tilhørende spændingstilstand,<sup>2</sup> og derefter beregnede de arbejdet pr. enhedsvolumen udført af denne spændingstilstand for at få den ønskede formændring. Bishop og Hill fandt, at det er muligt for 6 eller 8 slipsystemer at virke samtidigt i et enkelt korn afhængigt af den krystallografiske orientering. Det viser sig at Bishop og Hills metode er matematisk ækvivalent til Taylors, men at den beregningsmæssigt er simplere.

### Relaxed Constraints<sup>3</sup>

Taylors betingelser udtrykt for valsning kan skrives som

<sup>2</sup> Spændingstilstanden blev valgt ud fra princippet om *Maksimalt Virtuelt Arbejde*. Princippet gør det muligt for en givet formændring at vælge mellem de spændingstilstande, der kan forårsage den givne tøjning. I følge princippet er den tilhørende spændingstilstand er den, hvis beregnede plastiske arbejde er størst.

Et simpelt eksempel på dette princip er en klods på en overflade hvor der er friktion mellem klodsens og overfladen. Lad normalkraften  $N$  og gnidningskoefficienten  $\mu$  være givet. Bevægelse langs overfladen kan kun forekomme, hvis klodsens påvirkes af en kraft, der er større end  $\mu \cdot N$ , men der er ingen bånd på bevægelser parallelt med overfladen. For en given forskydning  $\mathbf{d}$  (analogt til formændring) er det kun en kraft  $\mathbf{F}$  der er parallel med  $\mathbf{d}$  der er passende. Ellers ville det beregnede arbejde  $\mathbf{F} \cdot \mathbf{d}$  ikke være maksimalt.

<sup>3</sup> Ordene *relaxed constraints* bruges, fordi der mangler en præcis dansk oversættelse.

## Plastisk deformation

$$d\epsilon_{22} = dE$$

$$d\epsilon_{11} = 0$$

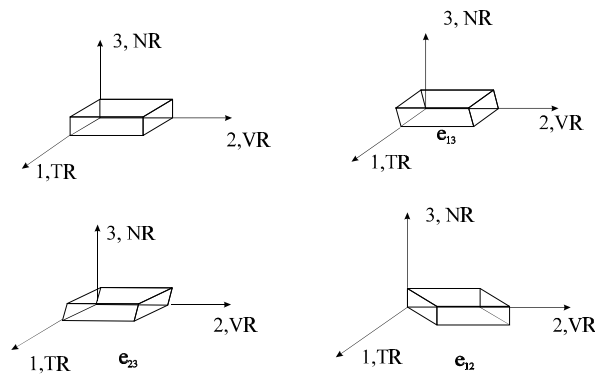
$$d\epsilon_{12} = 0$$

$$d\epsilon_{13} = 0$$

$$d\epsilon_{23} = 0$$

svarende til at der kræves fem slip systemer. I øvrigt er  $de_{33} = -de_{22}$  som følge af volumenbevarelse (indices på tøjningskomponenterne svarer til akserne i Figur 2.2.1).

Taylor's antagelse om at alle korn følger den makroskopiske deformation og dermed at fem slipsystemer skal operere i hvert korn er en ret restriktivt antagelse, som helt klart ikke gælder tæt ved frie overflader. Et af de første forsøg på at se hvad der sker når man tillader  $d\epsilon_{12} \neq 0$  (subsidiært  $d\epsilon_{23} \neq 0$  eller  $d\epsilon_{13} \neq 0$ ) under simulation af valseteksturer blev gjort af Leffers (1968). Dette viste at  $d\epsilon_{23} \neq 0$  førte til mere realistiske teksturer. *Relaxed Constraints* blev først fremsat af Honeff og Mecking (Hosford 1993) og senere videreudviklet af Kocks, Canova og andre (se f.eks. Kocks og Canova 1981). De *constraints*, man tillader at relaksere, er

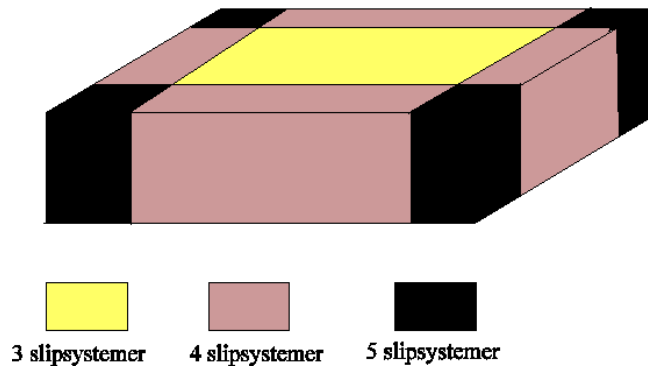


Figur 2.2.1 Resulterende ændringer ved at tillade et oprindeligt rektangulært korn at deformere i plan tøjning under (a) full constraints, (b) relakseret  $e_{13}$ , (c) relakseret  $e_{23}$ , (d) relakseret  $e_{12}$ . Afvigelsen fra den rektangulære facon er størst for relaksation af  $e_{12}$ . Indicering af akser: NR=normalretning, TR=tværetning og VR=valseretning.

$d\epsilon_{13} (\neq 0)$  og  $d\epsilon_{23} (\neq 0)$  (se Figur 2.2.1 som viser de makroskopiske konsekvenser for en kasse under deformation).  $d\epsilon_{12}$  relakseres ikke fordi denne relaksation giver store problemer med tøjningskompatibiliteten (som illustreret i Figur 2.2.1, hvor relaksation af  $e_{12}$  giver store afvigelser fra rektangelformen).



## Plastisk deformation



Figur 2.2.2 Skematisk tegning af et fladt korn. Områder med forskellig gråtone er påtrykt forskellige *constraints*. Områder i sort er påtrykt *full constraints*.

Når deformationen er stor nok, og kornene ikke længere kan betragtes som runde (engelsk: *equiaxed*), er der en delvis relaxsation af Taylors krav om ens tøjninger gennem materialet. I materiale, som er længere væk fra korngrænsen end en vis karakteristisk afstand, bliver forskydningstøjningen vinkelret på korngrænsen relaxeret. Derfor bliver et fladt korn opdelt i et centralt volumen (se Figur 2.2.2), hvor kun tre slipsystemer opererer, kantområder hvor fire slipsystemer er nødvendige og endelig hjørneområder, hvor fem slipsystemer er nødvendige (Hosford 1993).

Det står klart, at det flade korn er det eneste geometriske objekt, hvor man kan indføre *relaxed constraints*. Man kan *ikke*, som anført af Kocks og Canova (1981), relaxere Taylorbetingelserne for en lang stang – en såkaldt *cigar* form (Kocks *et al.* 1988).

### Modificeret Sachs

En anden måde at løse Taylor modellens restriktive bånd er at bruge den oprindelige Sachs model og så tilføje stokastiske spændinger for at simulere korn-korn vekselvirkningen (idet vi ikke kender de præcise naboforhold). Modellen er derfor en mere realistisk løsning for en trækprøve, som består af meget store korn. Deformationen af store korn ligner meget deformationen af énkrystaller, bortset fra områder tæt ved korngrænserne (Gracio *et al.* 1989). Desuden har den modificerede Sachs model været brugt til at forklare deformationsmønstret for valset messing, som afviger meget fra Taylor-modellen (Leffers og Bilde-Sørensen 1990).

Problemerne med tøjningskontinuitet i den oprindelige Sachs-model er delvist løst i den fysiske basis for den modificerede Sachs model. I løsningen indgår bl.a. overvejelser om dislokationslaviner (*avalanches of dislocations*, Pedersen og Leffers 1987).

### De selvkonsistente modeller<sup>4</sup>

Kröner fremsatte en selvkonsistent model (Kröner 1961), hvor et sfærisk korn er indlejret i en kontinuums matrix. Man har en givet makroskopisk tøjning og som følge heraf en plastisk tøjning i kornet. Koblingen mellem tøjningerne er bestemt af de elastiske konstanter.

Krönors model kan skrives

<sup>4</sup> Beskrivelsen er baseret på Pedersen og Leffers (1987) samt Leffers og Hansen (1989)

$$\sigma_{ij} = \sigma_{ij}^0 + \alpha(ij)2\mu(1 - \beta)(E_{ij} - \epsilon_{ij})$$

hvor  $\sigma_{ij}$  er spændingstensoren i et givent korn,  $\sigma_{ij}^0$  er spændingen i kontinuums matrixen,  $\epsilon_{ij}$  er den plastiske tøjning i det givne korn,  $E_{ij}$  er den makroskopiske tøjning,  $\mu$  er forskydningsmodulet,  $1-\beta$  er Eshelbys tilpasningsfaktor (for en sfærisk inklusion) og  $\alpha(ij)$  er en numerisk faktor (hvor  $ij$  ikke er underlagt Einsteins summationskonvention).

Kröners oprindelige model satte alle  $\alpha(ij)=1$  svarende til en elastisk-plastisk Taylor model. På mange områder giver denne model ikke resultater væsensforskellige fra den oprindelige Taylor model, men den er i stand til at forudsige Bauschinger effekten dvs. at der er forskel på flydespændingen for træk og tryk for et emne, der allerede har været udsat for træk. Fordelen ved at opskrive ligningen med  $\alpha$ 'er er, at mange polykrystalmodeller i store træk kan rubriceres ved deres kobling mellem kornet og kontinuumsmatrixen udtrykt ved  $\alpha(ij)$ .

Taylor's oprindelige model svarer til at sætte alle  $\alpha(ij)=\infty$ , hvilket medfører, at alle korn følger den makroskopiske tøjning. Sachs-modellen svarer i et trækforsøg til at sætte  $\alpha(11)=1$  og alle andre  $\alpha(ij)=0$ . *Relaxed constraint* modellerne svarer til at lade nogen af  $\alpha(ij)$ 'erne være lig 0 (Leffers 1968, Kocks og Canova 1981), selv om modellerne ikke eksplicit benytter sig af koefficienterne  $\alpha(ij)$  som defineret ovenfor.

En kontinuert overgang fra *full constraints* til *relaxed constraints* kan modelleres inden for de selvkonsistente modeller (Tiem, Berveiller og Canova 1986).

### **Finit element modeller**

Alle de modeller, som er nævnt i de foregående afsnit, lader kornene vekselvirke gennem en kontinuumsmatrix. Der er ingen direkte korn-korn vekselvirkning. Det indlysende skridt er at lade kornene vekselvirke med hinanden i en computersimulering (se f.eks. Dawson *et al.* 1994). Komplexiteten af problemet betyder, at man meget hurtigt støder ind i den nuværende computerteknologis grænser, og det uden hensyn til at et korn kan bryde op i forskellige områder med forskellig mikrostruktur.

### 3. OD-Mikrostrukturer i Kobber

#### 3.1 Mikrostrukturer i deformerede FCC materialer.

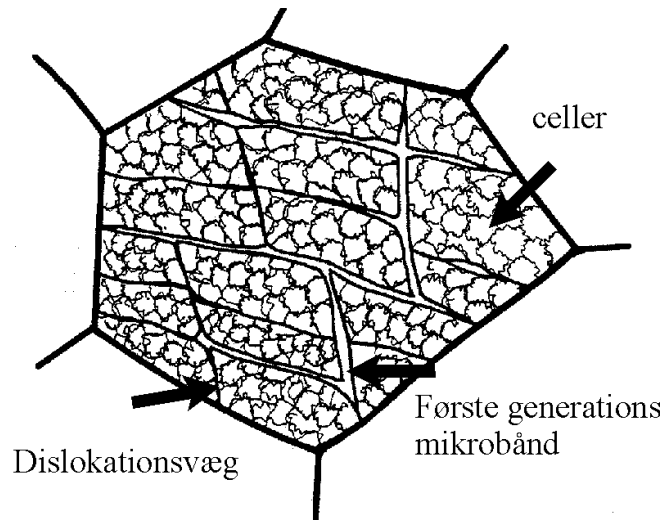
Deformationstilstanden i et metal er karakteriseret ved dislokationer og (selvfølgelig) dannet af dislokationer. Under den plastiske deformation dannes dislokationer, dislokationer bevæger sig, dislokationer vekselvirker med i forvejen eksisterende strukturer og dislokationer annihilerer hinanden. De akkumulerede dislokationer kan absorberes i korngrænserne, oplagres som en del af en OD-mikrostruktur eller bare indgå som en (tilfældig) del af enkelte dislokationssegmenter (Aernoudt *et al.* 1993). De to sidste typer, som i praksis kan være svære at skelne, er de dislokationsstrukturer som vi kan se i transmissionselektronmikroskopet.

OD-mikrostrukturer i metaller og legeringer er afhængige af mange parametre så som temperatur, tøjningshastighed, stablefejleenergi, deformationstype, kornstørrelse og kornorientering. Oversat til "dislokationsprog" er vigtige parametre antallet af familier af fysisk identiske slipsystemer, antallet af slipsystemer i hver familie, den relative mobilitet af dislokationer tilhørende de forskellige systemer (det være sig ved almindeligt slip, ved krydsslip eller ved klatring "*climb*"), den relative mobilitet af skrue- og kantdislokationer i de forskellige familier, dissociation af dislokationer og mobiliteten af de partielle dislokationer (dannelsen af stablefejl og tvillinger). Egenskaberne er bestemt af dislokationskernerne, men i praksis er der tale om empiriske parametre, der kendes mere eller mindre godt (Aernoudt *et al.* 1993).

Derfor vil vi i det følgende koncentrere os om metaller med høj til medium stablefejlsenergi (dvs. primært nikkel og aluminium), da erkendelsesniveauet er steget kraftigt inden for dette område de sidste fem-ti år (Hansen 1990, Bay *et al.* 1992).

I Ni og Al er der rapporteret tre typer af dislokationsstrukturer se Figur 3.1.1. Ved de helt lave deformationer opstår en struktur af indfildrede dislokationer "*tangled dislocations*". Når tøjningen øges fås en struktur bestående af dislokationsceller som afgrænser områder med ingen eller få dislokationer. Dislokationscellerne har ringe misorienteringer imellem sig, i praksis mindre end  $2^\circ$ . Overlejret denne cellestruktur er der *Dense Dislocation Walls* (DDWs) dvs. dislokationsvægge, der består af mange tætpakkede dislokationer.

Væggene opdeler kornet i områder, som deformeres forskelligt, såkaldte *cell blocks*. Misorienteringer henover væggene er derfor betydeligt højere end misorienteringerne mellem cellerne. Udviklingen af strukturen ved lave deformationer er den samme både i torsion og valsning. Ved højere deformationer (valsereduktioner større end 5-10%) sker der en opsplittning af DDW'er i to eller flere vægge. Disse aflange strukturer er navngivet førstegenerations mikrobånd (MB1'er).



Figur 3.1.1 Skematisk opbygning af et deformeret FCC-korn med høj stablefejlenergi (efter Hansen 1990). Kornet indeholder tre karakteristiske mikrostrukturelementer: Dislokationsvægge, (dislokations)-celler og første generationsmikrobånd.

DDW'er og MB1'er dannes typisk i en makroskopisk orientering. Bay *et al.* (1992) anfører at denne retning er givet ved retningen for den maksimale forskydnings-spænding. Dannelsesprocessen resulterer ofte i en typisk skakbræt-lignende struktur.

Andengenerations mikrobånd (betegnet således af Ananthan *et al.* 1991 a,b) er karakteriseret ved deres krystallografiske orientering, og at der sker forskydninger når de passerer andre vægge. MB2'er ses som smalle bånd (0.2  $\mu\text{m}$  brede), som altid er parallelle med sporet af et  $\{111\}$  plan. Båndene observeres tit i kobber, men er sjældne i valset nikkel og forekommer slet ikke i aluminium eller nikkel i torsion (Bay *et al.* 1992).

DDW'er og MB1'er er endvidere karakteriseret ved, at de helt eller delvis fastholder den makroskopiske orientering selv ved 50% valsereduktion. Ved disse deformationer (i intervallet 40%-70% deformation) optræder karakteristiske S-bånd (Hughes og Hansen 1993, Rosen *et al.* 1994) som fortolkes som en overgangsstruktur mellem DDW'er/MB1'er og en lamelstruktur, der optræder ved høje valsereduktioner. DDW'er og MB1'er sameksisterer med lamelstrukturen helt op til 90% deformation.

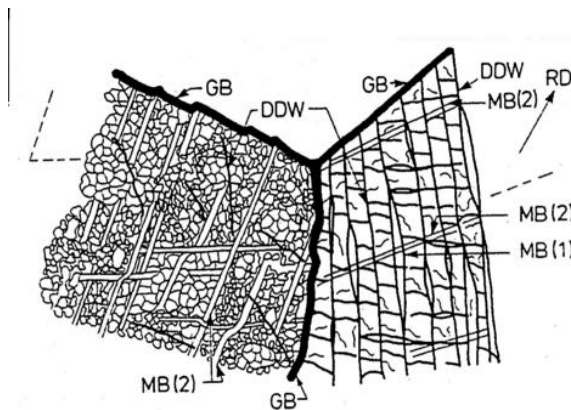
### 3.2 Mikrostrukturer i valsedede kobber polykrystaller

Ved lave deformationer (5-40%) kan kornene i valset kobber (betragtet i længdeplanet) deles op i to morfologiske typer:

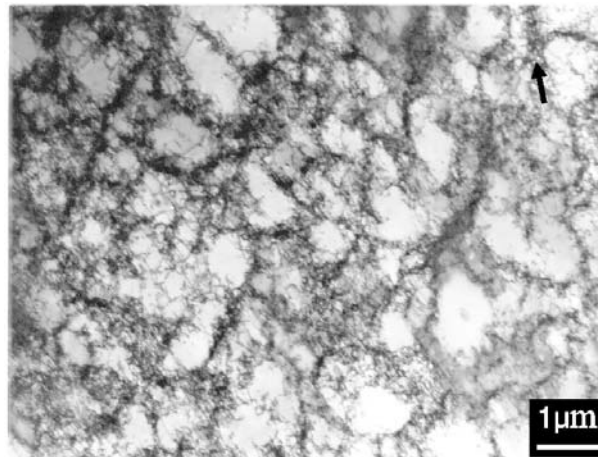
- LWD-korn har en struktur bestående af runde (*equiaxed*) celler, hvis rand består af mere eller mindre sammenfiltrede dislokationer og hvis indre er næsten fri for dislokationer (Ananthan *et al.* 1991a, Gil Sevillano og Torrealdea 1981). Ved lidt højere deformation (ca. 20% valsereduktion) optræder der bånd i stort tal i LWD-korn, der er karakteriseret ved at være 0.1-0.3  $\mu\text{m}$  brede og hvis retninger altid er tæt på sporet af et  $\{111\}$ -plan. Disse bånd kaldes MB2'er (Ananthan *et al.* 1991a,b). Båndene blev først beskrevet af Bourelier og Hérecy (1963), der konstaterede, at antallet af MB2'er ved en given tøjning var afhængig af renheden

af det deformerede kobber. MB2'erne blev siden karakteriseret i større detalje af Malin og Hatherly mfl. (1979, 1981, Solomon *et al.*(1982)).

- HWD-korn som har en struktur, der består af to krydsende systemer af dislokationsvægge (Gil Sevillano og Torrealdea 1981, Torrealdea og Gil Sevillano 1982 Ananthan *et al.* 1991a). Dislokationsvæggene danner en karakteristisk skakbræt/parallelogram struktur med vinkler  $\pm 45^\circ$  til valseretningen. Enkelte af dislokationsvæggene splitter op i førstegenerations mikrobånd som ikke er krystallografiske og dermed af en anden type end MB2'erne i LWD-strukturen (Ananthan *et al.* 1991a). MB2'er optræder kun sjældent i HWD-korn.



Figur 3.2.1 Tegning af LWD-korn (til venstre) og HWD-korn (til højre). Nomenklatur i figur: Korngrænser (GB), dislokationsvægge (DDW), førstegenerations mikrobånd (MB(1)), Andengenerations mikrobånd (MB(2)) Tegning efter Ananthan *et al.* (1991a).



Figur 3.2.2 Cu valset 17% (længdeplanet). Pilen angiver valseretningen. Typisk celle struktur i LWD-korn med enkelte spredte dislokationsvægge.

Opdelingen af kornene i to typer er illustreret i Figur 3.2.1 (fra Ananthan *et al.* 1991a). Venstre korn er et LWD-korn med en typisk cellestruktur og andengenerations mikrobånd, hvorimod højre korn er et HWD-korn med dislokationsvægge, førstegenerations mikrobånd og kun få andengenerations mikrobånd. HWD kornet udviser den karakteristiske skakbrætstruktur.

I dette projekt bliver LWD-korn groft sagt kategoriseret som ikke-HWD-korn, hvorfor de ikke er tildelt særlig opmærksomhed. For fuldstændighedens skyld vises derfor et billede af en ren cellestruktur (Figur 3.2.2). LWD-korn med MB2'er er vist i kapitel 5 (f.eks. Figur 5.2.4).

I øvrigt er det forfatterens erfaring, at det giver god mening at tale om LWD-korn og HWD-korn. Langt de fleste korn udviser en af de to typer struktur og eventuelle strukturændringer ses som regel tæt på korngrænser.

Deformationer over 40%:

- Ved højere deformationer optræder en lamelstruktur parallelt med valseretningen. Denne struktur blev først observeret af Hu (1969) ved høje valsereduktioner. Leffers og Ananthan (1991) observerer dannelsen af denne struktur i enkelte korn allerede ved 40% valsereduktion.
- *Shear bands* optræder også som en del af deformationsmønstret i valset kobber ved forholdsvis høje deformationer (i praksis valsereduktioner større end 65%, se f.eks. Malin og Hatherly 1979). Vi arbejder i denne afhandling ikke meget med valsereduktioner over 60%, og derfor vil emnet ikke blive uddybet nærmere.

I litteraturen findes en del modstridende observationer af OD-mikrostrukturene i kobber. I de følgende paragraffer beskrives kort debatten om de problemer som vil blive taget op i denne rapport.

### Krystallografi og dislokationsvægge i HWD-strukturen

Gil Sevillano og Torrealdea (1981) fandt at mange dobbeltvægge er parallelle med {111} planer, nogen parallelle med {011} og nogle få parallelle med {001}.

Samme forfattere fandt senere at stort set alle dobbelt vægge er parallelle med {111} planerne (Torrealdea og Gil Sevillano 1982). I følge Ananthan *et al.* (1991a) skyldes dette at Torrealdea og Gil Sevillano sammenblender dislokationsvægge og MB2'er.

Ananthan *et al.* (1991a) fandt ingen sammenhæng mellem krystallografi og dislokationsvægge.

### Krystallografi og OD-mikrostrukturer

I følge Torrealdea og Gil Sevillano (1981) har korn med orienteringer nær *cube*-orienteringen tit LWD-struktur. Endvidere udvikler korn med typiske valsetekstur orienteringer ofte HWD-strukturer. Leffers og Ananthan (1991) finder ingen rigtig klare tendenser, men det ser ud til at korn der har orienteringen {110}<001> altid udvikler LWD-struktur, og korn, der har valseretningen mellem <111> og <211>, udvikler fortrinsvis HWD-struktur (Ananthan *et al.* 1991a).

### Kornstørrelse og OD-mikrostrukturer

Gracio og Fernandes (1989) undersøgte sammenhængen mellem kornstørrelse og struktur i træk. De fandt, at for kornstørrelser på 35-65  $\mu\text{m}$  var der altid "*closed cells*" og disse var enten *equiaxed* eller rektangulære. Korn med en størrelse på ca. 250  $\mu\text{m}$  opførte sig som énkrystaller, dvs. tit var der kun et sæt parallelle dislokationsvægge i den centrale del i kornet. Hvorvidt der var ét eller flere sæt vægge kunne i det grovkornede materiale korreleres med, om ét eller flere slipsystemer havde samme (høje) Schmidfaktor.

Gracio(1995) undersøgte sammenhængen mellem kornstørrelse og mikrostruktur i valsning (observationer i valseplanet). For en kornstørrelse på 250  $\mu\text{m}$  ved en Von

Mises tøjning på 0.20 kan kornene opdeles i to typer : En type korn med en i grove træk *equiaxed* cellestruktur og en type korn med en langstrakt cellestruktur med en vinkel på ca.  $60^\circ$  i forhold til valseretningen. For en kornstørrelse på  $35\mu\text{m}$  ved den samme tøjning optræder der kun korn med *equiaxed* celler. Ved højere deformation optrådte der også langstrakte celler.

### **Mikrobånd i kobber.**

Ananthan *et al.*(1991a,b) observerer i *længdeplanet* to typer mikrobånd: MB1'er og MB2'er som redegjort for i afsnittet om HWD-strukturen. Foruden at være parallelle med {111}-planer, har MB2'er i kobber tre andre karakteristiske træk (Ananthan *et al.*1991a,b): De har en "ulden" kontrast under *weak beam* betingelser i TEM, de er bærere af lokaliserede forskydningstøjninger og de er ustabile. Manglen på stabilitet manifesterer sig ved at MB2'erne forsvinder helt eller delvist i visse områder Ananthan *et al.*(1991a,b). Den "ulde" kontrast og den ustabile struktur førte til overvejelser om at væggene i MB2'erne primært består af dislokationsrester såsom *loops* mv. (Leffers 1996) .

Fernandes *et al.* (1991,1993) og Gracio (1995) har observeret mikrobånd i andre planer og under andre forhold. I valset kobber med en kornstørrelse på  $250\mu\text{m}$  (observeret i valseplanet) findes mikrobånd, der ikke er parallelle med {111}-planerne, og som ikke ligner MB1'er. Under ændring af tøjningsretningen (først valsning så træk, igen observeret i valseplanet) optræder der to typer mikrobånd. I et finkornet materiale ( $35\mu\text{m}$ ) optræder der mikrobånd, som er parallelle med sporene af {111}-planerne, og de medfører lokaliserede forskydnings tøjninger. I et grovkornet materiale optræder der bånd med samme udseende som MB2'er, men som ikke er parallelle med {111}-sporene, og ikke medfører forskydninger. Gracio (1995) anfører at disse bånd er førstegenerations mikrobånd.

**OD-mikrostrukturer i énkrytaller**

Krystal orientering	Strukturtype	Deformations måde	Reference
{112}<111>	LWD	Valsning	Köhlhoff <i>et al.</i> (1988)
(110)[001]	LWD	Valsning	Wróbel <i>et al.</i> (1988, 1994)
(111)[1-1 0]	LWD/HWD- sikker HWD i krystal med 0.093 vægt% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Valsning	Malin <i>et al.</i> (1981), Baker og Martin (1983).
(100)[010]	LWD /elongerede celler.	Valsning	Malin <i>et al.</i> (1981), Wróbel <i>et al.</i> (1994)
(110)[ 1-1 2]	???	Valsning	Malin <i>et al.</i> (1981), Wróbel <i>et al.</i> (1994)
(-1 1 3) [ 741]	???	valsning	Wróbel <i>et al.</i> (1994)
[100]	LWD	Træk	Kawasaki and Takeuchi (1980)
[111]	HWD	Træk	Kawasaki and Takeuchi (1980)
[415], [112]	HWD	Træk	Kawasaki (1979)
[414],[212],[545]	Et sæt dislokationsvægge.	Træk	Kawasaki (1994)
[114],[223],[334]	HWD	Træk	Kawasaki (1994)

Figur 3.2.3. Tabel, der kort opsummerer resultater og referencer på énkrytaller. Den angivne struktur er for lave deformationer. Med HWD-struktur i træk menes to krydsende systemer af dislokationsvægge. LWD er en cellestruktur og med “???” menes, at der ikke er observationer ved lave deformationer (mindre end 40% valsereduktion).

Kapitel 14 (som er et appendiks) indeholder en oprensning af de OD-mikrostrukturer, som forekommer i bestemte orienteringer ved forskellige deformationer. Figur 3.2.3 er en tabel, som giver de vigtigste referencer om Cu énkrytaller og de strukturer som er observeret ved lave deformationer.

**3.3 Deformationsbånd**

Selvom OD-mikrostrukturer er udgangspunktet for dette projekt, må det understreges at der navnlig i grovkornet kobber findes strukturer, som på en større skala inddeler kornene.

Opsplitningen af en krystal i deformationsbånd er en proces, hvor forskellige dele af en deformerende krystal gradvist roterer mod forskellige krystallografiske orienteringer. Processen hvor korn inddeles i mindre enheder ved deformation blev observeret før opfindelsen af transmissionselektronmikroskopi. De såkaldte deformationsbånd blev allerede gjort til genstand for detaljerede undersøgelser af Barrett m.fl. i 40'erne (se Honeycombe 1968).

Lee *et al.* (1993a,b,c) har for nylig lavet et detaljeret studie af deformationsbånd i valset kobber. I grovkornet kobber (3000 µm) ved 85 % valsereduktion optræder deformationsbånd som strukturer, der i længdeplanet er ca. 20 µm brede og i valseplanet ca. 120µm brede. Det betyder, at et korn på 3000µm er opsplittet i mere end 600 bånd, hvis man antager at strukturer set i længdeplanet og valseplanet er uafhængige. Processen er ikke nær så almindelig i finkornet materiale, hvilket betyder,



at man ved en kornstørrelse på 40  $\mu\text{m}$  finder et gennemsnit på 2.4 bånd pr. korn (Lee *et al.* 1993c).

### 3.4 Polykrystalmodeller og OD-mikrostrukturer.

Den ultimative måde at undersøge dannelsen af OD-mikrostrukturer er selvfølgelig at starte en ab initio regning og lade atomerne bevæge sig frit. Imidlertid er dette helt uden for moderne computers kapacitet. Selv det at lade dislokationer, der er simple tilnærmelser til virkelige dislokationer, vekselvirke med hinanden og se, hvorledes OD-mikrostrukturer dannes, kræver uhyre lang computertid. Derfor er det kun muligt at simulere de allertidligste stadier af celledannelsen i FCC-materialer (Kubin 1993). Der findes derfor forskellige andre modeller, der benytter yderligere simplificeringer for at omgå dette problem (Kubin og Canova 1992), men generelt kan de ikke håndtere de (store) plastiske deformationer vi betragter i dette projekt.

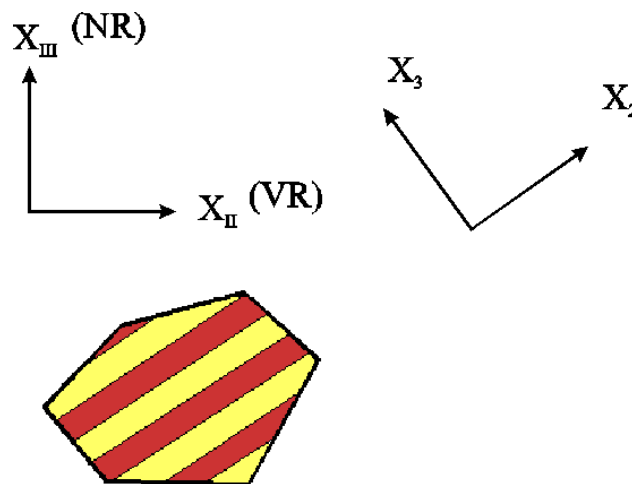
Ingen af de i kapitel 2 gennemgåede polykrystalmodeller tager hensyn til, at der opstår OD-mikrostrukturer i kornene. Der er kun få teoretiske forsøg på at inkorporere mikrostrukturer i de allerede eksisterende polykrystalmodeller, og disse teorier antager kun en meget primitiv form for mikrostruktur.

I det følgende beskrives to modeller for båndinddeling af korn udviklet af henholdsvis Leffers (1994) og Lee *et al.* (1993a,b).

#### Leffers model.

Ideen med denne model er at lade mikrostrukturen sørge for at et færre antal slipsystemer virker i det enkelte korn.

I korte træk antager denne model at kornene er inddelt i bånd. Båndene danner en vinkel på  $45^\circ$  med valseretningen og de er tilnærmelsesvis parallelle med tværretningen (se Figur 3.4.1).



Figur 3.4.1 Inddeling af deformerende korn i bånd. Ideen i modellen er at opdelingen i bånd kan formindske antallet af aktive slipsystemer.

Båndene tænkes inddelt i to familier, og separationen af båndene sker via dislokationsvægge. På Figur 3.4.1 er der to koordinatsystemer: Valsekoordinatsystemet (betegnet med romertal) med normalretning, længderetning (tværretning er ikke vist,

men normal til papirets plan) og båndsystemet (betegnet med arabiske tal) med  $X_3$  akse vinkelret på båndene ( $X_1$  er normal til papirets plan). Betingelserne for tøjningskontinuitet er udtrykt i nedenstående ligninger for tøjningerne i båndfamilie 1 og båndfamilie 2.

$$d\varepsilon_{11}(1) = d\varepsilon_{11}(2) \quad (1)$$

$$d\varepsilon_{22}(1) = d\varepsilon_{22}(2) \quad (2)$$

$$d\varepsilon_{12}(1) = d\varepsilon_{12}(2) \quad (3)$$

$$d\varepsilon_{I I}(1) + d\varepsilon_{I I}(2) = 0 \quad (4)$$

$$d\varepsilon_{II II}(1) + d\varepsilon_{II II}(2) = 2 dE \quad (5)$$

$$d\varepsilon_{I II}(1) + d\varepsilon_{I II}(2) = 0 \quad (6)$$

$$d\varepsilon_{I III}(1) + d\varepsilon_{I III}(2) = 0 \quad (7)$$

$$d\varepsilon_{II III}(1) + d\varepsilon_{II III}(2) = 0 \quad (8)$$

Formel 1-8 udtrykker at tøjningskontinuiteten i kornet bevares via *relaxed constraints*, hvorimod tøjningskontinuiteten mellem kornene bevares via *full constraints*. Dette udtrykker forskellen mellem korn og bånd: Kornene er *equiaxed* og må derfor tilpasse sig omgivelserne efter *full constraints* i modsætning til båndene, der er flade og derfor kan nøjes med *relaxed constraints*.

Løsningerne til ligning 1-8 beskrives i detaljer i Leffers (1994,1995). Der er to typer løsninger: Enten 4 +4 løsninger med fire aktive slipsystemer i hver båndfamilie eller en 5+3 løsning med fem slipsystemer i én familie og tre i den anden familie. Resultatet er at man får færre slipsystemer i sammenligning med en *full constraint* Taylor model

### Lee et al.s model

Som tidligere nævnt har især store korn tendens til at inddеле sig i bånd når materialet er udsat for store tøjninger. Lee et al. (1993a) har vist at antallet af deformationsbånd skal være proportionalt med kvadratroden af kornstørrelsen (set i én dimension).

Deformationsbånd i grovkornet kobber opfylder *relaxed constraints* betingelserne særdeles godt idet de er lange og flade. Dette forhold har Lee et al. (1993 a,b) benyttet i en teori for deformationsbånd, hvor de foruden "*relaxed constraints*" tillader at  $d\varepsilon_{12}$  også bliver delvist relaxeret, hvoraf følger at kun to slipsystemer opererer i hvert bånd.

Deformationsbåndsteorien bruges til at modellere et klassisk problem i tekturen: Messingorienteringen i kobborteksturer, hvor Lee et al. (1993b) får resultater, der er nærmere de eksperimentelle teksturer i hårdt valset kobber. Det skal i øvrigt nævnes, at der er rejst indvendinger imod relaxeringen af  $d\varepsilon_{12}$  i deformationsbåndsmodellen af Leffers (1994).

### Sammenligning af modellerne

Modellerne, der her er præsenteret har begge deres fortrin og mangler set fra et eksperimentelt synspunkt. Den umiddelbare fordel ved Lee et al.s (1993a,b) model er, at den er sammenkoblet med en kornstørrelsesafhængighed som kan testes (og som er blevet testet af Lee et al. 1993c), og at de eksperimentelle forudsætninger er klare.

Leffers model har ingen afhængighed af kornstørrelsen, men er tættere på den eksperimentelle situation i dette projekt, hvor vi arbejder med forholdsvis lave

valsereduktioner. Desværre er sammenhængen mellem model og de eksperimentelle resultater uklare i kobber. I aluminium har Bay *et al.* (1992) konstateret en båndinddeling, men i kobber er situationen mere tvetydig – dels p.gr.a. korn, der bestemt ikke deformeres på denne måde (LWD-kornene) og dels fordi båndinddelingen i (valset) kobber er langt mindre åbenlys. Da (finkornet) kobbers deformations-mikrostruktur i øvrigt ændres kraftigt mellem 48% og 70% og udvikler sig til en lamelstruktur (og med flade korn som følge af deformationen dvs. normal *relaxed constraints*), må man tvivle på modellens anvendelighed i sammenhæng med kobber.

### **Dislokationsvægge og aktive slipsystemer**

Et interessant teoretisk arbejde som relaterer til OD-mikrostrukturer er en modelbaseret analyse af dislokationsvægge og slipsystemer (Wert *et al.* 1995).

Dislokationsvægge og -grænser kan karakteriseres ved at bestemme misorienteringen mellem to områder, der er adskilt via en dislokationsvæg samt dislokationsvæggens egen orientering. Ud fra disse størrelser kan væggens teoretiske dislokationsindhold beregnes under forudsætning af, at grænsen indeholder de dislokationer, som giver mindst energi i væggen. Information om dislokationerne i væggen kan også opnås ved at analysere de aktive slipsystemer på baggrund af krystalområdernes orientering samt den påtrykte tøjning eller spændingstilstand med passende randbetingelser idet det antages, at væggene opbygges af de ved deformationen dannede dislokationer.

Wert *et al.* (1995) har på denne måde analyseret nogle dislokationsvægge i koldvalset aluminium. Den beregnede tæthed af dislokationer i væggene var imellem halvdelen og totredjedele af de dislokationstætheder, der opgives i litteraturen for kolddeformeret aluminium ved den pågældende valsegrad. Desuden kunne Wert *et al.* (1995) konkludere at et flertal af de dislokationer, der indgår i dislokationsvæggene, er fra de primære/konjugerede slipsystemer (givet ud fra en Schmidfaktor analyse). Analysen viser, at det principielt er muligt at integrere deformationsstrukturer og plastisk deformation deformation.

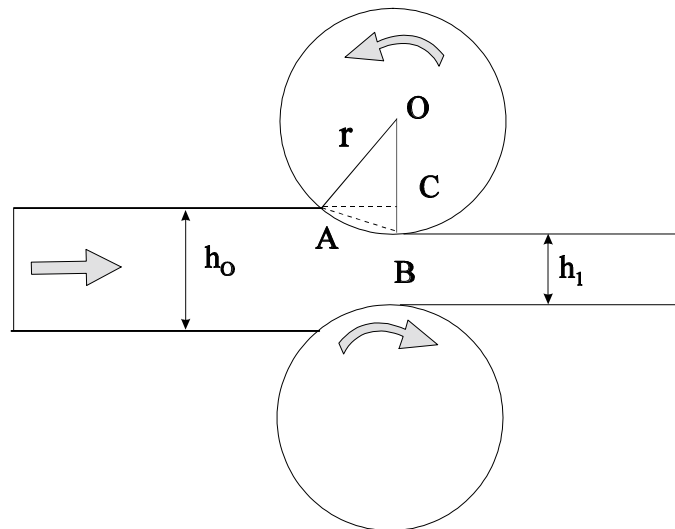
## 4. Eksperimentelle detaljer

### 4.1 Valsning

Valsning er ikke en homogen deformationsproces, så valsning af et isotropt homogent materiale medfører, at den plastiske deformation af materialet varierer gennem tykkelsen (Denne beskrivelse følger Huang 1995). De inhomogeniteter, der opstår under valsning, afhænger af parametre som valse diameter, materialetykkelse og reduktion i tykkelse pr. valsestik. Sammenhængen mellem disse parametre og den inhomogenitet, der opstår under valsningen, kan vurderes ud fra det empiriske forhold

$$\frac{L}{h} = \frac{\sqrt{r(h_0 - h_1)}}{(h_0 + h_1) / 2}$$

hvor  $h_0$  og  $h_1$  er materialets tykkelse henholdsvis før og efter valsning,  $L^5$  er kontaktlængden mellem valse og materiale og  $h = (h_0 + h_1) / 2$  hvor  $h_0$  er tykkelsen før valsning og  $h_1$  er tykkelsen efter (se Figur 4.1.1).



Figur 4.1.1 Skematisk illustration af valsning. Valseretningen er indikeret med pile. A og B er kontaktpunkter mellem valse og plade. r er radius af valse og  $h_0$  og  $h_1$  er højden af pladen henholdsvis før og efter valsning.

<sup>5</sup> Se Figur 4.1.1 for symboler :  $BC = (h_0 - h_1) / 2$  ;  $AC^2 = r^2 - OC^2$ ,  $AB^2 = AC^2 + BC^2 = r(h_0 - h_1)$   
 $L \approx AB = \sqrt{r(h_0 - h_1)}$

Normalt bør forholdet mellem L/h være større end 0.5-1 for at give en homogen valsning igennem materialet, men det skal understreges, at uanset hvilken procedure man følger, vil materialet ved overfladen altid være påvirket af forskydningstøjninger (*shear strains*) som ikke eksisterer i midten af pladen.

### 4.2 Materialer

#### Det primære materiale

Stænger af kobber med en nominel renhed på 99.98% blev smeltet og udstøbt i vakuum til en blok. Blokken blev valset og rekrystalliseret efter følgende skema:

- Blok : udgangstykkelse: 45,4 mm.  
valset til 27,3 mm svarende til en reduktion på 39,8 %
- Varmebehandlet 4 timer ved nominelt 650 °C
- Reduceret yderligere 31.1 % fra 27.3 mm til 18.8 mm
- Varmebehandlet 4 timer ved nominelt 750 °C

Proceduren førte til et teksturfrit materiale med en kornstørrelse på ca. 93 µm.

#### Valsning af det primære kobber

Valsningen foregik på et valseværk med valsediameter på 340 mm.

Valsereduktion:

i mm	17.6	16.7	14.8	13.0	11.4	9.6	7.5	5.4	3.6	2.55	1.85	1.05
i %	6.4	11.2	21.3	30.9	39.4	48.9	60.1	71.3	80.9	86.4	90.2	94.4
L/h	0.78	0.72	1.14	1.25	1.35	1.66	2.20	2.92	3.88	4.34	4.95	8.04

Valsning blev foretaget således, at pladen blev vendt 180° om normalretningen efter hver tur gennem valsen i et forsøg på at mindske betydningen af forskydningskomponenten i overfladen. Undervejs skete det, at pladen krummede lidt<sup>6</sup>. Man bemærker fra ovenstående tabel, at kravet om at L/h er større end 1 ikke er opfyldt for de lave valsereduktioner, men dette har formodentlig ingen eller ringe betydning for de mikrostrukturelle observationer, eftersom alle undersøgelser (bortset fra een) omhandler materiale, der kommer fra de midterste 50% af pladen.

<sup>6</sup> Dette kan have betydning for udvikling af tekstur i overfladelagene som vist af Leffers og Juul Jensen (1990), så man kan også forvente, at det har betydning for OD-mikrostrukturer.

### **Cu IVa**

Bortset fra nogle enkelte billeder er dette materiale er ikke brugt i denne afhandling, men det danner basis for Christoffersen og Leffers (1994).

Præparationen af materialet og valsebetingelserne svarer i store træk til det primære kobber: Valset 47% og udglødet ved 550 °C og derefter valset 20% og igen udglødet ved 550 °C. Dette gav en kornstørrelse på ca. 70 µm. Følgende reduktioner er brugt i denne afhandling: 17%, 28% og 38%.

### **Grovkornet kobber**

Det grovkornede kobber blev fremstillet på samme måde som det primære kobber og Cu IVa. Efterfølgende blev det udsat for en udglødning i 24 timer ved 900 °C, hvilket resulterede i en kornstørrelse på omkring 1 mm. Valsningen af det grovkornede kobber blev foretaget på et valseværk med valsediameter på 70 mm. I denne rapport er brugt materiale der er valset 11%, 29% og 48%. Ved 11% deformation er  $L/h = 0.56$ . For de andre reduktioner kendes  $L/h$  ikke (11% blev lavet af undertegnede og T. Leffers). Det gælder som for de to andre materialer, at kun prøver fra de midterste 50% af prøven er brugt.

### **Messing**

Messing med et indhold af 15 vægtprocent zink, blev smeltet og støbt i en argon atmosfære og er essentielt behandlet på samme måde som det primære kobber. Den messing, som er undersøgt i dette projekt, er valset 17%.

## **4.3 Prøvepræparation**

### **TEM prøver**

TEM prøverne blev skåret ud af de valsede stykker. Der blev taget prøver fra længdeplanet, valseplanet, tværplanet og et plan, der ligger parallelt med tværretningen og hvis normalvektor danner en vinkel på 45° med valseretningen. Fremover betegnes dette plan som 45°-planet. I alle tilfælde bortset fra eet er prøverne valgt fra midten af materialet, så man kan se bort fra randeffekter. Prøverne blev poleret ned til en tykkelse af 200 µm med stadigt finere SiC-papir og den for snittet relevante retning blev markeret med blyantsstreger, hvorefter der blev udstanset cirkulære skiver med en diameter på 3 mm.

Retningen blev derefter markeret med et filemærke (standard) eller to indents (præcision). Indents blev placeret de to steder, hvor blyantstregen skærer skivens rand, hvilket sikrer større præcision når man skal placere TEM-prøven i prøveholderen.

Skiverne blev derefter jetpoleret (*jet polished*) med en håndholdt vinduesmetode i en elektrolyt bestående af 200 ml fosforsyre, 200 ml ethandiol og 400 ml vand ved 20 °C. Metoden gav klart de bedste resultater i hænderne på J. Lindbo, men da forfatteren af denne rapport ikke evnede at opnå gode resultater med vinduesmetoden, blev der for en del prøvers vedkommende brugt en Struers Tenupol 3 jetpolerer med Struers Elektrolyt D2. Med parametrene : Flowrate 5, strømstyrke 0.1-0.12 A<sup>7</sup> ,

---

<sup>7</sup> Det skal bemærkes at man ikke justerer strømstyrken, men spændingen. Imidlertid ændres elektrolyten ved brug og derfor viste det sig hensigtsmæssigt at fastholde en konstant strømstyrke i stedet for konstant spænding.

Photosensitivity 9 og temperatur 10 -15° C blev der opnået rimelige resultater om end de ikke kan måle sig med den håndholdte teknik. For at undgå krystallografiske ætsefænomener brugtes den laveste strømstyrke som gav polering.

Elektrolytten, der bruges ved den håndholdte metode, egner sig ikke til Tenupolen. Strømstyrken er for høj (i hvert fald ved stuetemperatur), hvilket betyder, at prøven får for stejle kanter og dermed for små tynde områder.

### SEM prøver

SEM prøver blev skåret fra de valsede kobberstykker og i lighed med TEM prøverne blev der taget prøver fra længdeplanet, valseplanet, tværplanet og 45°-planet. Prøverne blev herefter poleret med stadigt finere SiC-papir for at sikre, at laget med den ved udskæringen inducerede deformation blev fjernet.

Alle SEM prøver blev elektropoleret i et bæger med magnetisk omrører med den samme fosforsyre-baserede elektrolyt, som er beskrevet i TEM afsnittet. Store prøver sikrer at de makroskopiske retninger er velbestemte i modsætning til TEM, men ulempen er, at det er vanskeligt at lave en ensartet elektropolering. Effekten af en uensartet polering manifesterer sig som små mørke huller i overfladen, men som regel er det kun et æstetisk problem.

### 4.4 Transmissionselektronmikroskopi (TEM)

Arbejdet med transmissionselektron-mikroskopi blev udført på et JEOL 2000FX (Afdelingen for Materialeforskning, Risø) og på et Philips CM 20 mikroskop (Ørsted Laboratoriet, Københavns Universitet).

Tekniske data:

JEOL 2000FX

Arbejder ved 200 kV

Billedregistrering: Phosphorskærm / 6 X 9 Negativer / CCD-kamera

Tiltområde:  $\pm 30, \pm 45$

Philips CM 20

Arbejder ved 200 kV

Billedregistrering: Phosphorskærm/ 6 X 9 Negativer / Videokamera

Tiltområde:  $\pm 30, \pm 60$

Der er nogle afgørende forskelle på de to mikroskoper:

- Ørsted Laboratoriets Philips CM20 er nyere og har større *tilt-range* med den samme opløsningsevne og producerer bedre billeder ved de lave forstørrelser (1000-1500X).
- AFMs JEOL 2000FX udmærker sig ved at billedet ikke drejer når man ændrer forstørrelse (2500-500000X). Dette er en stor hjælp, når man er interesseret i OD-mikrostrukturer da de typisk er makroskopisk orienterede. Endvidere har JEOL 2000FX en *Hollow Cone* tilsats (se afsnittet om **billeddannelse**).

## Diffraction

Atomerne i kobber er ordnet i et fladecentreret kubisk gitter. En elektron kan ifølge kvantemekanikken opføre sig som en bølge og elektroner har ved 200 kV en bølgelængde på 2.51pm. Da elektronerne kan opføre sig som bølger og kobberet er ordnet i et gitter kan vi få diffraction fra de atomare planer. Steder, hvor gitteret ændrer orientering eksempelvis som følge af en dislokation, vil give anledning til ændringer i intensiteten af de diffrakterede stråler. Man kan vise at elektromagnetiske felter kan virke billeddannende, men at de har en fundamental begrænsning: Elektromagnetiske linser kan kun fungere som samlelinser og ikke som spredelinser hvorved det er svært at korrigere for sfærisk aberration (stråler med forskellige vinkler til den optiske akse afbøjes forskelligt). Grænsen for opløsningsevnen i TEM sættes derfor i praksis ikke af bølgelængden, men af den sfæriske aberration i objektivlinsen, hvilket medfører en opløsningsevne på ca. 0.28 nm for de i dette projekt anvendte elektronmikroskoper.

Kromatisk aberration er imidlertid den linsefejl, der ofte sætter grænsen for brugen af TEM-mikroskopet til undersøgelse af OD-mikrostrukturer, hvis længdeskala typisk er af størrelsesordenen  $\mu\text{m}$ , som er en helt anden længde end de førnævnte 0.28 nm. Kromatisk aberration er en konsekvens af at elektroner med forskellig energi afbøjes forskelligt. I områder, der er så tykke at der er masser af inelastisk spredte elektroner men hvor man stadig kan se strukturen, betyder den kromatiske aberration at det er umuligt at få ordentlige billeder. Problemet kan afhjælpes med et energifilter.

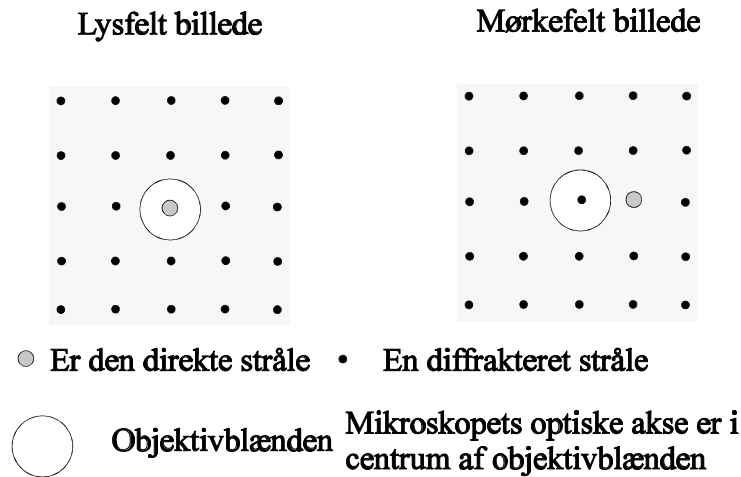
## Billeddannelse

Lysfeltbilledet (*bright field*) er den almindeligste form for billeddannelse. Her udvælges den direkte stråle og de diffrakterede stråler væk skæres med objektivblænden. Områder der diffrakterer kraftigt vil da forekomme mørke i lysfeltbilledet.



Figur 4.4.1 Skematisk tegning af billedannelse i TEM (a) lysfeltbillede og (b) mørkefeltbillede. Den direkte stråle er tegnet fuld optrukket og den diffrakterede stråle er stippet. I lysfelt billedet skæres man de diffrakterede stråler væk med objektivblænden. I mørkefelt billede afbilleder man med en diffrakteret stråle. Bemærk at man vipper den indkommende elektronstråle for at den diffrakterede stråle skal gå langs mikroskopets optiske akse.

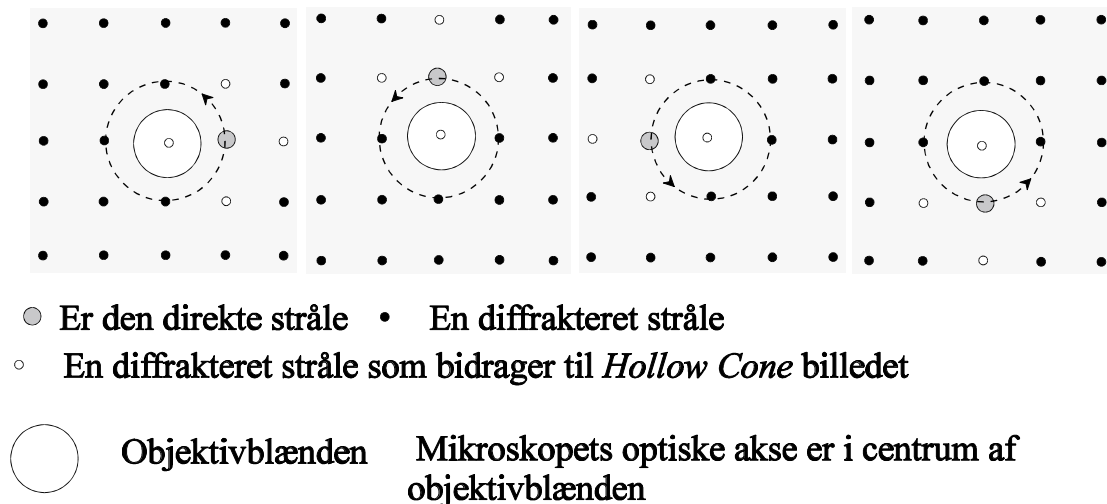




Figur 4.4.2. Forskellen mellem lysfelt og mørkefeltbilleder som set på skærmen illustreret ved diffraktionsmønstret. Ved indsættelse af objektivblænden skæres de uønskede stråler fra, som på billedet er illustreret ved pletterne i de grå områder.

Ved et mørkefeltbillede (*dark field*) bruger man i stedet en diffrakteret stråle og blokerer for alle andre stråler. Det betyder at de områder i billedet, der diffrakterer kraftigt i netop denne retning lyser op, mens alle andre områder er mørke. De to teknikker er beskrevet skematisk i Figur 4.4.1 og Figur 4.4.2. I Figur 4.4.1 er strålegangen vist og i Figur 4.4.2 er de to typer billeddannelse vist som diffraktionsmønstre.

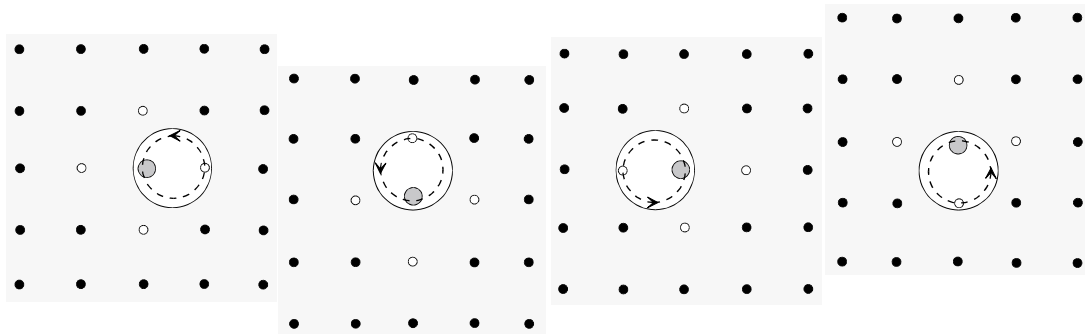
Et væsentligt problem når man skal observere OD-mikrostrukturer i kobber (og i øvrigt i andre deformerede metaller) er, at selv i et enkelt korn vil orienteringen variere og tit er disse variationer på en skala, der er sammenlignelig med OD-mikrostrukturens enheder.



Figur 4.4.3 Fire øjeblikbilleder af den direkte stråles bevægelse / diffraktionspletterne, der danner et *Hollow Cone* billede. Diffraktionspletterne i de grå områder bliver skåret væk af objektivblænden.

## Eksperimentelle detaljer

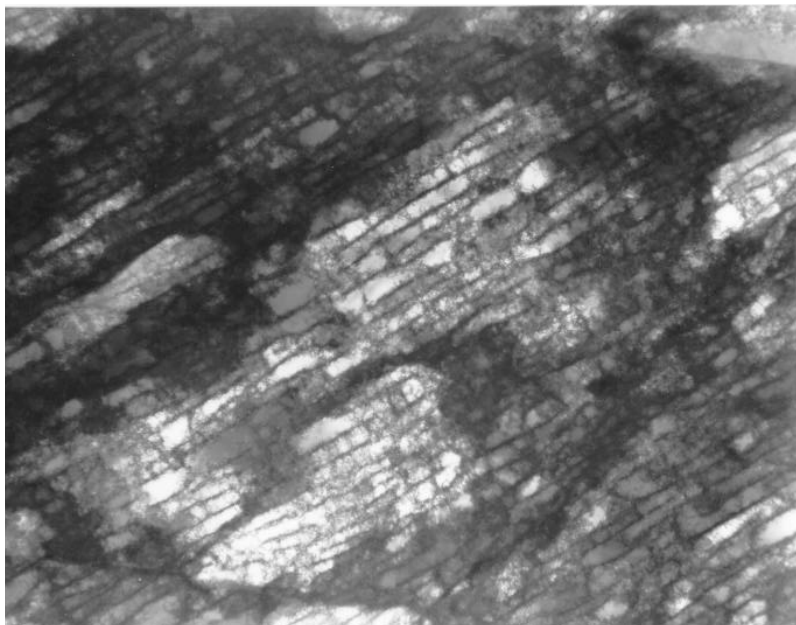
Lysfeltbilledet opdeles i områder, som står klart og tydeligt og områder, der er “begravet” i store sorte skygger fordi orienteringen ændrer sig. En delvis løsning på dette problem er at bruge *Hollow Cone* teknikken. I *Hollow Cone* (se Figur 4.4.3) hvor bevægelsen af den direkte stråle er beskrevet ved den stiplede cirkel) bringes diffraktionsmønstret til at rotere om en akse således at de diffrakterede stråler en efter en bringes ind langs den optiske akse og ned gennem objektivblænden. Bevægelsen af den direkte stråle beskriver en kegle og den bidrager ikke selv til billedet, deraf navnet *Hollow Cone*. Resultatet er et billede, hvor alle områder der diffrakterer kraftigt, lyser op. Derfor vil de fleste områder der er mørke i lysfeltbilledet optræde som lyse i *Hollow Cone* billedet.



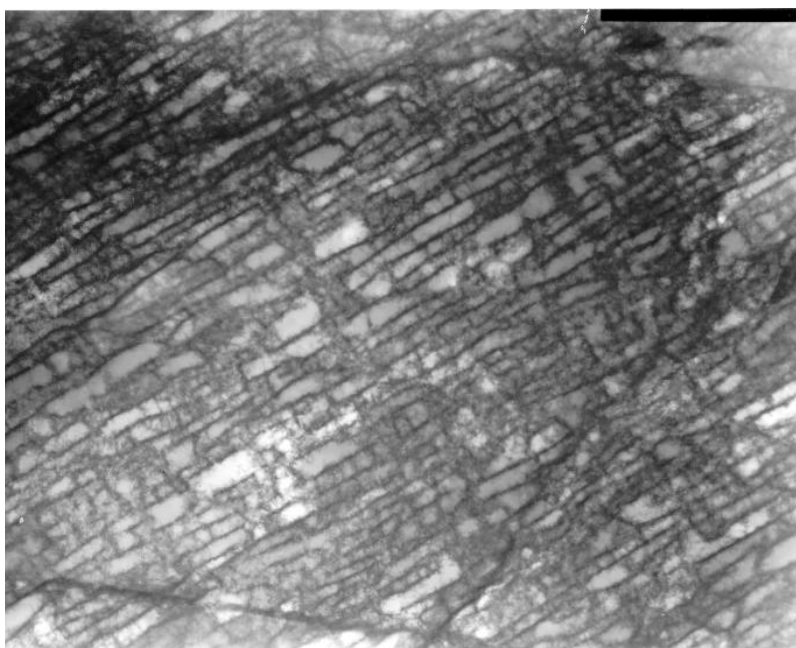
- Er den direkte stråle
  - En diffrakteret stråle
  - En diffrakteret stråle som bidrager til *Hollow Cone* billedet
- Objektivblænden    Mikroskopets optiske akse er i centrum af objektivblænden

Figur 4.4.4 Fire øjeblikksbilleder af den direkte stråles bevægelse / position samt diffraktions pletterne, der danner *Hollow Cone* billedet i den variant som er brugt i denne rapport. Den direkte stråle og de nærmeste diffraktionspletter bidrager alle direkte til billedet. Diffraktionspletterne i de grå områder bliver skåret væk af objektivblænden.

Variant af *Hollow Cone*: Ved at vælge keglen lille nok (se Figur 4.4.4) og en passende blænde kan man bortskaffe en del af de mørke områder i lysfeltbillederne. På denne måde får man et billede, der generelt har mindre kontrast og hvor de fleste af de sorte skygger er forsvundet, men hvor man alligevel skærer nok diffrakterede stråler væk til at kunne se sin OD-mikrostruktur. Metoden kræver at misorienteringerne ikke er for store for at give gode billeder. Prisen man betaler for at sammenblende direkte og diffrakterede stråler er at billederne ikke er så skarpe som de ville være i normale lysfeltbilleder. Det helt afgørende ved teknikken er at den fjerner kontrast på skærmen når man sidder og observerer. Det menneskelige øje (eller i hvert fald forfatterens øjne) lader sig meget let distrahere, når der er for store kontrastforskelle på skærmen. Når man vipper prøven kan strukturer let drukne i Bragg-skygger, der farer henover skærmen. Derfor er denne metode ideel når man skal gennemse mange korn på jagt efter interessante strukturer.



Figur 4.4.5. Cu valset 48%. Område betragtet i almindelig Bright Field. Sammenlignes med nedenstående billede.



Figur 4.4.6 Cu valset 48%. Længdeplanet. Område betragtet i Hollow Cone Variant.

På billederne (Figur 4.4.5, Figur 4.4.6) er vist hvad denne teknik kan klare når forholdene er optimale. Varianten af *Hollow Cone* teknikken er anvendt ved optagelsen ved de fleste af TEM-billederne i dette projekt.

### **Orienteringsbestemmelse**

Almindelige diffraktionsmønstre er ikke præcise nok, når et korns krystallografiske orientering skal bestemmes. De tynde TEM prøver bevirker at betingelserne for diffraktion ikke er nær så præcise som for røntgenstråling. Derfor sker præcis orienterings bestemmelse sker ved hjælp af Kikuchimønstre. Mønstrene skyldes den

uelastisk spredte del af elektronerne og danner for hvert sæt af diffrakterende planer to linier. Linierne flytter sig stift med krystallen og er derfor ideelle til orienteringsbestemmelse. Takket være mikrodiffraktion, hvor man samler elektronstrålen til en snæver stråle, er det muligt at observere Kikuchilinier i tynde områder. Dette har ført til at Krieger Lassen (1995) har udviklet en semiautomatisk metode til orienterings/misorienteringsbestemmelser af mikrostrukturer i FCC-metaller.

Et CCD-kamera (Gatan) tager et billedet af Kikuchimønstret. CCD-kameraet er sluttet til en Apple Macintosh Computer. Billedet gemmes på et netværksdrev og indlæses af programmet (Krieger Lassen 1995), som kører på en PC. Når programmet startes opgives følgende parametre:

Det pågældende FCC-metal  
Accelerationsspænding (default 200 kV)  
Kamerakonstanten (default 30 cm)  
Hvilket plan man betragter (valseplan, længdeplan eller tværplan)  
Vinklen mellem billedakse og mikroskopakse.  
x og y vippevinkler.

Når programmet en gang er startet op behøver man kun at indtaste ændringer i tiltakserne. Via en billedbehandlingsrutine kendt som en Houghtransformation finder programmet linierne i Kikuchimønstret. Disse linier vises overlejret på Kikuchimønstret. Derefter simulerer programmet hele Kikuchimønstret så det er muligt for brugeren at afgøre om programmet har fundet den rigtige indicering af båndene. Programmet spørger så om simuleringen er korrekt. Hvis simuleringen godkendes udskrives orienteringen som Eulervinkler til en fil.

### **4.5 Scanningelektronmikroskopi**

I scanning elektronmikroskopi (SEM) scanner en elektronstråle hen over prøven. Elektronerne, der kommer tilbage fra prøven opsamles og signalet forstærkes. Elektronstrålens bevægelse henover prøven definerer et raster, dette raster synkroniseres med elektronstrålen i et billedrør. Elektronstrålen i billedrøret, hvis intensitet er korreleret med antallet af opsamlede elektroner, rammer en TV-skærm og man får dannet et billede. Alt efter hvilken energi elektronerne har får man forskellige informationer:

- Sekundære elektroner ( $\leq 50$  eV) :  
Sekundære elektroner giver topografiske informationer dvs. den detaljerede form af den overflade man betragter. Instrumentets opløsningsevne er ikke bedre end diameteren af elektronstrålen, der skanner henover billedet. Forstørrelsen bestemmes af forholdet mellem rasterstørrelsen på den skannede prøve og rasterstørrelsen på skærmen, eller hvis man tager et elektronisk billede: forholdet mellem rasterstørrelsen på prøven og den pixelstørrelse, der er på computeren.

## Eksperimentelle detaljer

- Tilbagespredte elektroner:  
Tilbagespredte elektroner, der stort set har samme energi som de indkommende elektroner giver oplysninger om atomnummer, topografi samt indirekte informationer om den krystallografiske orientering. Opsamlingen af de tilbagespredte elektroner sker via en faststofdetektor.

Det som er interessant for dette projekt er den såkaldte *channeling* kontrast. Intensiteten af de tilbagespredte elektroner viser en afhængighed af den indkommende elektronstråles orientering i forhold til krystalgitteret. En ændring i orientering kan producere forskellige intensiteter. Denne ændring er afhængig af, hvor let de indkommende elektroner har ved at trænge ind i materialet (*channeling*). Den præcise spredning af elektronerne mod prøven kræver kvantemekaniske beregninger .

Opløsningsevnen er afhængig af hvor langt elektronerne trænger ind før de bliver spredt tilbage. Derfor vil opløsningsevnen afhænge af den valgte accelerationsspænding. Lavere accelerationsspænding betyder mindre indtrængningsdybde og dermed bedre opløsningsevne. Men for lav accelerationsspænding betyder tab af intensitet, så det er en afvejning. Ved 8 kV og kobber som materiale har metoden ca. en opløsningsevne på 0.25  $\mu\text{m}$ .

## 5. HWD-strukturer i valset kobber

*En kvalitativ karakteristik baseret på TEM*

### 5.1 Dannelse af HWD-strukturer

Ved et HWD-korn forstås et korn indeholdende en OD-mikrostruktur, hvor langt de fleste dislokationer er samlet i regulære dislokationsvægge. Væggene er organiseret i en skakbræt-lignende struktur, der består af en samling mere eller mindre veldefinerede firkanter<sup>8</sup> set i longitudinalplanet. Endvidere er det et markant træk, at det indre af sådanne firkanter næsten er ryddede for dislokationer (set i forhold til tætheden omkring væggene). Definitionen vil blive eksemplificeret i det følgende.

Ved 6% deformation er der HWD strukturer i 38% af kornene (se Figur 9.1.1). Tallet dækker over korn på ret forskellige udviklingsmæssige stadier og også visse morfologiske forskelle.

Langt de fleste korn med HWD-strukturer er kendetegnet ved to vægssystemer med ca. 45° til valseretningen (f.eks. Figur 5.1.1, Figur 5.1.2 og Figur 5.1.3)<sup>9</sup> set i longitudinalplanet (de præcise fordelinger er målt i kapitel 9) og vægssystemerne er oftest ret lig hinanden. Gennemsnitsafstanden mellem væggene, som er en funktion af deformationsgraden, er ret ens for de to vægssystemer i et HWD-korn. Tilsvarende gælder for længderne af dislokationsvæggene. Der er vide variationer på længderne, men vægssystemerne er gennemsnitligt set ret ens.

Resultatet er at HWD-strukturen ser ud til at være opbygget af rektangler/firkanter, og disse rektangler/firkanter er ikke langt fra kvadrat formen (f.eks. Figur, Figur 5.1.9 og Figur 5.1.3). Firkanterne i HWD-strukturen er uden eller med meget få dislokationer, hvilket især gør sig gældende for reduktioner over 6% (Figur 5.1.12, Figur 5.1.15 og Figur 5.1.16).

Store afvigelser fra mønstret med to ens vægssystemer ses kun sjældent (i mindre end 10% af HWD kornene) se Figur 5.1.2, men det skal understreges, at der er store (visuelle) forskelle i graden af organisering dvs. hvor veldefinerede væggene og firkanterne er.

Væggene i HWD-strukturen kan strække sig kontinuert over adskillige  $\mu\text{m}$  (Figur 5.1.1 og Figur 5.1.2), men HWD strukturer udviser generelt store forskelle i længden af de enkelte dislokationsvægge og størrelsen af firkanterne (Figur 5.1.3 og Figur 5.1.7). Forskelle i de enkelte vægges udvikling ses tydeligt i mange korn (Figur 5.1.6, Figur 5.1.7 og Figur 5.1.15). Det gælder vægssystemerne i mellem, såvel som de enkelte vægge i de enkelte vægssystemer.

Variationen i firkanternes størrelse (Figur 5.1.3) gennem HWD-strukturen er et blandt flere indicier for at dannelsesprocessen er influeret af både globale og lokale parametre. Dannelsen af HWD-strukturer som et rent lokalt fænomen understreges af Figur 5.1.4 og Figur 5.1.5. Et typisk træk ved korn med dislokationsvægge under dannelse (valset 6%), er at væggene ses i en næsten uniform baggrund af dislokationer. Billedet

<sup>8</sup> Sprogbrug : Ordene kvadrater og rektangler bliver brugt for at skelne to HWD-enheder form. Firkant bliver brugt om både rektangler og kvadrater.

<sup>9</sup> Dette afsnit er karakteriseret ved mange billeder. Derfor er billederne delt op efter valsereduktion Figur 5.1.1-Figur 5.1.8 6% reduktion, Figur 5.1.9-Figur 5.1.16 11% reduktion.

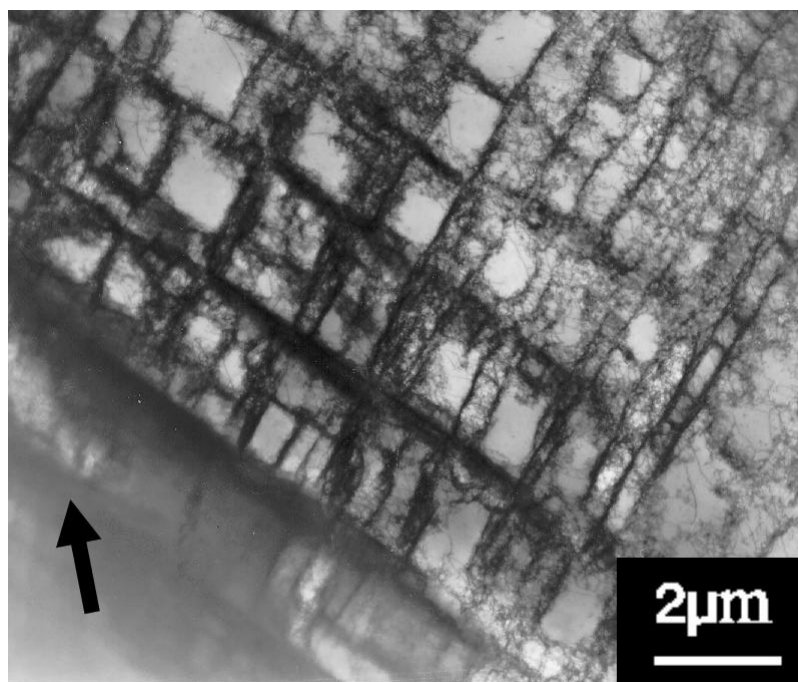
(Figur 5.1.5) er centralt for forståelsen af HWD-strukturens oprindelse. Her ser man tre firkanter, der hænger sammen, hvoraf kun den midterste er færdigdannet. Firkanterne dannes midt i en "grød" af dislokationer (en meget ufærdig LWD-struktur), og der er kun enkelte steder begyndt at formes vægge. Firkanten er imidlertid ikke *den* fundamentale byggesten for HWD-strukturen, idet Figur 5.1.4 viser at HWD-strukturen kan formes som en "stige"-struktur direkte uden en kvadratisk HWD-struktur som overgangsform. Den vigtigste observation, der kan gøres af Figur 5.1.5, er imidlertid ikke så meget tilblivelsen af de vægge der udgør firkanten, men den kendsgerning at den i modsætning til sine omgivelser, næsten er ryddet for dislokationer. Som tidligere nævnt er det typisk for HWD-strukturer, og indikerer at firkanten er begyndt at virke som en HWD-struktur rent lokalt i modsætning til cellevægge omkring den. Dannelsen af HWD-strukturer (Figur 5.1.4 og Figur 5.1.5) ser i øvrigt ud til at foregå direkte uden et mellemstadium i form af en klassisk cellestruktur.

Inddelingen af HWD-strukturen i stadig mindre firkanter ser ved 6% reduktion til primært at ske via dannelsen af nye dislokationsvægge da der kun er enkelte observationer af opsplitningen af en dislokationsvæg til to dislokationsvægge (Figur 5.1.8).

Ved 11% deformation er dannelsen af HWD-strukturer stort set afsluttet. Alle de korn der udvikler denne struktur har på dette tidspunkt i deformationshistorien dannet to sæt af dislokationsvægge. Den klassiske kvadratiske HWD struktur, om der findes en sådan, forekommer ved denne tøjning (se Figur 5.1.9).

Strukturerne udviser vide variationer som følge af forskelle i dannelsesetidspunkt. De strukturer der er forholdsvis nydannede kan optræde som i Figur 5.1.10, hvor man ser dislokationsvægge, der adskiller områder med cellestrukturer eller som i Figur 5.1.11 hvor kornet er en blanding af HWD og LWD-struktur. Cellerne i Figur 5.1.11 er begyndt at blive mere skarpe og at antage en anden facon samtidig med at der er dannet dislokationsvægge der har den for HWD-strukturen typiske makroskopiske orientering.

I den modsatte ende af udviklingsskalaen finder man de HWD-korn, der viser tendenser til opsplitning på forskellig vis som f.eks. Figur 5.1.12. I aluminium er opsplitning af dislokationsvægge særdeles velkarakteriseret og betegnes første-generations mikrobånd (Bay *et al.* 1989) bestående af "*small pancaked shaped cells*". Førstegenerations mikrobånd i kobber ved lave tøjninger blev observeret af Ananthan *et al.* (1991a). Men i modsætning til disse observationer sker dannelsen af dobbeltvægge over afstande der er lange i forhold til kvadraterne i HWD-strukturen (Figur 5.1.12, Figur 5.1.15) og opsplitningen er så stor at det er svært at skelne dobbeltvægge og matrix (Figur 5.1.15). Dermed bibeholdes en næsten kvadratisk HWD-struktur. I Figur 5.1.15 (og delvis Figur 5.1.12) er et vægssystem blevet dominerende, hvorved en karakteristisk stigestruktur fremkommer. Observationen er forvarslet om en udvikling ved højere valsereduktioner, hvor HWD-strukturen i en del korn ser ud til at bestå af et enkelt båndsystem med tværvægge. I de få tilfælde hvor vi har målt misorienteringer henover en sådan stigestruktur, har vi observeret en karakteristisk +/- variation af orienteringen henover væggene, hvorimod målinger af misorienteringer langs væggene har vist mindre og mere tilfældige variationer.



Figur 5.1.1 Valsereduktion 6%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Dette korn er god repræsentant for HWD-strukturen som den ses ved 6% reduktion med to sæt af dislokationsvægge ca. 40° til valseretningen.

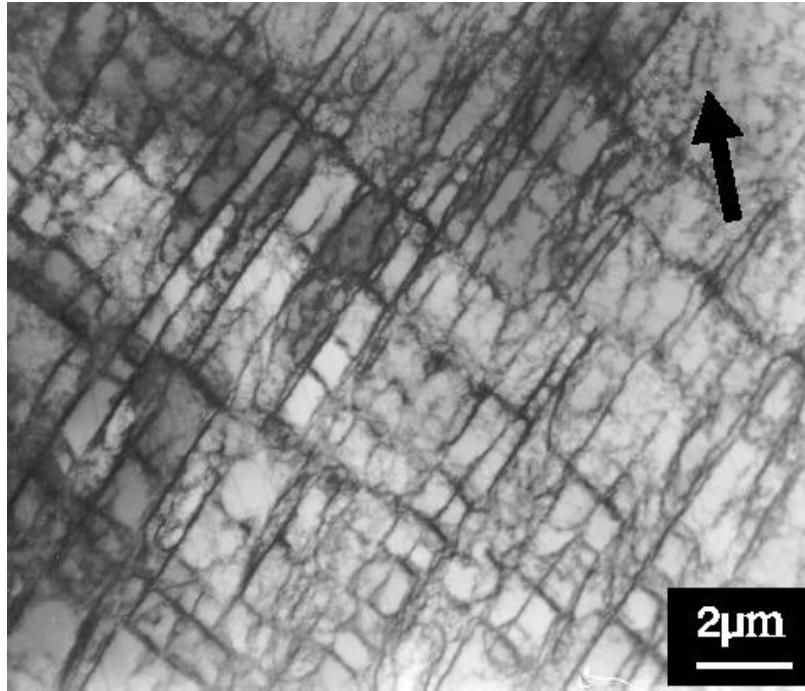
Selvfølgelig har vi allerede i Figur 5.1.5 konstateret at et HWD-korn kan udvikles direkte til en sådan “stige”-struktur, men det er den kvadratiske HWD-struktur eller tilnærmelser hertil som er dominerende ved 6-11% reduktion.

Misorienteringer i HWD-strukturen (stadig set i longitudinal planet) ser også ud til at være knyttet til opsplitningen i dobbeltvægge (Figur 5.1.13 og Figur 5.1.12), da vi tit har observeret (kvalitativt) at +/- variationer i kontrasten sker på tværs af dobbeltvæggene samtidigt med at kontrasten er forholdsvis uniform på langs af væggene. Det skal dog gøres klart at orienteringsvariationer ikke altid knyttes til bånd men også til enkelte firkanter (Figur 5.1.14).

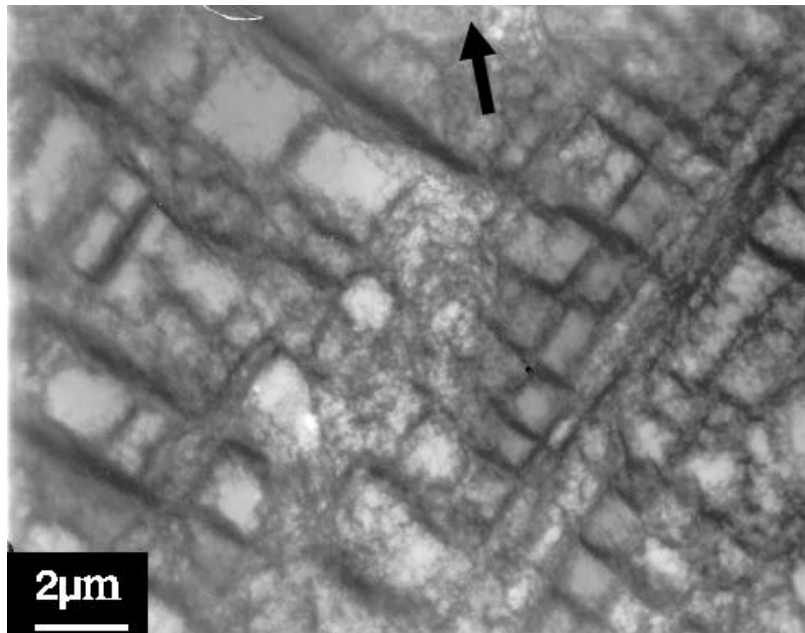
Figur 5.1.16 er et karakteristisk eksempel på et veludviklet HWD-korn ved 11% reduktion. HWD-strukturen i dette korn er sammensat af kvadrater og rektangler og er mindre “velorganiseret” end kornene i Figur 5.1.12 og Figur 5.1.15 men tættere på det visuelle indtryk af det gennemsnitlige HWD-korn.



## HWD-strukturer i valset kobber

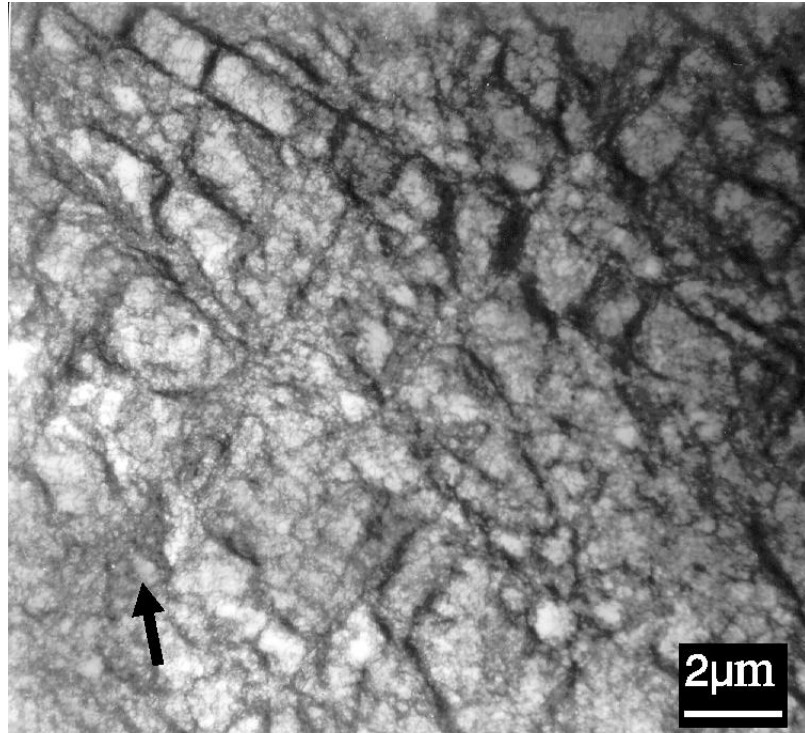


Figur 5.1.2 Valsereduktion 6%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Atypisk HWD-struktur på to måder: Dels er der forskel på antallet af vægge pr. længdeenhed for de to systemer, hvilket giver nogen meget aflange rektangler, og dels er det lange sæt dislokationsvægge skarpere end det er normalt ved denne valsereduktion.

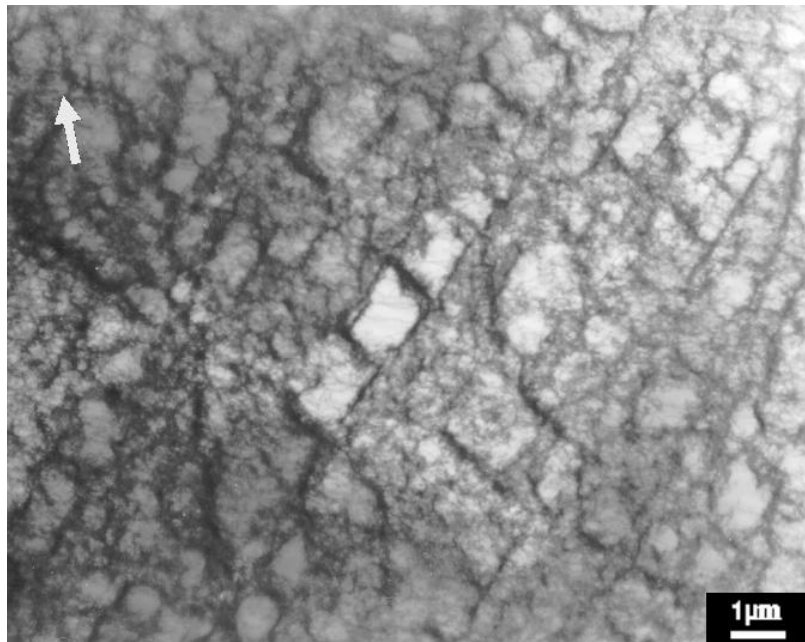


Figur 5.1.3 Valsereduktion 6%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Dette HWD-korn er splittet i to områder med firkanter af forskellig størrelse. Tæt på billedets øverste højre hjørne er firkanterne meget store. Cirka midt i billedet er strukturen en adskiller en "grød" af dislokationer de to områder.

## HWD-strukturer i valset kobber

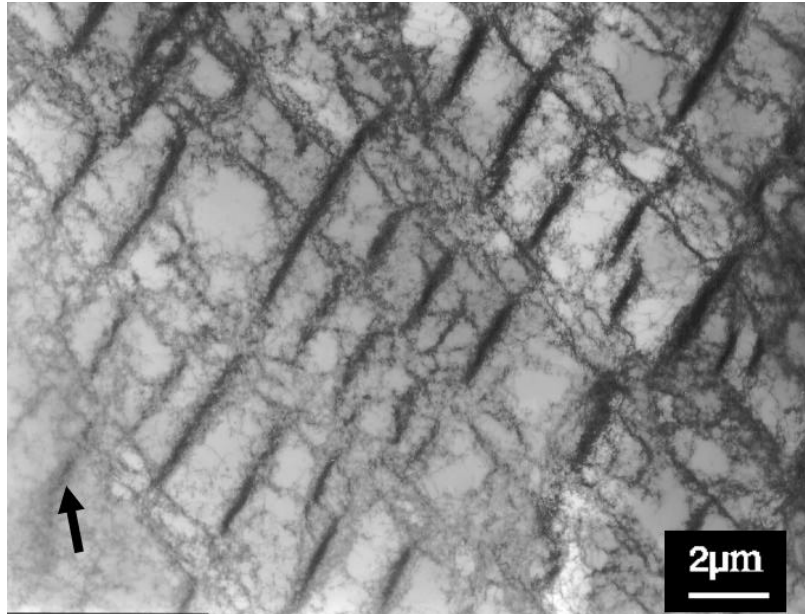


Figur 5.1.4 Valsereduktion 6%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Dannelse af bånd (diagonalt fra billedets øverste højre hjørne) i svagt udviklet cellestruktur. Interessant fordi det viser en udvikling af bånd uden et mellemstadium af HWD/firkant-struktur.

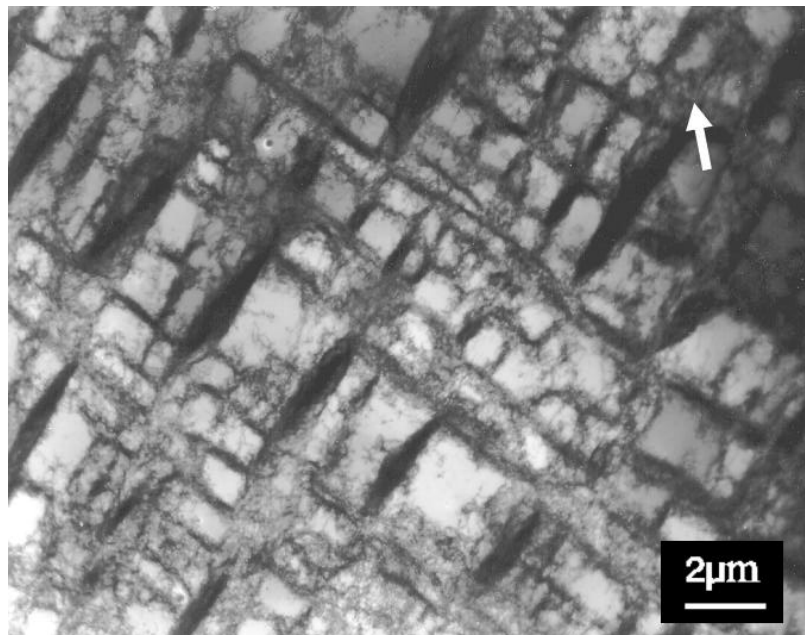


Figur 5.1.5 Valsereduktion 6%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Dette billede viser en HWD-struktur under dannelse. Midt i billedet er de for HWD karakteristiske firkanter ved at dannes. Af de tre firkanter er det interessante at kun den midterste firkant "lyser op" fordi den stort set er fri for dislokationer. Dette må betyde at kun den midterste firkant faktisk fungerer som en HWD-struktur.

## HWD-strukturer i valset kobber

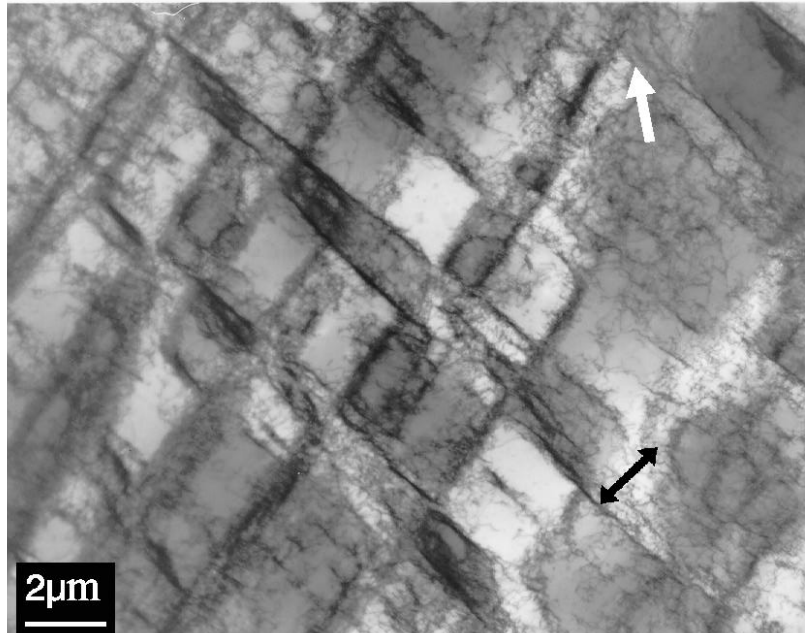


Figur 5.1.6 Valsereduktion 6%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Endnu et billede af dannelsen af dislokationsvægge. Her er der meget forskel på tætheden af de to vægssystemer. Både i antal pr. længdeenhed og den faktiske tæthed af dislokationer i dislokationsvæggene.

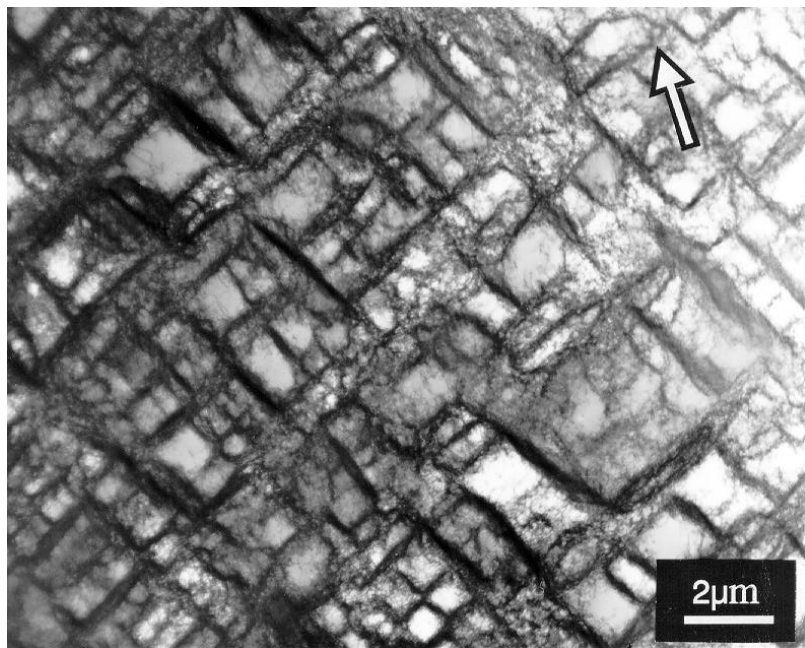


Figur 5.1.7 Valsereduktion 6%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). En klassisk HWD-struktur som den ser ud ved 6% valsereduktion. Bemærk at den ene familie af dislokationsvægge indeholder nogle korte men tykke dislokationsvægge. Det er nærliggende at forstille sig, at strukturen i dette billede har udviklet sig fra en type struktur som den der er vist i Figur 5.1.6.

## HWD-strukturer i valset kobber

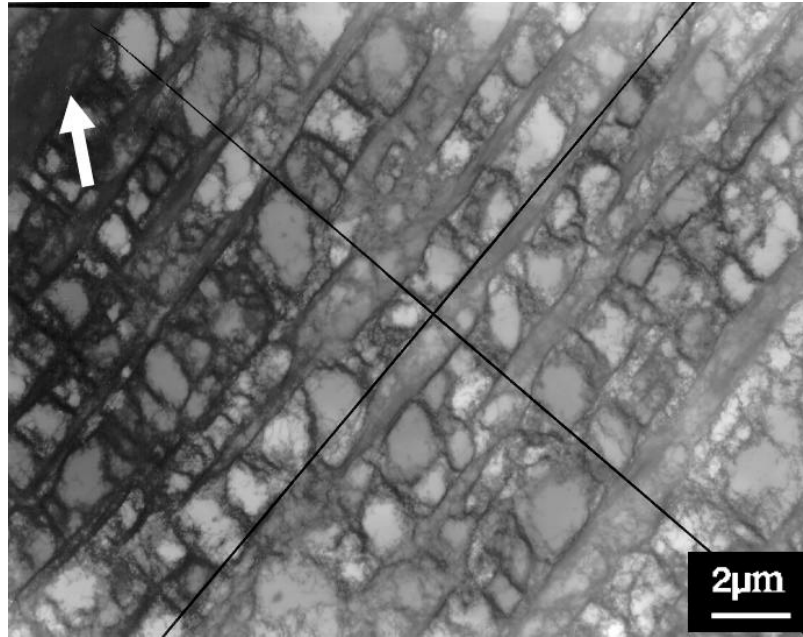


Figur 5.1.8 Valsereduktion 6%, længdeplanet (valseretning indikeret med hvid pil). Opsplitning af dislokationsvæg i to. En ret sjælden observation ved 6% reduktion. Til gengæld er der i dette korn ingen tvivl om at der faktisk er sket en opsplitning, idet man kan se at de to dislokationsvægge går fra hinanden (indikeret med dobbelt pil).

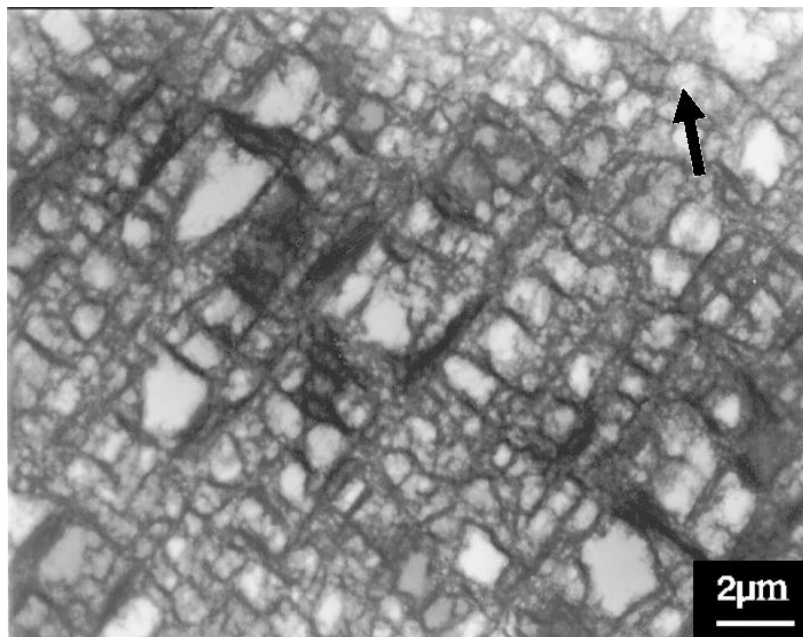


Figur 5.1.9 Valsereduktion 11%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Klassisk HWD-struktur med firkanter der er meget tæt på kvadrater. Bemærk at der imidlertid er forskellige områder, hvor der stadig er mange dislokationer uden for dislokationsvæggene.

## HWD-strukturer i valset kobber

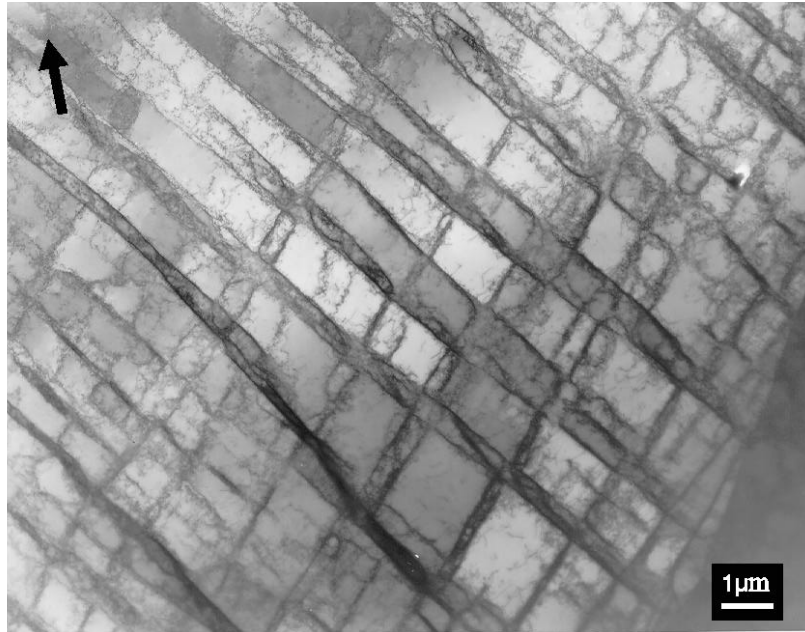


Figur 5.1.10 Valsereduktion 11%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). HWD struktur under dannelse i LWD-struktur. Der er lange vægge i en retning, men strukturen mellem væggene er en cellestruktur. Det sorte kryds i billedet markerer middelretningen af væggene som de er målt i kapitel 9

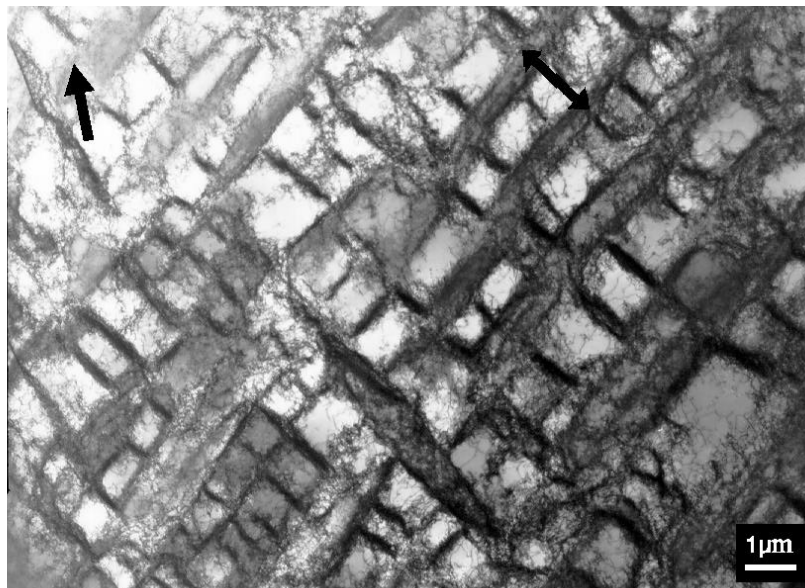


Figur 5.1.11 Valsereduktion 11%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). HWD struktur under dannelse i LWD-struktur. En del af de grundlæggende HWD-vægge er dannet, men der er mange celler tilbage. Cellerne afviger dog en hel del fra den runde (*equiaxed*) form.

## HWD-strukturer i valset kobber

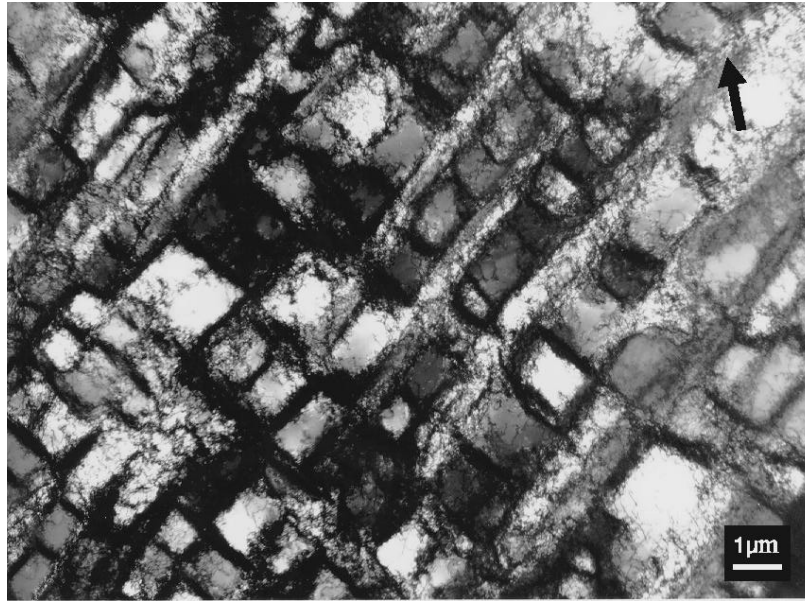


Figur 5.1.12 Valsereduktion 11%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). HWD-struktur, hvor opspaltningen af vægge sker i begge retninger.

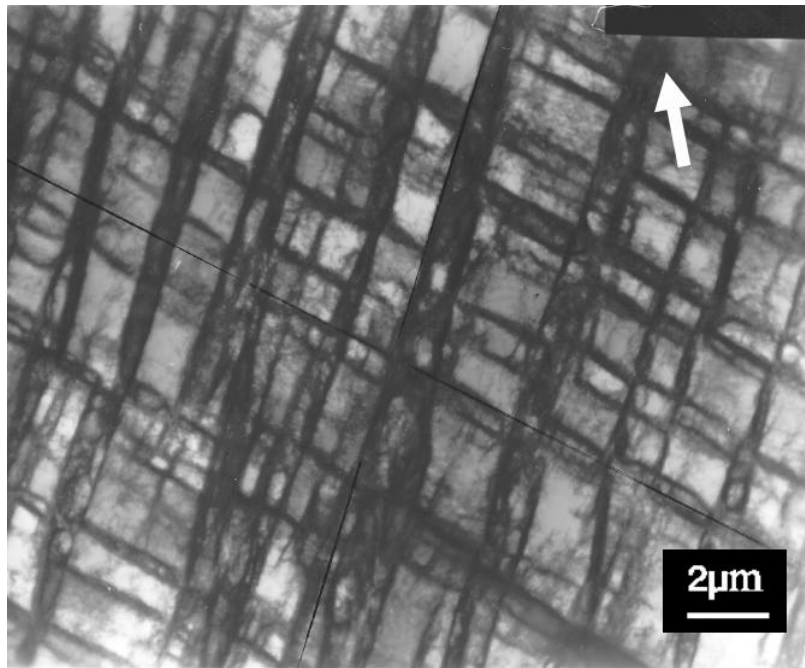


Figur 5.1.13 Valsereduktion 11%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). HWD-struktur, hvor opspaltningen af vægge sker i begge retninger, men i modsætning til ovenstående billede (Figur 5.1.12) er det kun enkelte lange dislokationsvægge der splitter op (to af dem markeret med dobbelt pil). Desuden bemærkes en karakteristisk +/- variation i kontrasten henover de opsplittede vægge.

## HWD-strukturer i valset kobber

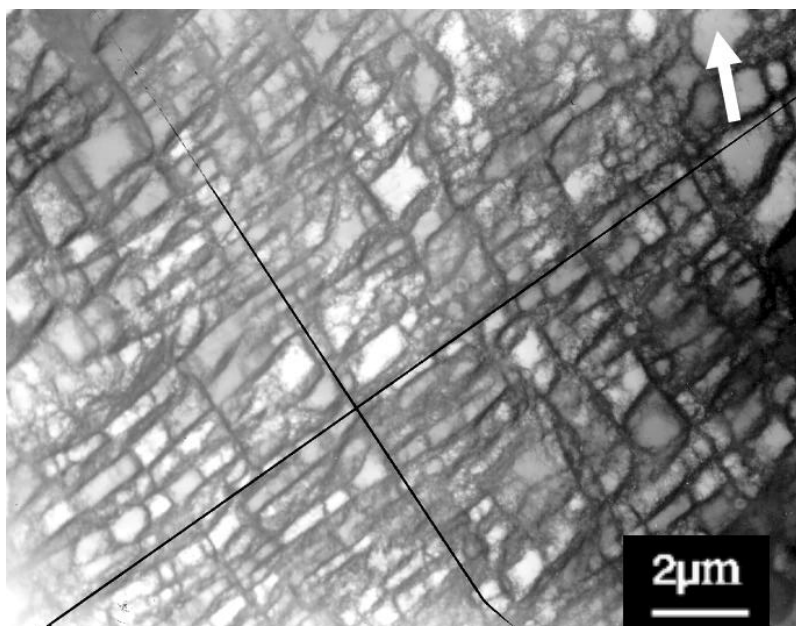


Figur 5.1.14 Valsereduktion 11%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). HWD-struktur hvor ændringerne af kontrast ikke kun er knyttet bånd men også til enkelte firkanter.



Figur 5.1.15 Valsereduktion 11%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). HWD-struktur hvor der er et sæt af dominerende (lange) vægge og et sæt korte, hvorved en karakteristisk stigestructur dukker frem. Det sorte kryds i billedet markerer middelretningen af væggene som de er målt i kapitel 9.

## HWD-strukturer i valset kobber



Figur 5.1.16 Valsereduktion 11%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). En tydelig HWD-struktur om end ikke så regelmæssig som i de to foregående billeder. Det sorte kryds i billedet markerer middelretningen af væggene som de er målt i kapitel 9

### 5.2 Den videre udvikling af HWD-strukturer

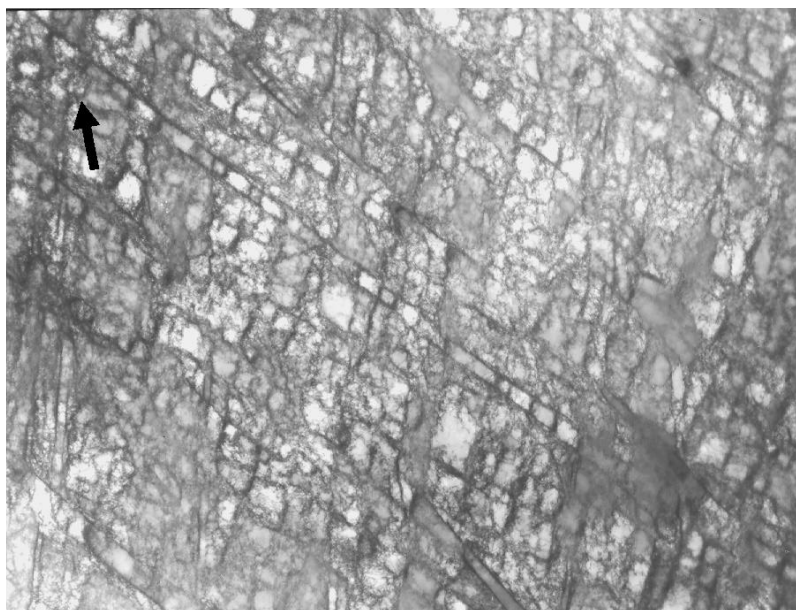
I starten af dette projekt satte og forfatteren og Torben Leffers det mål, at få overblik over deformationen af valset kobber fra 0 til 90% reduktion. Et ambitiøst mål som ikke blev opfyldt, da vi valgte at fokusere på små valsereduktioner og vægorienteringer, men som dog affødte en lang række observationer. Overskriften “Den videre udvikling af HWD-strukturer” dækker derfor over spredte observationer af HWD-strukturer/ LWD-strukturer og andre OD-mikrostrukturer ved deformationer fra 20% til 90% valsereduktion i tre forskellige materialer.



Figur 5.2.1 Cu IVa: Valsereduktion 28%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Lange andengenerations mikrobånd i HWD-struktur. Bemærk at de nærmest “pløjer” sig igennem strukturen.

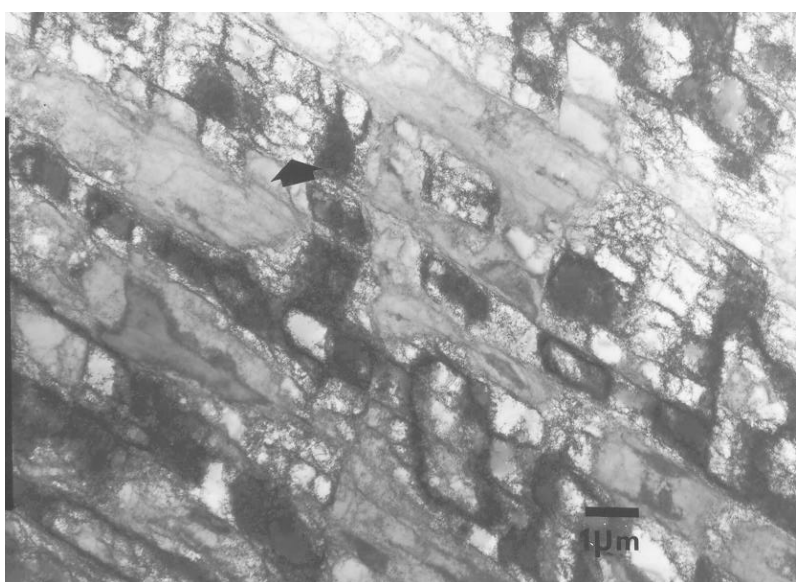


## HWD-strukturer i valset kobber



Figur 5.2.2 Cu IVa: Valsereduktion 28%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Midt i billedet er et bånd som indgår "organisk" i HWD-strukturen (i modsætning til Figur 5.2.1) og som er parallelt med et 111-spor.

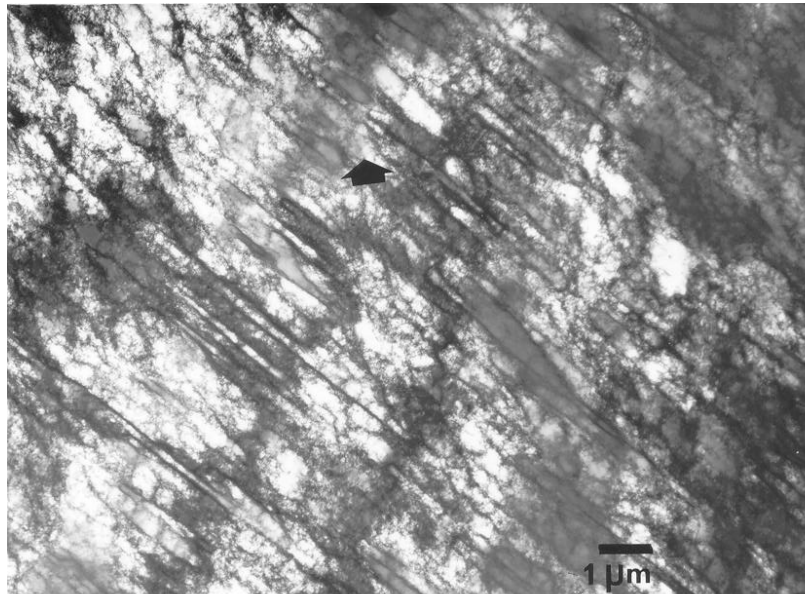
I materialet Cu IVa valset 28% observerede vi i ca. 10% af HWD-kornene mange MB2'er, som nærmest "pløjer" sig gennem HWD-strukturen. I visse HWD-korn (Figur 5.2.2) optræder der bånd som indgår som en integreret del af HWD-strukturen, i den forstand at de er parallelle med resten af HWD-firkanterne, men båndene fremstår som en selvstændig del. Målinger af båndenes orientering viste, at de var parallelle med sporene af {111}-planer, men orienteringen blev kun målt i forholdsvis få tilfælde.



Figur 5.2.3 Grovkornet kobber: Valsereduktion 29%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). HWD-struktur i Grovkornet kobber. Bemærk at kontrastvariationerne ikke sker på firkantniveau men over "klumper" af firkanter.

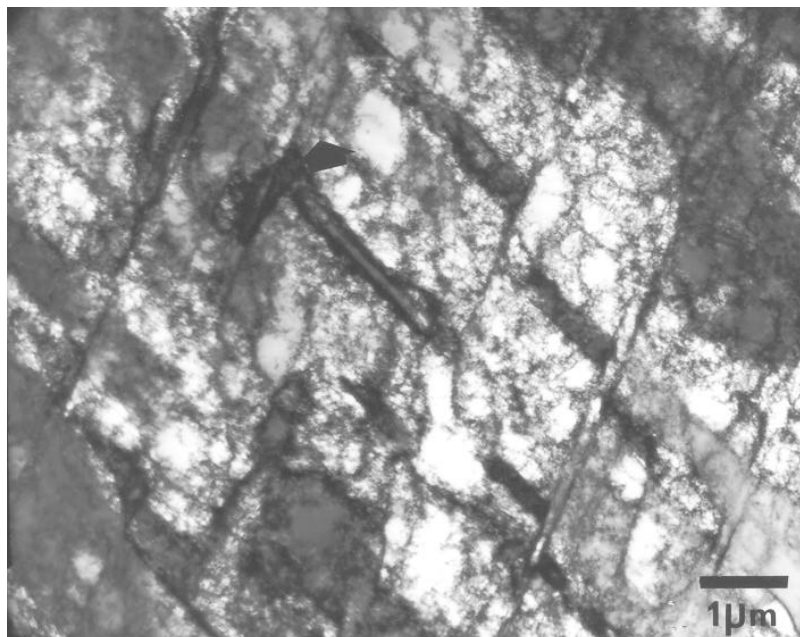
## HWD-strukturer i valset kobber

HWD-strukturen i det grovkornede materiale (Figur 5.2.3) er i øvrigt interessant fordi misorienteringerne ikke er knyttet til de enkelte firkanter eller dobbelte dislokationsvægge men til “klumper” af firkanter.



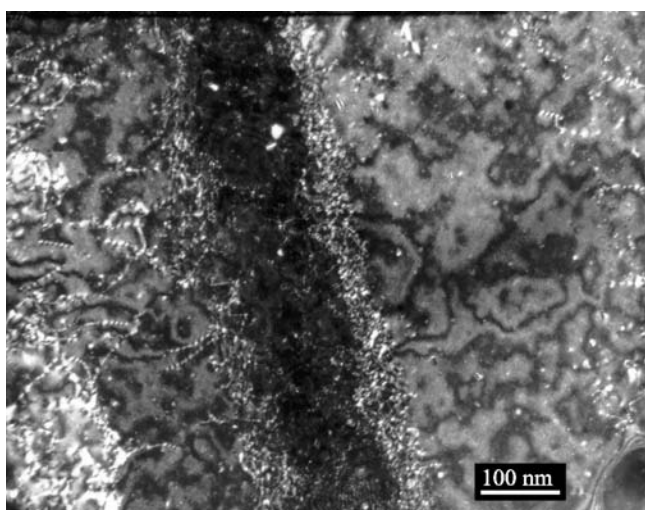
Figur 5.2.4 Grovkornet kobber: Valsereduktion 29%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Andengenerations mikrobånd i LWD-korn.

I både Cu IVa 28% reduktion og det grovkornede kobber er der LWD-strukturer. I Figur 5.2.4 er der vist et korn med et sæt af andengenerations mikrobånd, mens der i Figur 5.2.5 er et korn med to sæt af andengenerations mikrobånd. Bemærk at der sker forskydninger hvor de to sæt skærer hinanden, som det også observeres af Ananthan *et al.* (1991a).

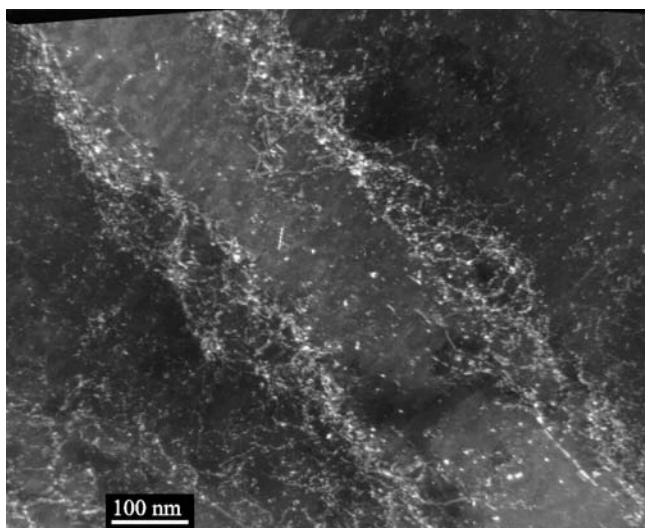


Figur 5.2.5 Grovkornet kobber: Valsereduktion 29%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). To sæt andengenerations mikrobånd i LWD-korn. Hvor de to sæt skærer hinanden sker der forskydninger.

Ananthan *et al.* (1991b) konstaterede at væggene i MB2'erne havde et "uldent" udseende, når man observerede dem under *semi-weak beam* betingelser. Dette ledte til spekulationer om at væggene bestod af dislokationrester mv. (Leffers 1996). Erik Johnson og forfatteren undersøgte dette lidt nærmere. Figur 5.2.6 er en MB2 betragtet i længdeplanet under *weak beam* betingelser. Man bemærker adskillige dislokationer, men væggene der udgør MB2'en kan ikke opløses i dislokationer. For at få bedre observationsbetingelser betragtede vi i stedet tværplanet, hvor man grundet MB2'ernes orientering i længdeplanet må forvente at betragte dem under en vinkel, som gør at bånd og vægge udbredes. Figur 5.2.7 er billede af en MB2 i tværplanet og her består væggene klart af dislokationer. Det "ulдне" udseende i længdeplanet er en konsekvens af båndenes rumlige orientering.



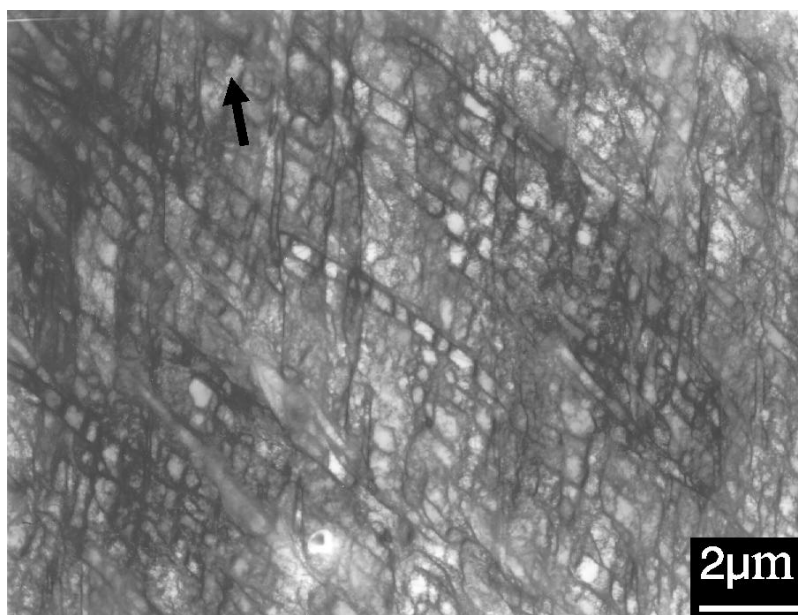
Figur 5.2.6 Cu valset 30%. Andengenerations mikrobånd i længdeplanet. Væggene er "ulдне" og kan ikke opløses i dislokationer.



Figur 5.2.7 Cu valset 30%. Andengenerations mikrobånd i tværplanet. Væggene kan nu opløses i dislokationer. Tak til Erik Johnson, Ørsted Laboratoriet for at tage dette og ovenstående billede.

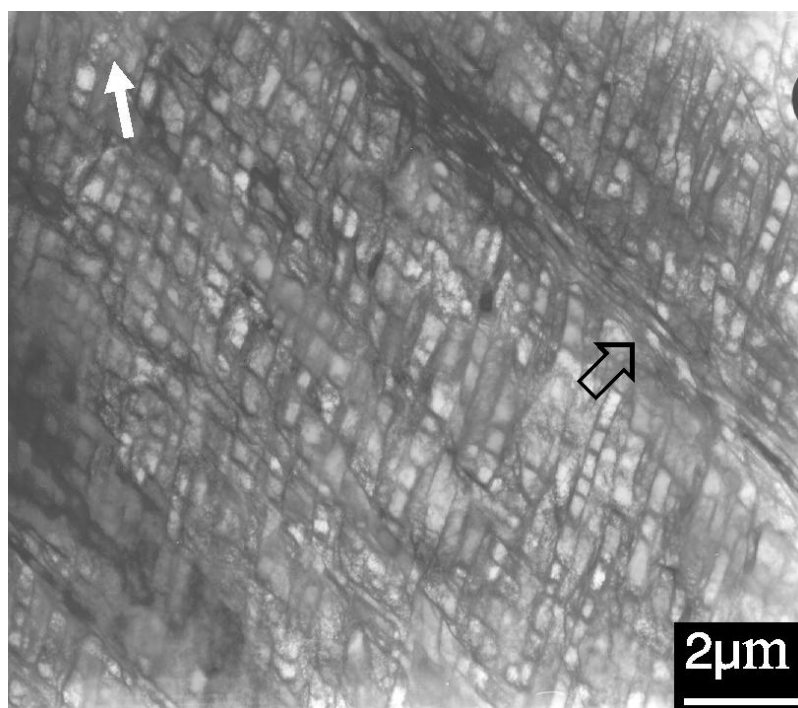
## HWD-strukturer i valset kobber

I Cu valset 39% genfinder man den klassiske HWD-struktur Figur 5.2.8 og Figur 5.2.9, men den bliver stadig mere “båndagtig”. Desuden bemærkes der forskellige andre båndstrukturer i HWD-strukturen som f.eks. ansamlinger af mikrobånd i Figur 5.2.9.



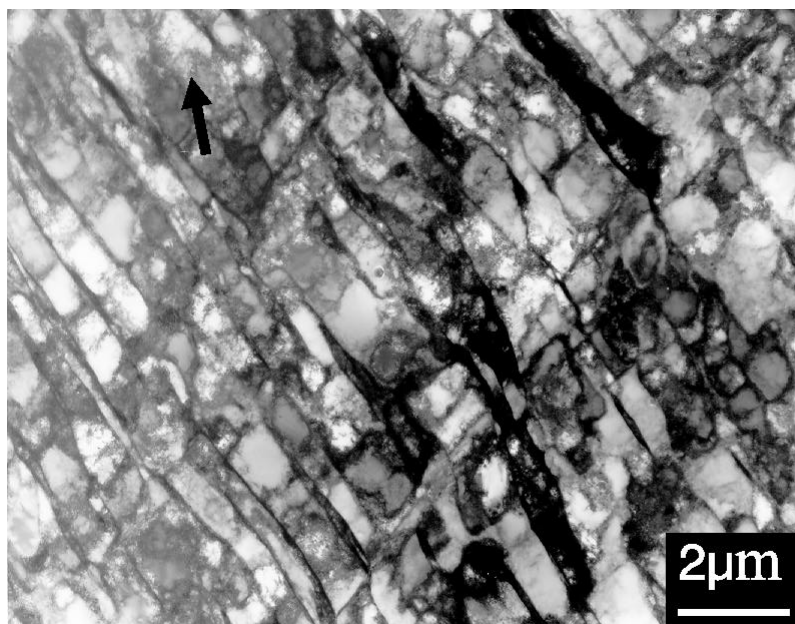
Figur 5.2.8 Valsereduktion 39%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Svag HWD-struktur med forskellige typer af bånd Læg især mærke til de fine vertikale bånd (F.eks. er der to tæt på den sorte pil).

Generelt ved denne valsereduktion består HWD-strukturerne stadig af to systemer, men der findes korn hvor tværvæggene næsten er forsvundne (Figur 5.2.10).



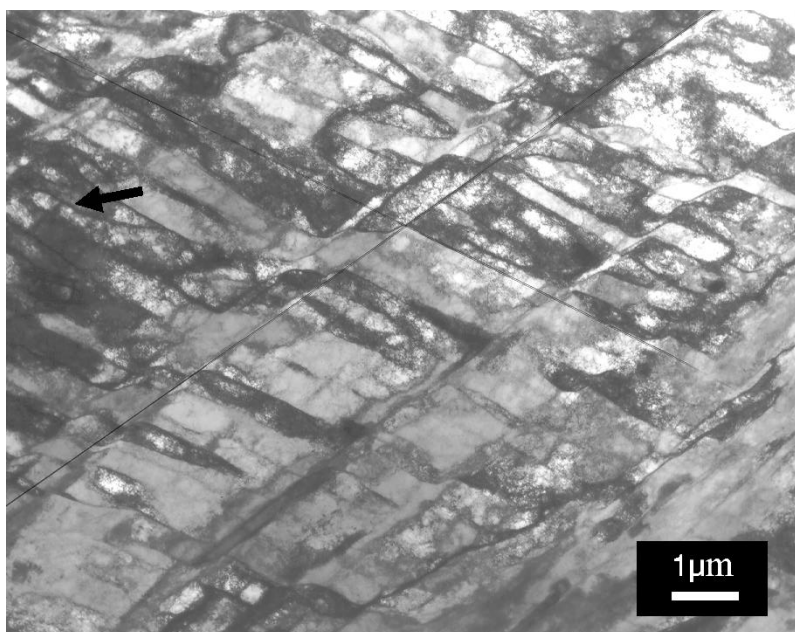
Figur 5.2.9 Valsereduktion 39%, længdeplanet (valseretning indikeret med hvid pil). HWD-struktur som indeholder klumper af “mikrobånd” markeret med sort pil.

## HWD-strukturer i valset kobber



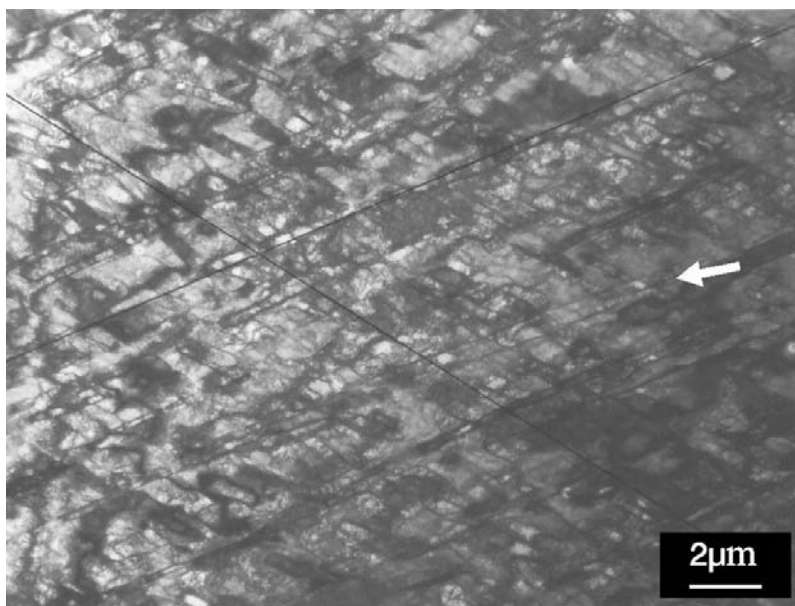
Figur 5.2.10 Valsereduktion 39%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Struktur der ligner aluminium idet der er et sæt dominerende bånd hvori tværvæggene er næsten forsvundne.

I Cu valset 48% (Figur 5.2.11 og Figur 5.2.12) er udviklingen af HWD-strukturerne hen imod bånd fortsat og forskydninger af bånd ses ret tit. Billederne har et sort kryds påtegnet til brug for måling af dislokationsvæggens orienteringer.



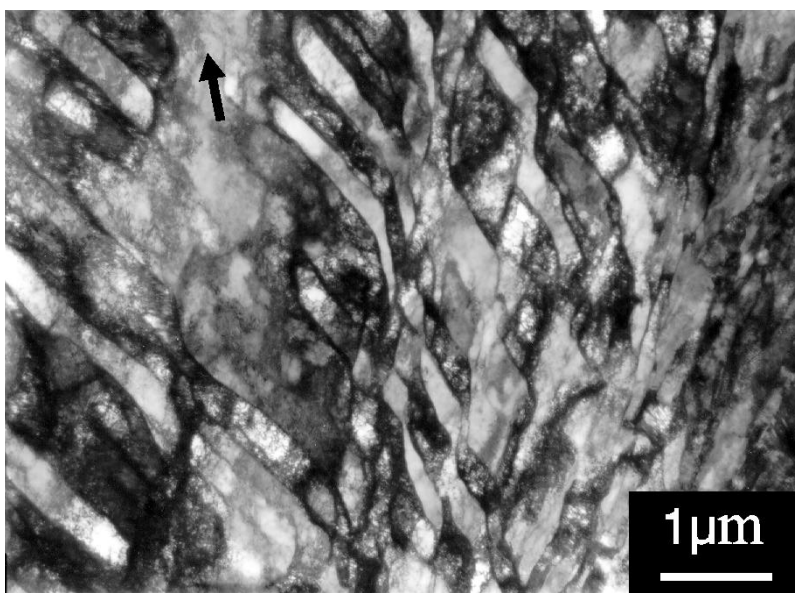
Figur 5.2.11 Valsereduktion 48%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Det sorte kryds i billet markerer middelretningen af væggene som de bliver målt i kapitel 9. HWD-struktur med tendenser til forskydninger hvor de to sæt skærer hinanden.

## HWD-strukturer i valset kobber



Figur 5.2.12 Valsereduktion 48%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Det sorte kryds i billedet markerer middelretningen af væggene som de er målt i kapitel 9. HWD-strukturer ved denne deformation er karakteriseret ved at være båndagtige i begge retninger.

Cu valset 65% er karakteriseret ved at der er mange områder, hvor forskellige bånd undergår kraftige forskydninger (Figur 5.2.13) men også korn, hvor der ser ud til at have beholdt den oprindelige HWD-struktur (Figur 5.2.14). Problemet er imidlertid at der ved denne valsereduktion er sket så mange mikrostrukturelle processer som ikke relaterer til hverken HWD eller LWD, at det ikke længere er muligt at skelne mellem de to typer korn. Man bemærker i øvrigt at forskydningerne (Figur 5.2.13) har ligheder med S-båndene i nikkel og aluminium (Hughes og Hansen 1993, Rosen *et al.* 1994).



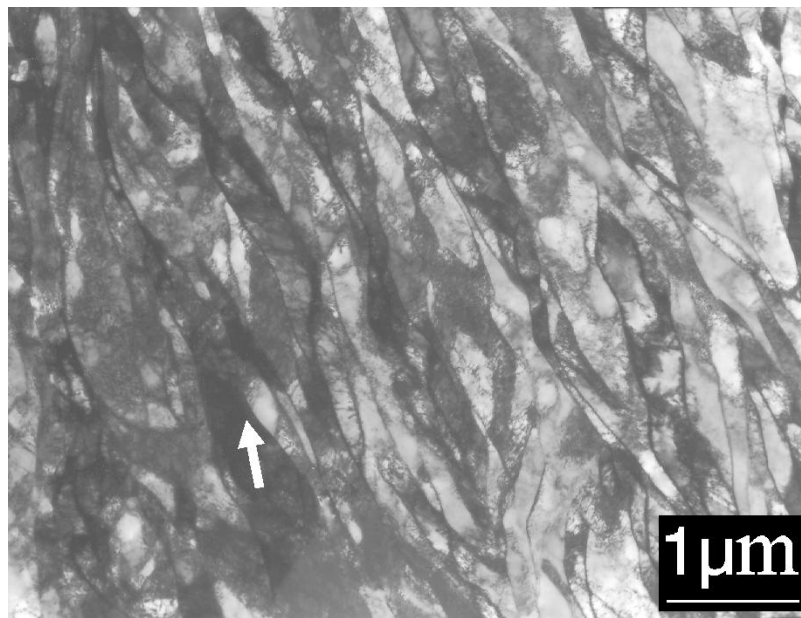
Figur 5.2.13(Cu IVa) Valsereduktion 65%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Bånd, der har undergået kraftige forskydninger.

## HWD-strukturer i valset kobber



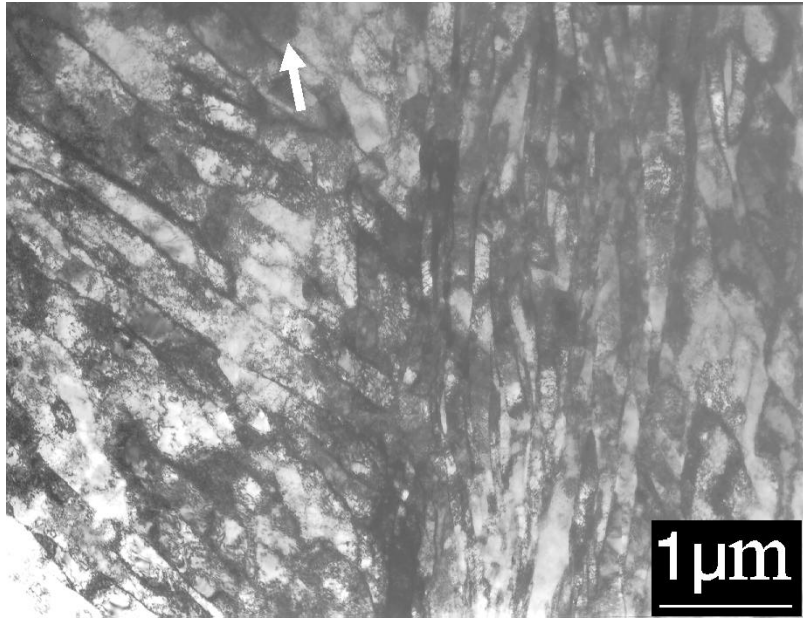
Figur 5.2.14(Cu IVa) Valsereduktion 65%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Der eksisterer stadig lommer af noget der ligner HWD-strukturer. Men det er ikke længere muligt at skelne om kornene tidligere i deformationshistorien har været af LWD eller HWD-typen.

Ved 87% reduktion er udviklingen af en lamelstruktur som først blev beskrevet af Hu (1969) meget fremtrædende (Figur 5.2.15). Lamelbåndene bølgler lidt frem og tilbage og der er lommer af den tidligere struktur (Figur 5.2.16). Observationerne falder fint i tråd med undersøgelserne foretaget af Hughes og Hansen (1993) på 90% valset nikkel.



Figur 5.2.15 (Cu IVa) Valsereduktion 87%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil).Lamelstruktur næsten parallel med valseretningen.

## HWD-strukturer i valset kobber



Figur 5.2.16 (Cu IVa) Valsereduktion 87%, længdeplanet (valseretning indikeret med pil). Rester af en gammel struktur i billedets venstre side og en lamelstruktur i højre side.



## 6. SEM observationer af valset kobbers OD-mikrostruktur

Incitamentet til at bruge SEM (og dermed channeling kontrast /tilbagespredte elektroner) kommer fra det faktum at det er meget lettere at opnå statistisk pålidelige resultater. Da vi med SEM observerer overflader er det muligt at betragte mange korn fra et sammenhængende areal hvilket betyder at alle observationer kan foretages på den samme prøve. TEM-tyndfilm teknikken kræver på grund af de små arealer anvendelsen af mange prøver. Usikkerheden i orienteringer og retninger bliver derfor generelt større ved TEM. De store arealer, det er muligt at observere i SEM, får endnu større betydning, når man undersøger grovkornet kobber (kornstørrelse 1 mm), idet der her er variationer på en længdeskala der er meget svær at observere i TEM. I øvrigt kan SEM også bruges til at "kigge om hjørner" som det er illustreret i kapitel 10 og dermed undersøge den tredimensionale struktur af HWD direkte. Dette kapitel er dog primært en dokumentation af de undersøgelser, der foretages i kapitel 9.

Se i øvrigt Zauter *et al.* (1992) for en generel indføring i brugen af *channeling* kontrast til undersøgelse af forskellige mikrostrukturer.

### 6.1 SEM og TEM

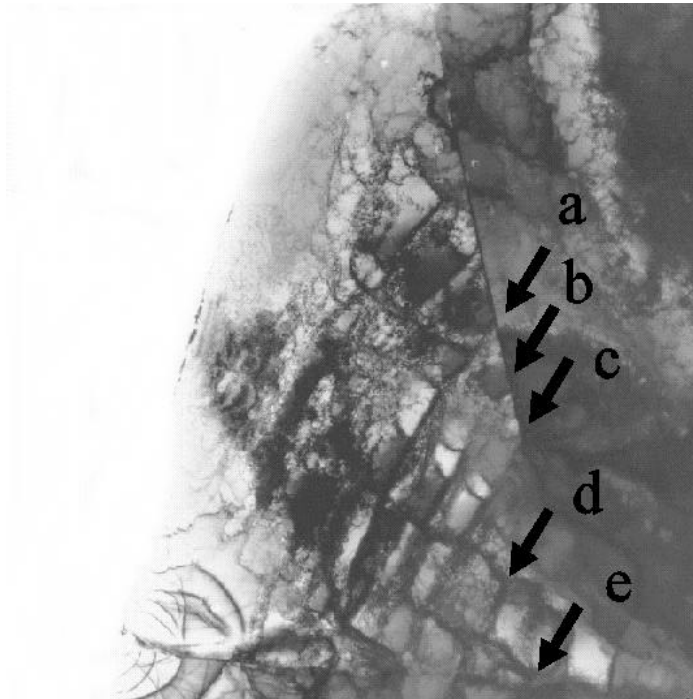
Imidlertid kræver SEM-observationer af OD-mikrostrukturer (i valset kobber) korresponderende TEM-observationer hvis man skal fortolke billederne. I løbet af dette projekt har vi forsøgt at sammenligne de samme OD-mikrostrukturer (og dermed de samme korn) både i SEM og TEM<sup>10</sup>. Eksperimenterne viser at det er muligt (navnlig ved de lave deformationer) at identificere de samme dislokationsvægge i SEM og i TEM som det ses af billederne næste side (Figur 6.1.1 og Figur 6.1.2). Det er ligeledes i SEM muligt at se andengenerations-mikrobånd

Generelt gælder det, at ved højere tøjninger er det sværere at korrelere karakteristika direkte. Selvfølgelig vil korngrænser og tvillingegrænser optræde selv ved ret høje valse reduktioner, men i SEM vil man i stigende grad kun se de misorienteringer som den underliggende struktur forårsager, hvorimod man i TEM stadig vil se de enkelte dislokationsvægge. Falk *et al.* (1995) har lavet tilsvarende undersøgelser i aluminium.

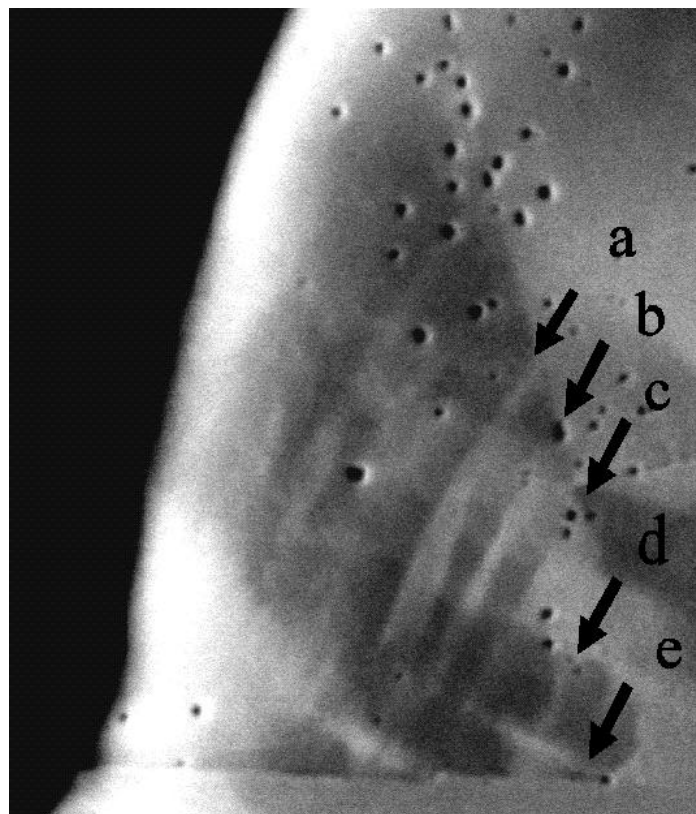
---

<sup>10</sup> Det store problem man står overfor når man vil observere SEM og TEM på en og samme prøve er at en TEM folie skal være temmelig tyk for at man kan se noget i SEM.

SEM observationer af valset kobbers OD-mikrostruktur



Figur 6.1.1. Kobber valset 11%, set i længdeplanet (TEM)  
Skal sammenlignes med nedenstående billede. Pilene indikerer de  
korresponderende strukturer i SEM-billedet.

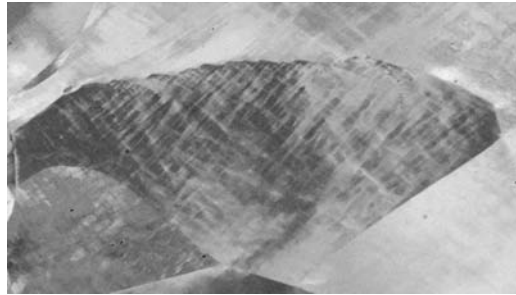


Figur 6.1.2. Kobber valset 11%, set i længdeplanet (SEM)  
Skal sammenlignes med ovenstående billede. Pilene indikerer de  
korresponderende strukturer i TEM-billedet.

## 6.2 Finkornet kobber

### Observationer af Cu valset 6% og 11%

Som der er beskrevet i kap 3 består kobbers mikrostruktur ved 6% og 11% s reduktion af to typer korn LWD og HWD (se Figur 3.2.1.). Da der forekommer få eller ingen MB2'er ved disse reduktioner er det forholdsvis nemt at skelne de to korntyper. Ved 6-11% valsning optræder HWD som en **trådstruktur** på en baggrund –se Figur 6.2.1



Figur 6.2.1. Den typiske "trådstruktur" som den ses i HWD-korn ved lave deformationer set i længdeplanet. Valseretning horisontal.

LWD korn har ingen struktur eller kun meget lidt struktur. Man kan af og til se nogle enkelte spredte dislokationsvægge, mens cellevæggene er ikke massive nok til at give kontrast.

Imidlertid er der ret store forskelle på kontrasten af de enkelte HWD korn, som de optræder i et SEM backscattering billede. Den begrænsede mulighed for tiltning og teknikken som helhed betyder at der ikke er megen forbedring at hente når først kontrastforholdene i øvrigt er optimerede<sup>11</sup>. Så derfor er det interessant at betragte typiske variationer i kontrasten og hvad der eventuelt kan gøres ved billedbehandling. Som et eksempel på kontrastvariationer er valgt et oversigts billede af finkornet Cu valset 11% (Figur 6.2.2.A). Det skal i øvrigt bemærkes at der på mange af SEM billederne er angivet en forstørrelse. Efter indsættelse af billederne i dette dokument passer denne forstørrelse naturligvis ikke, hvorimod  $\mu$ -markeren naturligvis altid angiver det korrekte forstørrelsesforhold.

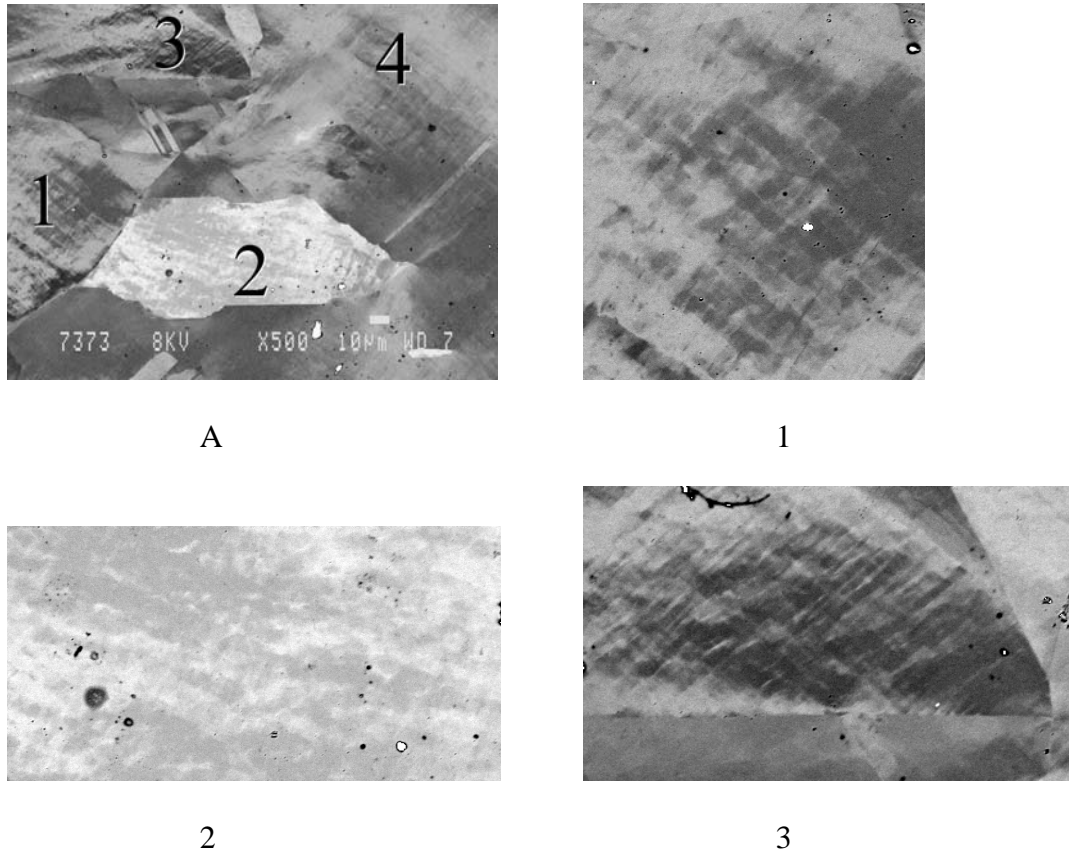
Korn 1 (Figur 6.2.2.1) er et HWD korn med god kontrast, fordi det som det ses er to klare sæt dislokations vægge. Kontrasten varierer over kornet, så det i visse områder ikke er muligt at skelne væggene fra baggrunden, men der er en stor nok del af kornet i god kontrast til at gøre en bestemmelse af vinkler mulige. Korn 2 (Figur 6.2.2.2) er en typisk repræsentant for en væsentlig del af kornene, hvor et sæt af vægge er i god kontrast og det andet sæt er i svag kontrast. Korn 3 (Figur 6.2.2.3) repræsenterer en type korn der er forholdsvis sjælden : Et LWD korn med mange mere eller mindre tilfældigt orienterede dislokationsvægge hvilket resulterer i en "ulden" kontrast.

Oversigtsbilledet (Figur 6.2.2.A) plus de tre delbilleder viser i øvrigt fordelingen ved at arbejde ved de lave valsereduktioner (6-11%). Man kan tage oversigtsbilleder og

<sup>11</sup> For at opnå den bedst mulige kontrast er det nødvendigt at have en arbejds afstand på 5-7mm. Derfor er tiltning en mulig kilde til problemer når man skal tage mange billeder (70-100 pr. session) fordi man let kommer til at overskride de tilladte tiltvinkler og dermed løber en risiko for at beskadige backscatterdetektoren. Dette betyder at langt de fleste observation er foretaget uden tiltning som en sikkerhedsforanstaltning.

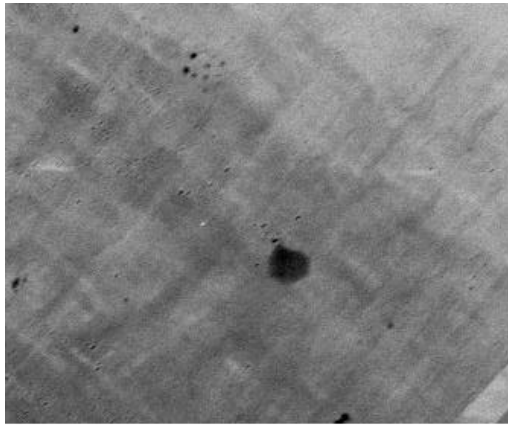
forstørre de enkelte korn op, hvorved ens arbejde med at bestemme orienteringer af dislokationsvægge bliver væsentlig lettere. Dette gælder dog ikke for tøjninger over 20%. Dannelsen af korn med mere end et sæt af MB2'er betyder at hvert korn må undersøges ved høje forstørrelse, for at kunne sikre en korrekt identifikation.

Korn 4 (kun repræsenteret på Figur 6.2.2.A) er et eksempel på et korn med generelt svag kontrast. Korn nr. 4 er derfor valgt som et eksempel på et korn hvor kontrasten kan optimeres via billedbehandling.

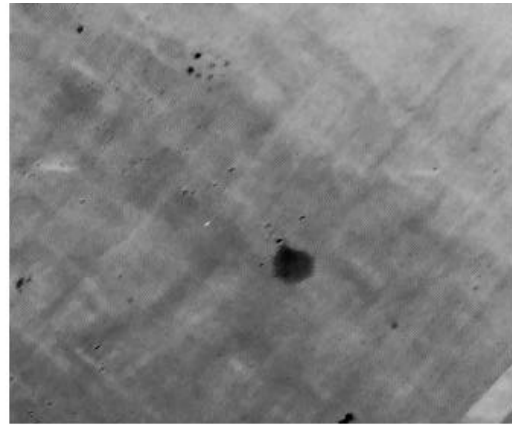


Figur 6.2.2 Cu valset 11%. (Længdeplanet, Valseretning horisontal) A er et oversigtsbillede af forskellige korn i materialet. 1, 2 og 3 er forskellige korn i billedet, der er forstørret op.

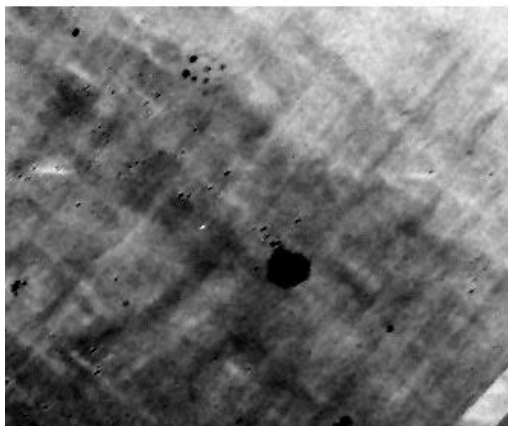
I Figur 6.2.3 er vist et eksempel på hvorledes man kan processere billedet og dermed fremhæve dislokationsvæggene. Billedet Figur 6.2.3.a viser det uprocesserede billede. Figur 6.2.3.b viser hvorledes man kan fjerne støj fra billedet ved at midle over flere pixels i billedet. I Figur 6.2.3.c er kontrasten af billedet forøget ved at strække gråtoneskalaen. Dette har imidlertid den konsekvens at dele af billedinformationen forsvinder i de mørke områder. Dette fænomen kan undgås hvis man fratrækker en langsomt varierende baggrund fra billedet og så derefter strækker gråtoneskalaen. Resultatet er vist i Figur 6.2.3.d. Det skal understreges at disse billeder er fremkommet ved en *ad hoc* procedure hvor forfatteren har arbejdet med forhåndenværende billedbehandlingsprogrammer. Der er ingen tvivl om at der er introduceret artefakter i billedet og derfor skal man være påpasselig når man fortolker sådanne billeder. På den anden side er der ingen tvivl om at man får understreget vægstrukturen.



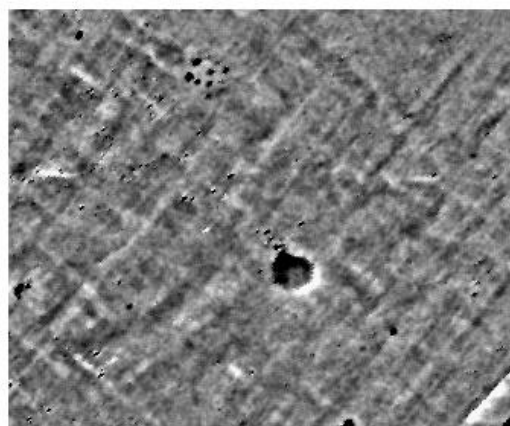
a: Som set på skærmen



b: Fjernet støj ved midling



c: b med strakt histogram

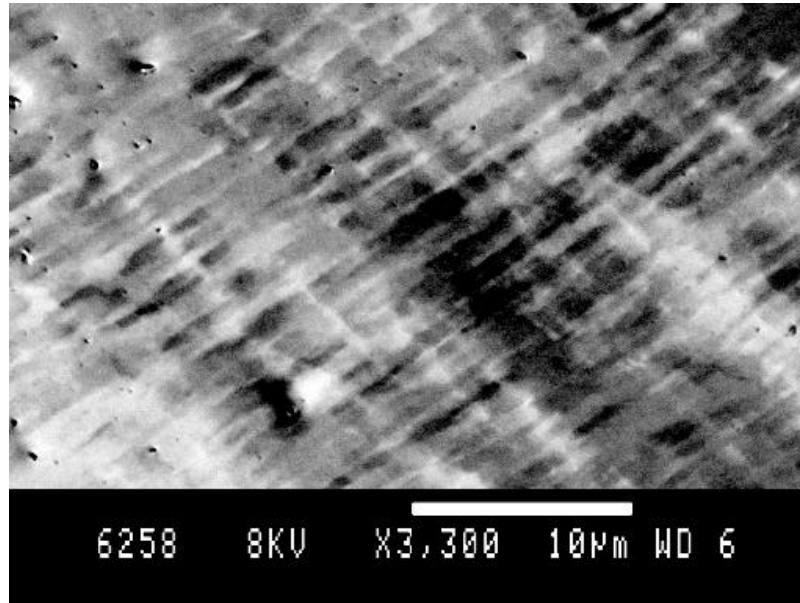


d: b med fratrukket baggrund og strakt histogram

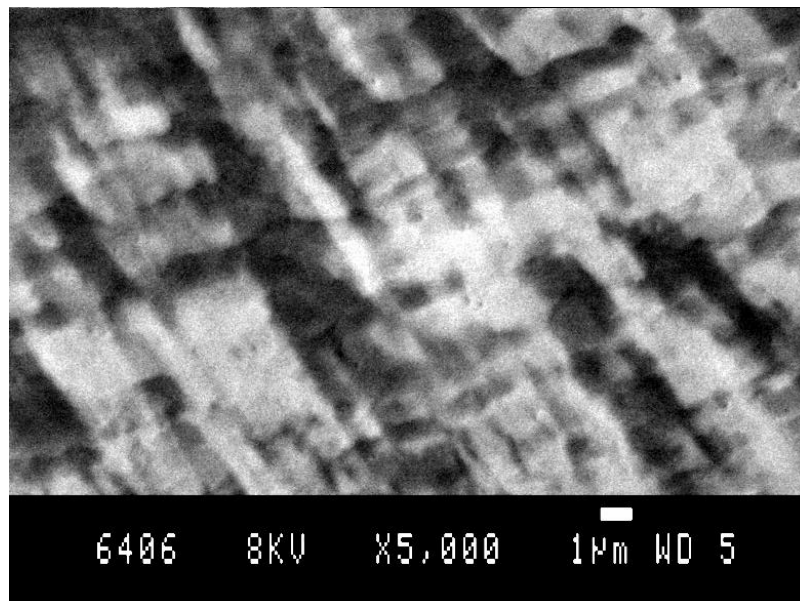
Figur 6.2.3. Billede a er udgangspunktet. Via forskellige (primitive) billedbehandlingsmetoder ender man med billede d.

### Ændringer i kontrast som følge af øget tøjning

Ved små tøjninger fra 6% op til 30% ses HWD-strukturen som et mere eller mindre finmasket net. Det er muligt direkte at se de enkelte dislokationvægge som illustreret i Figur 6.2.1 Når tøjningsgraden øges bliver firkanterne i HWD strukturen mindre og samtidig bliver misorienteringen mellem de forskellige områder større. Dette betyder at man ikke længere kan skelne de enkelte vægge så der i stedet er tale om en kontrastforskel mellem områder. Ændringen af kontrast foregår glidende og ikke med samme hast i alle korn, hvilket illustreres af Figur 6.2.4 og Figur 6.2.5 som er korn fra samme valsedede materiale (30% reduktion).



Figur 6.2.4 Kobber valset 30%, set i længdeplanet. Valseretningen er parallel med billedets underkant. Bemærk at væggene stadig kan ses som individuelle vægge.



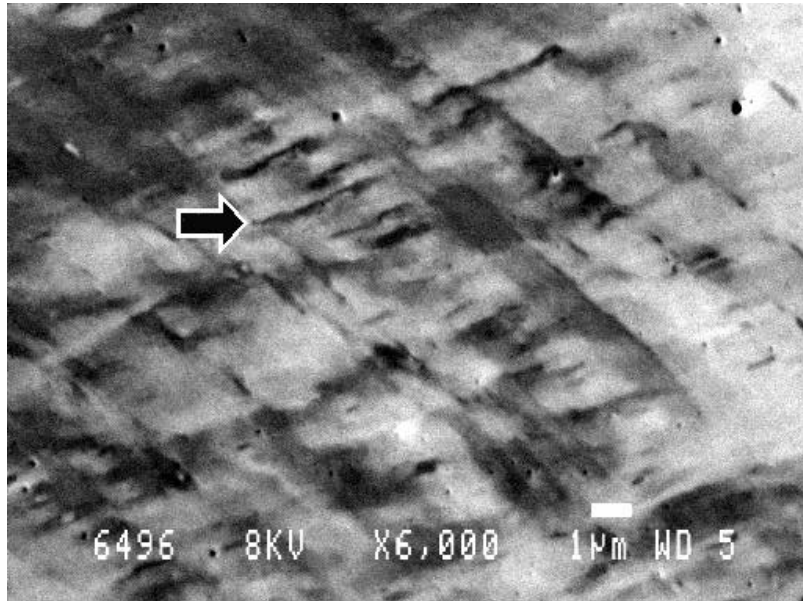
Figur 6.2.5. Kobber valset 30%, set i længdeplanet. Valseretningen er parallel med billedets underkant. I dette korn er væggene ophørt med at optræde som individuelle vægge og HWD-strukturen ses kun gennem de orienteringsforskelle, der opstår i materialet.

### Resultater for Cu valset 40%

Det første billede (Figur 6.2.6) er prototypen for et LWD korn. De genkendes ved at MB2'erne fremstår som enkelte bånd (markeret ved en pil). Men generelt er det svært at ved højere deformationsgrader præcist at udpege LWD-korn. Derfor har proceduren

## SEM observationer af valset kobbers OD-mikrostruktur

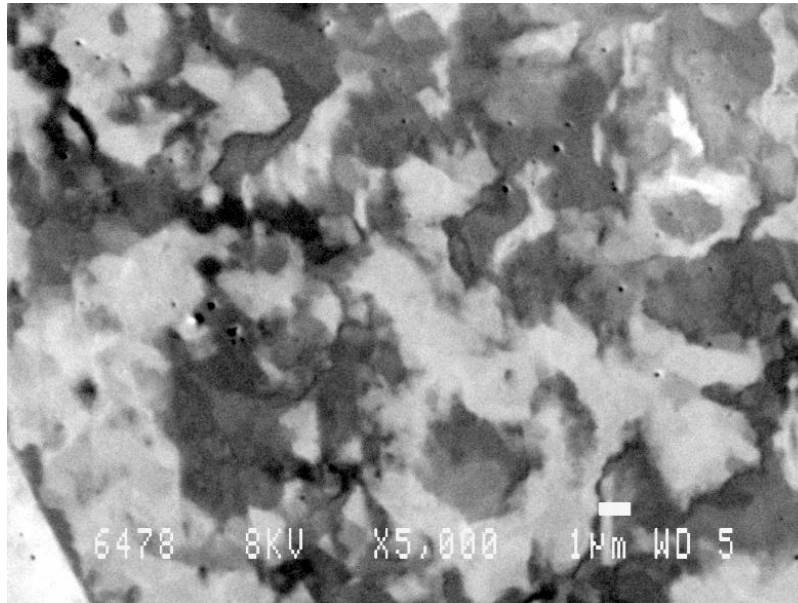
ved målinger af dislokationsvæggenes orientering til valseretningen været *kun* at vælge de korn som med *sikkerhed* kunne identificeres som HWD korn.



Figur 6.2.6 Kobber valset 40%, længdeplanet. Valseretningen er parallel med billedets underkant. Andengenerations mikrobånd markeret med pil.

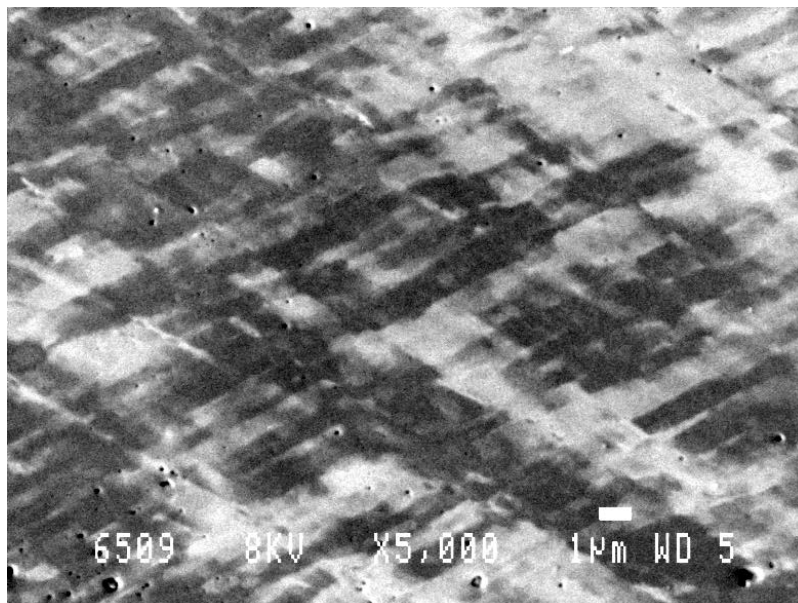
Dette forhold har, som det kan ses andet steds i denne rapport, ført til at vi har lavet en parallel undersøgelse af dislokationsvæggenes orientering i TEM af 48% reduktion.

Billedet på Figur 6.2.7 er medtaget fordi det er smukt: Vi ved ikke hvad den underliggende struktur er – men erfaringer fra sammenligning af SEM og TEM-mikroskopi får mig til at gætte på at det er en HWD-struktur der er drejet 20-30 grader væk fra en position der giver en god kontrast i TEM. Problemet når man prøver at sammenligne SEM og TEM observationer ved højere deformationer er derfor på smukkeste vis indeholdt i dette billede. SEM teknikken ser som tidligere sagt kun den kontrast der er skabt af misorienteringerne af den underliggende struktur. Det skal dog understreges at Figur 6.2.7 er ekstrem i den henseende.



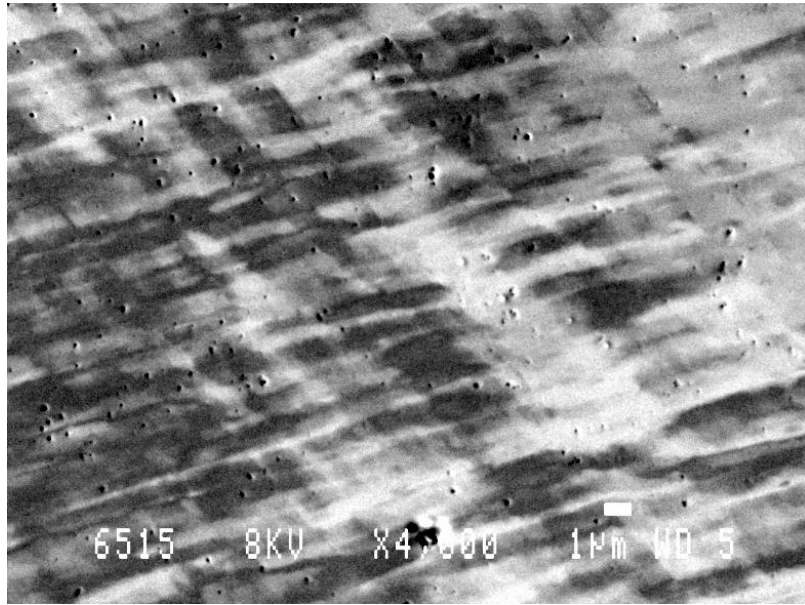
Figur 6.2.7 Kobber valset 40%, længdeplanet. Valsretningen er parallel med billedets underkant. Mærkeligt billede som sandsynligvis opstår fordi strukturen er vippet (se teksten).

Figur 6.2.8 er et ideal billede af en HWD-mikrostruktur ved 40% valsning med to klare båndsystemer, der gennemløber hele billedet. Kontrasten dannes ved et mix af direkte observerbare dislokationsvægge og forskelle af orienteringer mellem forskellige områder. Figur 6.2.9 er ligeledes et godt billede, men det viser samtidigt tydeligt den store forskel der kan være på de to båndsystemer.



Figur 6.2.8 Kobber valset 40%, længdeplanet. Valsretningen er parallel med billedets underkant. Tæt på det ideale billede af en HWD-struktur ved middel tøjning.

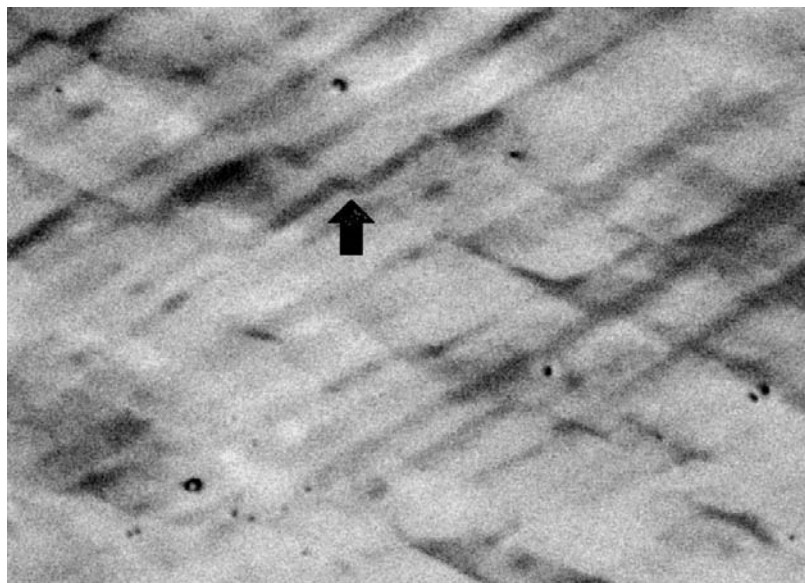




Figur 6.2.9. Kobber valset 40%, længdeplanet. Valseretningen er parallel med billedets underkant. Dette billede er tæt på den eksperimentelle virkelighed.

Figur 6.2.9 er betydeligt nærmere den eksperimentelle virkelighed ved høje deformationer, hvor der er et sæt af dominerende bånd og et svagt sæt, hvilket betyder at eksperimentatoren tit må overveje hvorvidt det giver mening at måle en (middel) orientering af det svage sæt af dislokationsvægge.

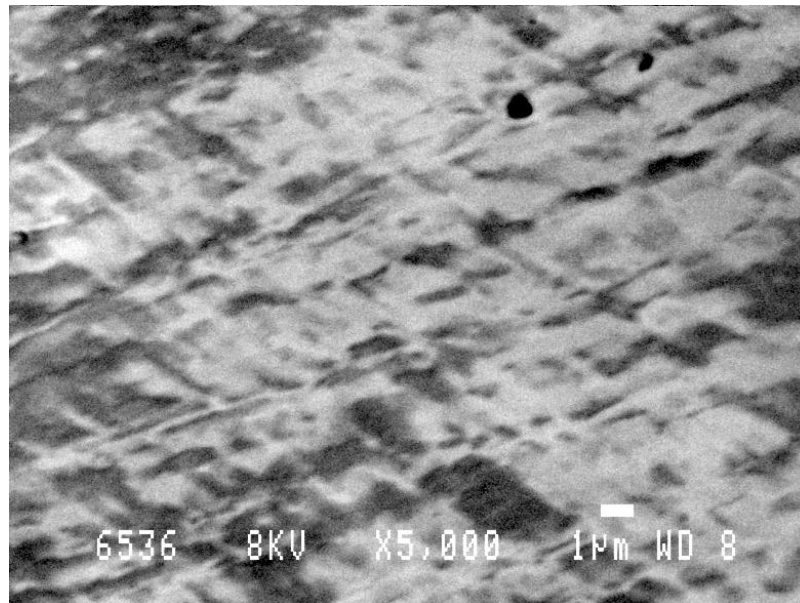
### Resultater for Cu valset 48%



Figur 6.2.10. Cu valset 48%. LWD-korn med MB2'er og medfølgende *shear*. (Indikeret ved pil) Valseretningen er parallel med billedets underkant.

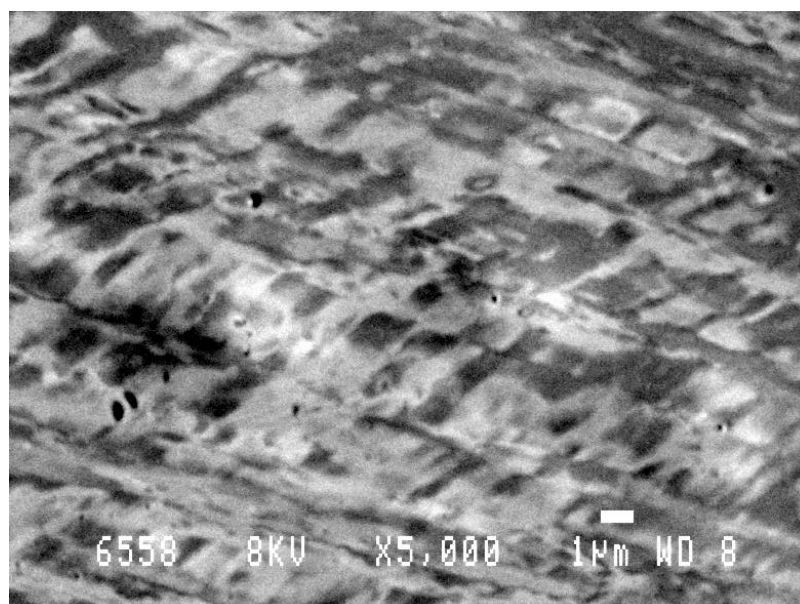
## SEM observationer af valset kobbers OD-mikrostruktur

Cu 48% er et vanskeligt materiale at observere fordi det generelt ikke længere er muligt at observere enkelte dislokationsvægge. Figur 6.2.10 viser et LWD korn med tydelige MB2'er. Det interessante er at man kan se at der er et enkelt sted hvor de to krydsende systemer af MB2'er medfører forskydninger.

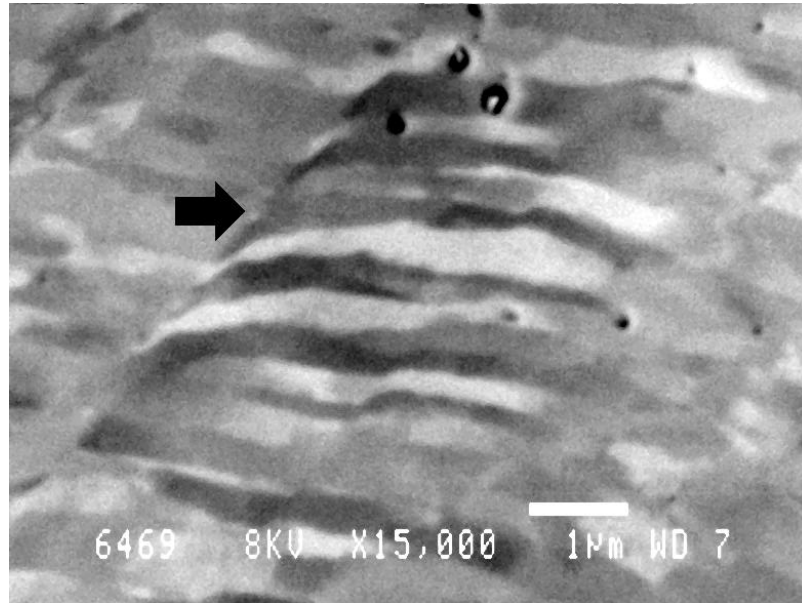


Figur 6.2.11 En typisk HWD struktur i Cu valset 48 % (længdeplanet). Bemærk tendenser til forskydninger i form af bølgede vægge.

Figur 6.2.11 er et billede af en karakteristisk HWD-struktur ved 48% reduktion hvor der ses begyndende *shear* i strukturen i form af bølgede bånd. Figur 6.2.12 er viser et andet karakteristisk træk ved HWD-strukturer ved 48% reduktion: Tendensen til at strukturen går i retning af en mere båndagtig opdeling end ved de lavere deformationer. Figur 6.2.13 viser hvorledes nogle bånd bliver underkastet forskydninger lokalt.



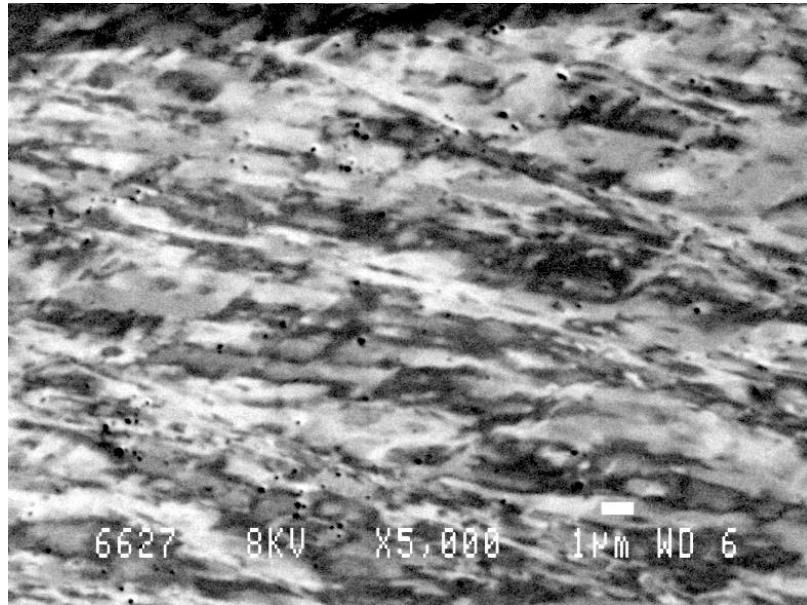
Figur 6.2.12 HWD i Cu valset 48%. Bemærk tendenser til at strukturen bliver mere båndagtig. Valseretningen er parallel med billedets underkant.



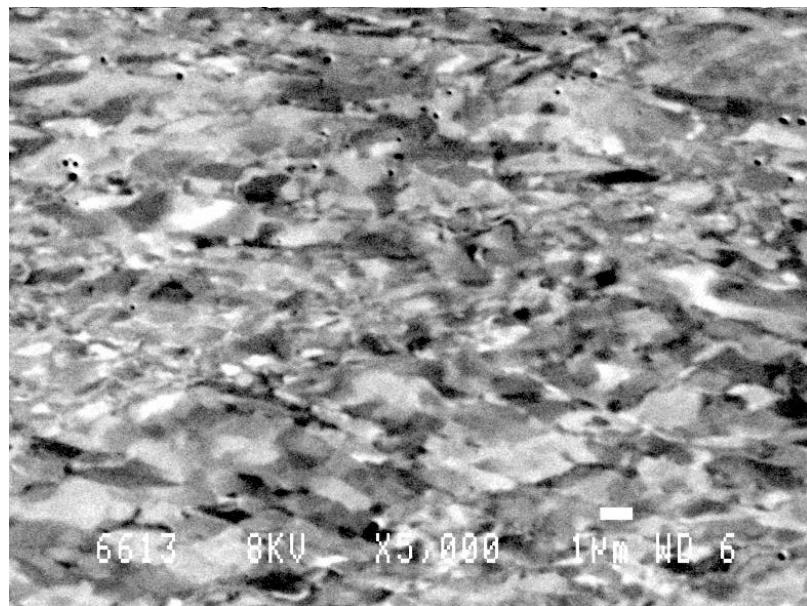
Figur 6.2.13 HWD i Cu valset 48%. Forskydninger på tværs af væggene indikeret med en pil. Valseretningen er parallel med billedets underkant.

### Resultater for Cu valset 60%

Ved 60% ophører muligheden for at skelne mellem de to strukturtyper. Dette skyldes ikke alene SEM's manglende opløsningsevne, men også at der på det tidspunkt i materialets udviklingshistorie er sket så meget, at det også i TEM er umuligt at opretholde en inddeling af kornene i LWD og HWD. Imidlertid er det stadig muligt at båndretninger i materialet som det ses i Figur 6.2.14. Man kan diskutere værdien af de i kapitel 9 foretagne målinger ved 60% fordi de to korntyper ikke længere kan adskilles. Det er imidlertid vigtigt at lægge mærke til det visuelle indtryk af 60% observationerne, hvor det ser ud som om strukturen nedbrydes. Væggene lægger sig ikke ned. (ses navnlig i Figur 6.2.15). Hvilket er i god overensstemmelse med vores båndorienteringsmålinger i kapitel 9.



Figur 6.2.14 Kobber valset 60%. Valseretningen parallel med underkanten af billedet. De forskellige retninger i kornet kan stadig ses, men det er ikke længere muligt at lave en skelnen mellem LWD og HWD korn.



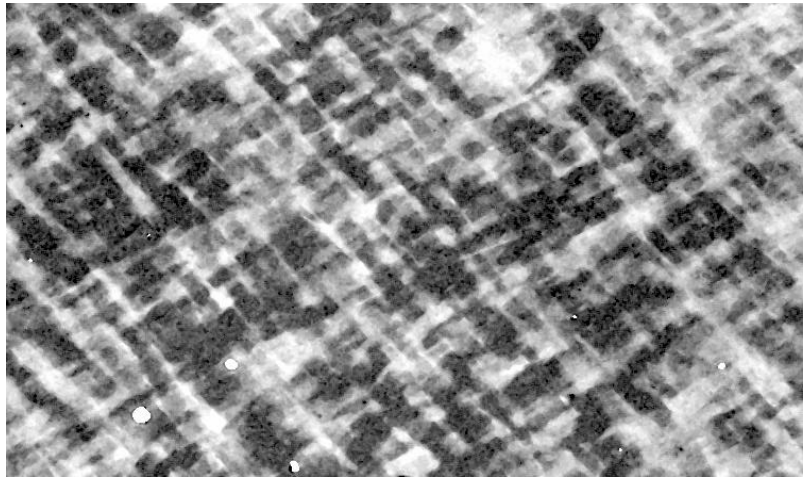
Figur 6.2.15 Kobber valset 60% Valseretningen parallel med underkanten af billedet. Dette billede indikerer at den gamle struktur opløses via *shear processer*.

### 6.3 Grovkornet kobber

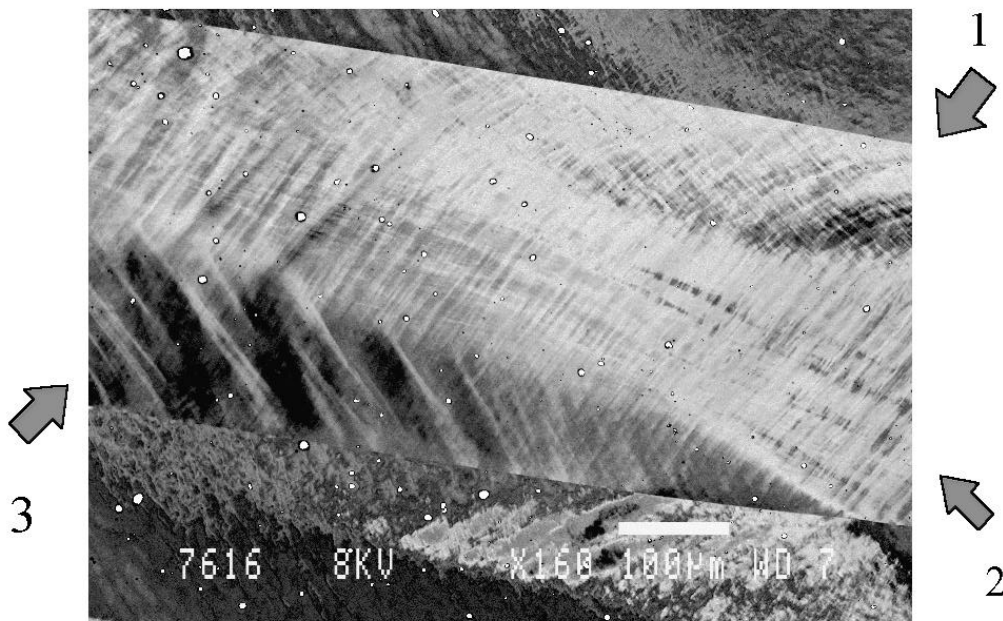
#### Resultater for Cu valset 11%

I det grovkornede materiale (kornstørrelse ca. 1 mm) kan man ved 11% valse-reduktion genfinde HWD strukturen som i det finkornede (Figur 6.3.1), men det skal understreges at grundet kornenes størrelse optræder der en lang række

dislokationsvægge der ikke er del af HWD-strukturen. (Figur 6.3.2), som formodentlig fremkommer fordi tvillingen skal tilpasse sig de omkringliggende korns deformation.



Figur 6.3.1 Cu valset 11%-længdeplanet. HWD-strukturen genfindes i det grovkornede materiale. Valseretningen er parallel med billedets underkant.



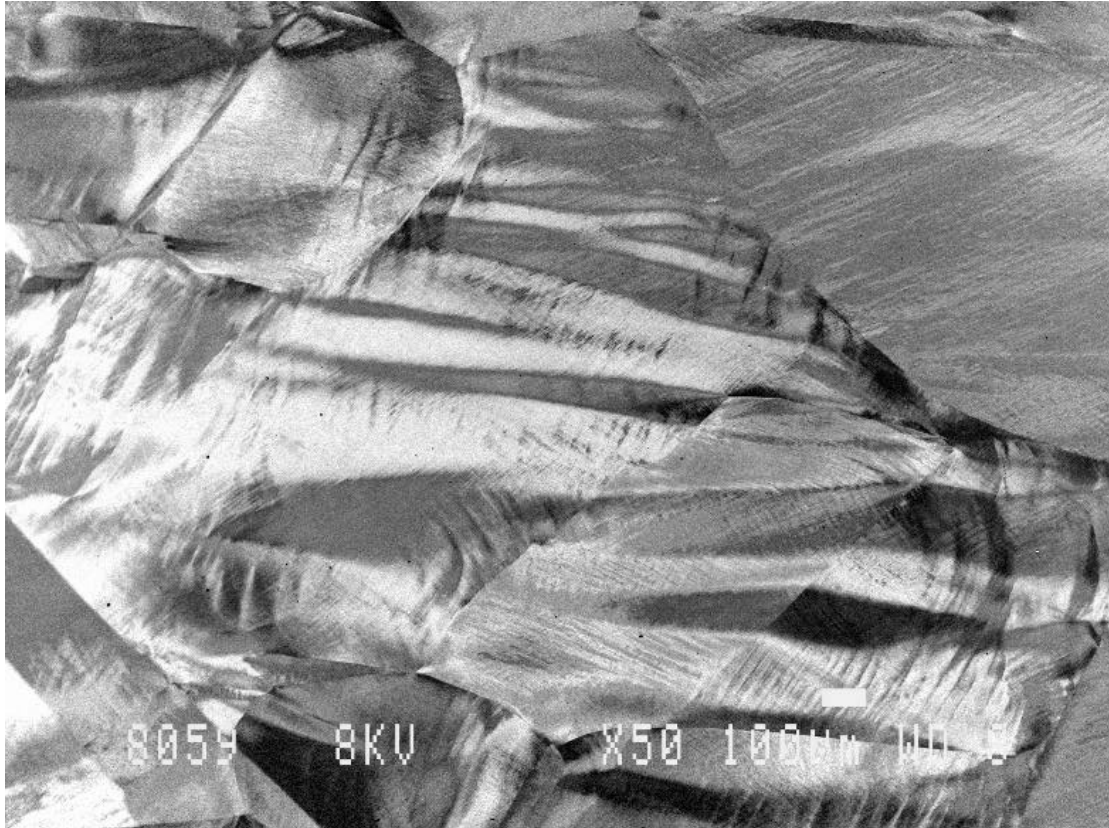
Figur 6.3.2 Grovkornet Cu valset 11%-længdeplanet<sup>12</sup>. Samtidig med HWD-strukturen optræder der andre (grovere) strukturer af dislokationsvægge. Tre forskellige områder af tvillingen er indikeret med pile. Valseretningen er parallel med billedets underkant.

Man bemærker at tvillingen på et overordnet plan kan inddeles i tre zoner, med hver deres forskellige kontrast/ orientering (de tre zoner er indikeret på billedet med tal).

<sup>12</sup> De hvide pletter på billedet er præparationsfejl og /eller støv.

Zone 3 er yderligere underinddelt af nogle grove dislokationsvægge, mens zone 1 og 2 har en mere uniform OD-mikrostruktur.

Figur 6.3.3 er et oversigtsbillede over et stort korn og dets tvillinger. Man ser hvorledes deformationsmønsteret udbredes henover tvillingegrænsen. Det ses også at de omkringliggende korn klart har indflydelse på det centrale korns opførsel. I billedets nederste højre hjørne bemærker man i øvrigt den samme tendens til inddeling på flere niveauer som på Figur 6.3.2.

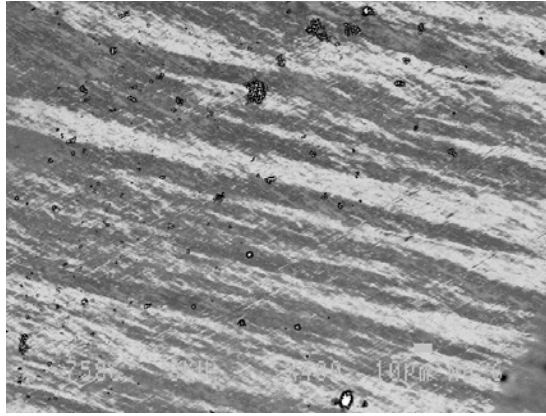


Figur 6.3.3. Grovkornet kobber valset 11%. Et korn og dets tvillinger, hvor man kan se hvorledes deformationen udbredes i bånd henover korngrænserne.

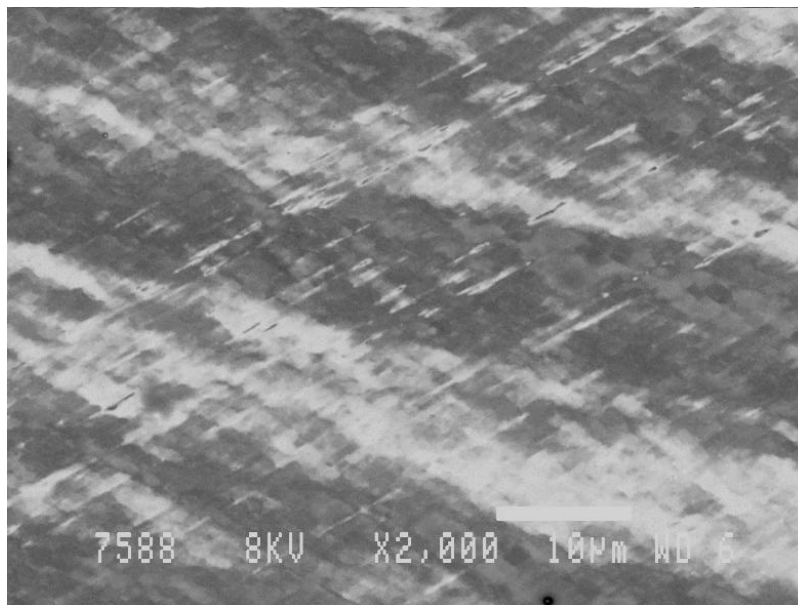
### Resultater for Cu valset 29%

I 29% grovkornet materiale er det generelt lettere at skelne LWD og HWD korn end i det finkornede materiale fordi der typisk kun er et sæt andengenerations-mikrobånd. LWD kornet på Figur 6.3.4 er interessant af flere årsager. Det er krydset af en lang række mere eller mindre regelmæssige hvide bånd. Deres ikke særlig skarpe grænser indikerer at der ikke er tale om ret store misorienteringer i forhold til det omkringliggende materiale.

## SEM observationer af valset kobbers OD-mikrostruktur

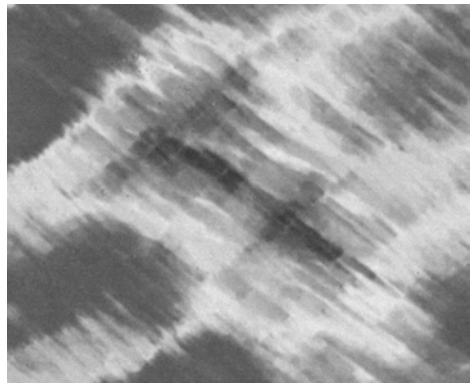
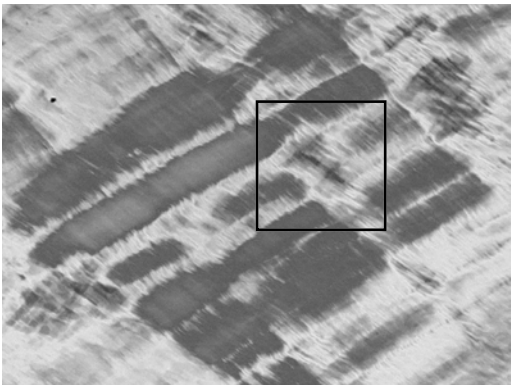
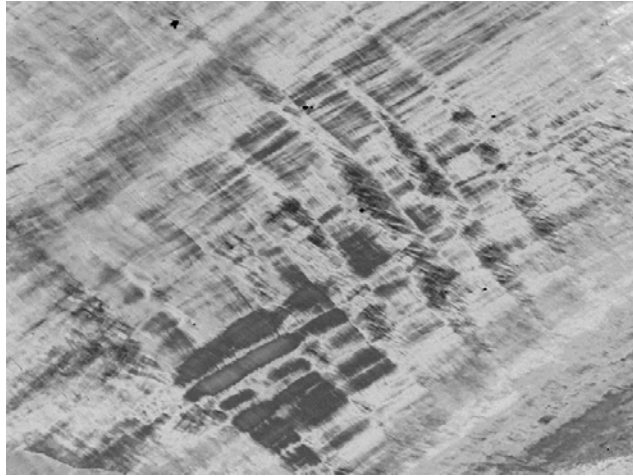
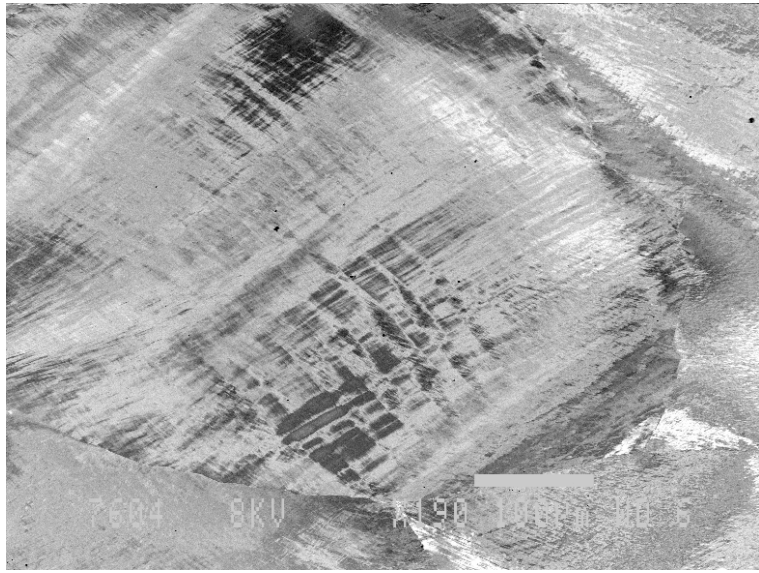


Figur 6.3.4 Cu valset 29%- længdeplanet. Diffuse bånd i et LWD-korn. Valseretningen er parallel med billedets underkant.



Figur 6.3.5 Cu valset 29%-længdeplanet. Diffuse bånd i et LWD-korn samt andengenerations mikrobånd, der optræder som stiplede linier i billedet. Dette billede er et nærbillede af kornet gengivet i ovenstående billede.

Dette er en interessant observation fordi man ved at der kan dannes lignende bånd ved små deformationer i grovkornet aluminium ved enakset træk. (Bilde-Sørensen 1986). Det er helt klart en anden type inddeling af kornet end den massive opdeling som finder sted i Figur 6.3.3, hvor store områder deformeres forskelligt. Ligeledes er det ikke skarpe dislokationsvægge som man ser dem i Figur 6.3.2. Den anden interessante observation er at MB2'erne synes at forsvinde, så man ser MB2'erne som linestykker (Figur 6.3.5). Hvorvidt dette er tilfældet i nærværende korn eller at det er kontrastvariationer kan ikke afgøres fra billedet. Ananthan *et al.* (1991b) har imidlertid rapporteret det samme fænomen i TEM så det er en observation, der fortjener at blive undersøgt nærmere.

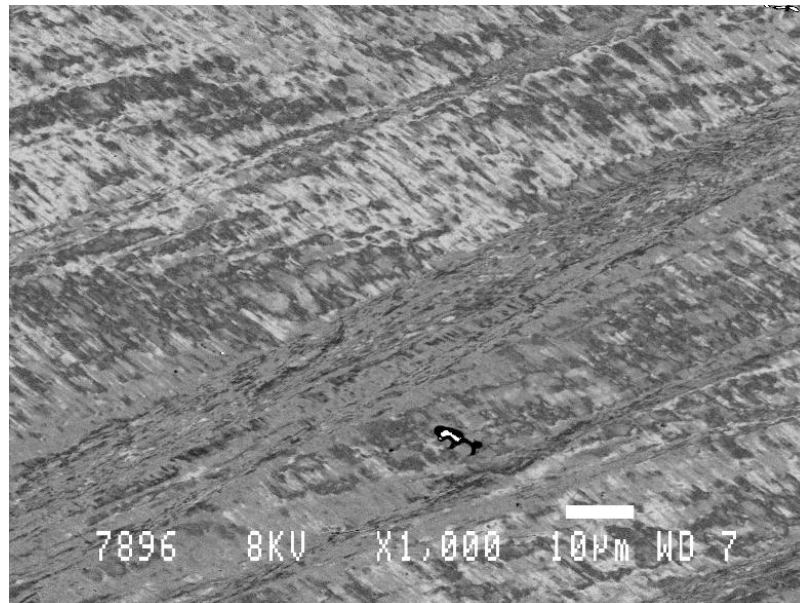




Figur 6.3.6 er en HWD-struktur, der er medtaget fordi det er et usædvanligt smukt korn, der synes at gentage strukturen på flere niveauer. Det ser ud til at denne struktur er opnået ved gentagne opsplitninger af dislokationsvægge hvilket falder fint i tråd med observationerne fra kapitel 5.1

### Resultater for Cu valset 48%

I grovkornet kobber valset 48% er det svært at skelne de to strukturtyper HWD og LWD fra hinanden selvom der stadig findes meget regelmæssige korn. Der er mange korn, der viser dannelse af noget som ligner *shear bands* se Figur 6.3.7

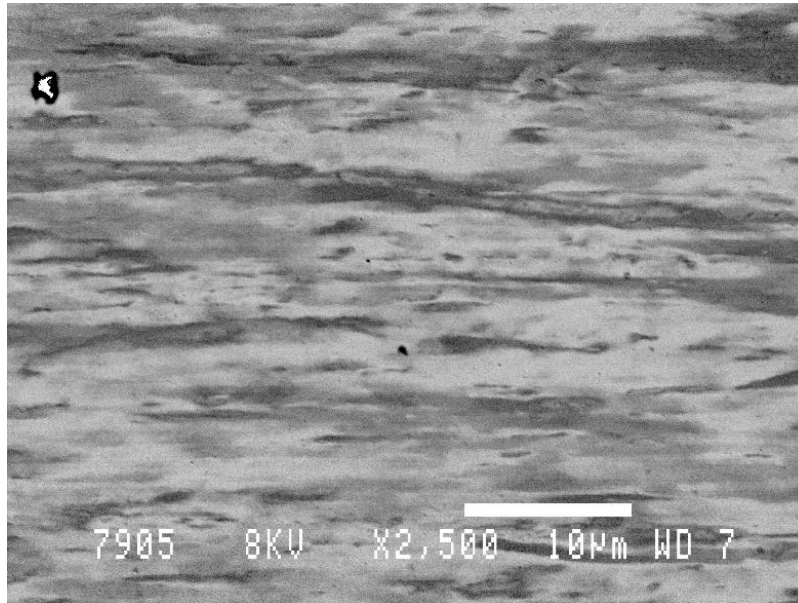


Figur 6.3.7 Cu valset 48%-længdeplanet. HWD-korn, hvor der optræder bånd, der ligner *shear bands*. Valseretningen er parallel med billedets underkant.

Figur 6.3.8 (næste side) har en mikrostruktur som ikke kunne opløses yderligere, men af billeder fremgaar det at strukturen er parallel med valse retningen. Et forslag til en underliggende struktur kunne være de i *cube*-korn observerede dislokationsvægge parallelt med valseretningen som diskuteres i kapitel 11.

Generelt er udviklingen mere kompliceret i grovkornet kobber end i finkornet kobber, hvilket viser sig ved at langt flere korn ikke kan kategoriseres som HWD-korn eller LWD-korn og dermed falder uden for kategorierne. I dette projekt er TEM observationerne på det grovkornede materiale forholdsvis sparsomme, hvilket kan forklare vores manglende evne til fortolke billederne af de enkelte korn, men det er også en konsekvens af at størrelsesvariationen på strukturer i det grovkornede materiale er så meget bredere hvilket gør det vanskeligt at relatere TEM og SEM observationer.

## SEM observationer af valset kobbers OD-mikrostruktur



Figur 6.3.8 Cu valset 48%-længdeplanet. Korn med struktur, der er parallel med valseretningen. Valseretningen er parallel med billedets underkant.

## 7. Stabilitet af SEM observationer

Det fremgår klart af det foregående kapitel at SEM ikke giver så klare og entydige informationer som TEM. Ofte kan vi kun observere ændringer i kontrasten som følge af orienteringsvariationer, mens den underliggende struktur er skjult. Små ændringer i prøvens orientering kan i lighed med TEM betyde store forandringer af kontrasten, hvilket sammen med den "skjulte" struktur gør fortolkninger besværlige.

Med henblik på at undersøge konsekvenserne af tvetydigheden indbygget i SEM observationerne udførte vi et eksperiment, som viser at kontraster og orienteringer af dislokationsvægge er relativt stabile og reproducerbare.

### 7.1 Eksperimentet

En rektangulært formet skive (6 mm X 35 mm) af grovkornet kobber valset 11% blev poleret med silicium-carbid papir og derefter elektroperet (som beskrevet i kapitel 4). Derefter blev foretaget nogle mikro-hårhedsindtryk på denne skive. Tyve korn blev undersøgt. Af hvert korn blev der taget billeder ved to forstørrelser (typisk 100X forstørrelse for et overblik over kornet og 500X forstørrelse for at se detaljer). Derefter blev vinklerne til valseretningen målt på (typisk) to sæt dislokationsvægge i hvert korn.

Skiven blev endnu en gang elektroperet og ovenstående procedure med billeder af de samme tyve korn blev gentaget. Vinklerne til valseretningen blev målt på de samme sæt af dislokationsvægge som før elektroperingen. Dybden af poleringen blev målt ud fra ændringen mikro-hårhedsindtrykkenes størrelse. Mængden af materiale der blev fjernet svarede til en dybde på  $15 \mu\text{m} \pm 5\mu\text{m}$ . Bedre kan dybden ikke bestemmes med et hårhedsindtryk, da der kan være betydelige afvigelser på størrelsen af de enkelte hårhedsindtryk efter en elektropering.

### De målte dislokationsvægge

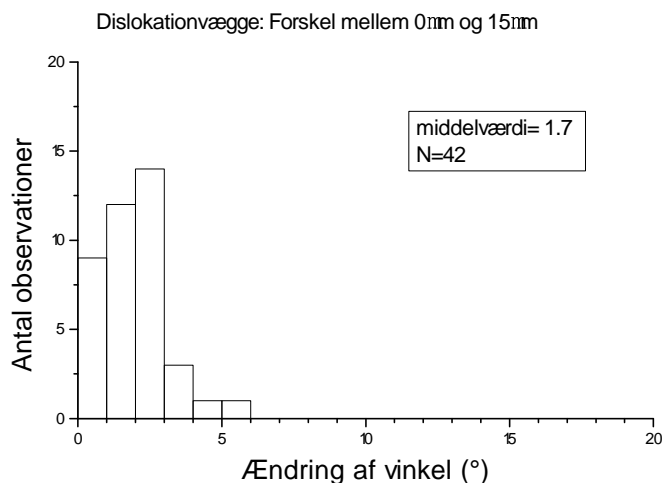
De i eksperimentet målte dislokationsvægge blev valgt ud fra to kriterier: De skulle udvise et sæt af dislokationsvægge (altså mere end 2 parallelle vægge) og afstanden imellem væggene være meget mindre end kornstørrelsen. Endvidere var kravet at udstrækningen af den OD-mikrostruktur skulle være meget større end den dybdeforskel vi betragtede. Begrundelserne herfor var tofoldig: Vi forventede at givet strukturerne havde en vis udstrækning i to dimensioner ville dette også gælde for den tredje dimension. Desuden var det naturligvis vigtigt for eksperimentet at vi kunne være sikre på at betragte den samme struktur.

### 7.2 Resultater

De kvantitative forskelle mellem 0  $\mu\text{m}$  og 15  $\mu\text{m}$ 's dybde er afbilledet i Figur 7.2.1. Der er kun afbilledet de numeriske forskelle, men tendensen er klar. For langt de fleste dislokationsvægges vedkommende er afvigelserne inden for den eksperimentelle usikkerhed. Den eksperimentelle usikkerhed består af flere bidrag, hvoraf det største er vurderingen hvor (middel) vinklen mellem et sæt af dislokationsvægge og valseretningen præcis befinder sig. Desuden er der en (systematisk men lille) fejl i den makroskopiske orientering af prøven mellem de to målinger og naturligvis en usikkerhed på en grad i den faktiske måling af vinklen. Den eksperimentelle usikkerhed er ca.  $3^\circ$ .

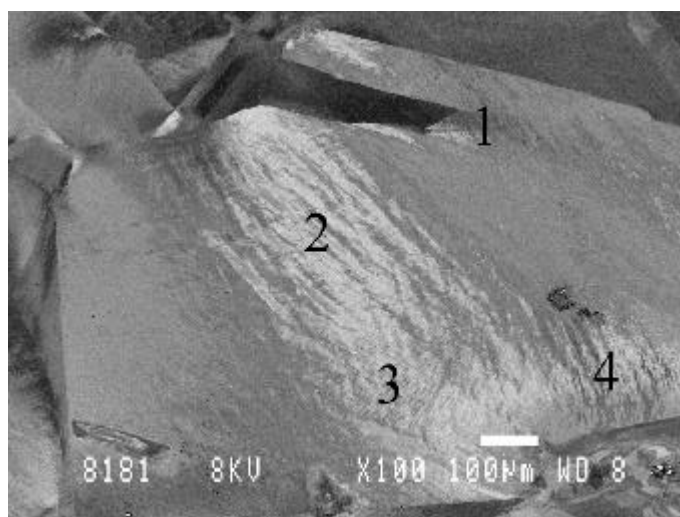
## Stabilitet af SEM observationer

De vinkler der på Figur 7.2.1 overskrider grænsen for hvad der hidrører fra eksperimentelle usikkerheder, stammer alle fra observationer hvor dislokationsvæggene er tæt på eller udgår fra korngrænser.



Figur 7.2.1. Histogram over numeriske ændringer af orienteringerne af dislokationsvæggene fra 0 til 15 µm dybde.

De kvalitative forskelle er naturligvis vanskeligere at udtrykke, men et godt eksempel på de forskelle man observerer ses på kornet der er afbildet på figurerne de to næste sider. Det første billede et korn før der er fjernet 15µm materiale og det andet billede efter. Nedenstående billede er et lille oversigtskort over de forskellige områder der refereres til på de to store billeder (Figur 7.2.3 og Figur 7.2.4).

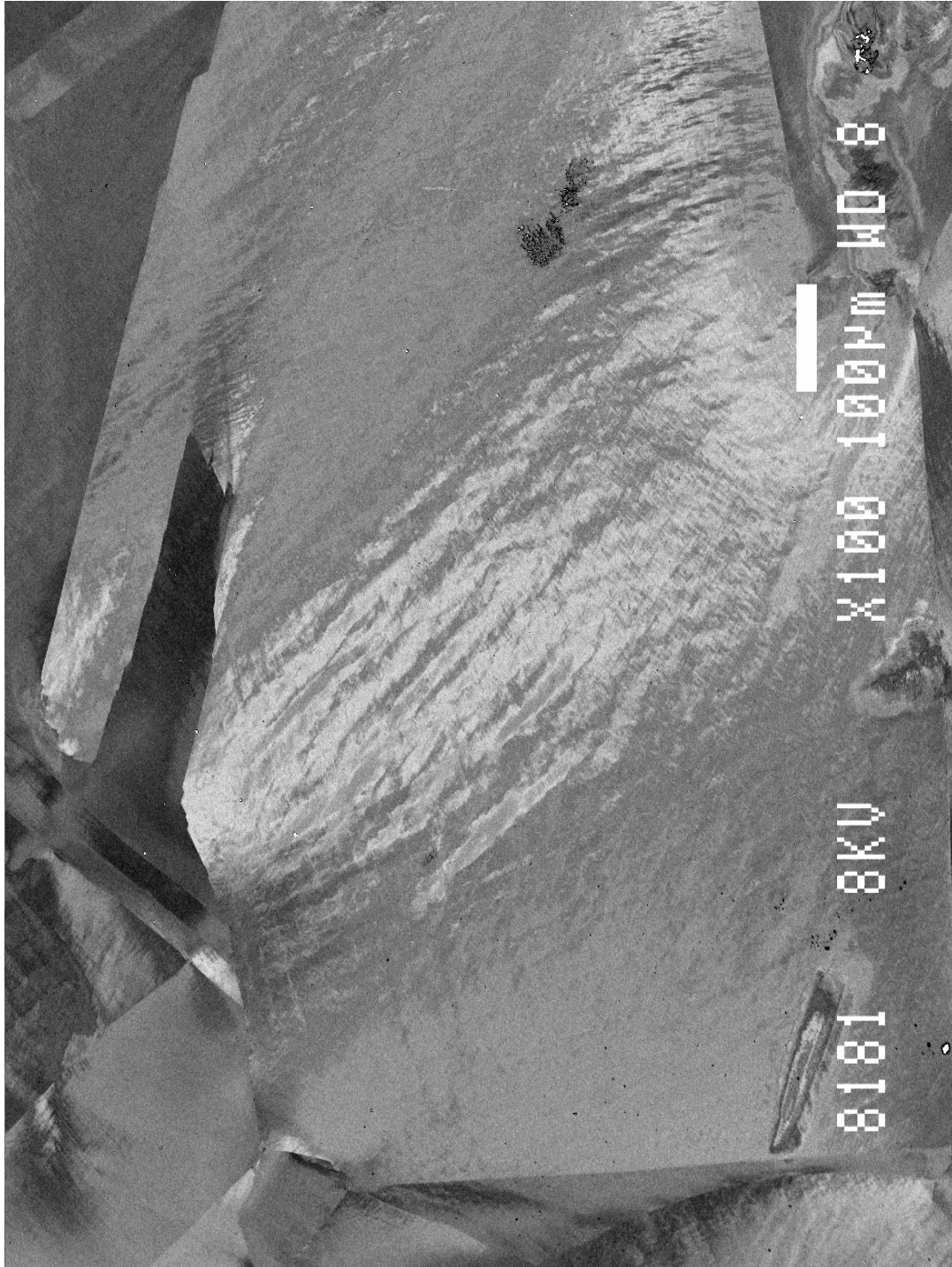


Figur 7.2.2 Oversigtsbillede over kornet som ses i Figur 7.2.3 og Figur 7.2.4

Område 1 ændrer sig meget som følge af at vi har fjernet materiale. Dels forskydes korngrænsen meget som det ses ved sammenligning af Figur 7.2.3 og Figur 7.2.4. Dels

står dislokationsvæggene meget klarere efter at vi har fjernet de 15 $\mu$ m. Imidlertid er vinklen mellem dislokationsvæggene og valseretningen uændret.

Område 2 (Figur 7.2.3 og Figur 7.2.4, oversigt Figur 7.2.2) er et område, der er meget typisk for grovkornet materiale. Variationerne i kontrasten kommer ikke direkte fra dislokationsvæggene, men fra ændringer i orienteringen af kornet mellem væggene.



Figur 7.2.3. Kornet (Vist på oversigts Figur 7.2.2) som det fremstod før fjernelsen af 15 $\mu$ m materiale. Klare karakteristika ved kornet er korngrænsen (markeret med 1 på Figur 7.2.2), og det store hvide "bånd" markeret med 2 (Figur 7.2.2)

## Stabilitet af SEM observationer

Strukturer af denne type ændrer meget kontrast selvom den generelle retning stadig er opretholdt er det svært at udpege features, der kan siges at være de samme i de to billeder. Derimod er der ikke tvivl om at strukturen som helhed – den overordnede hvide stribe henover kornet er genkendelig.

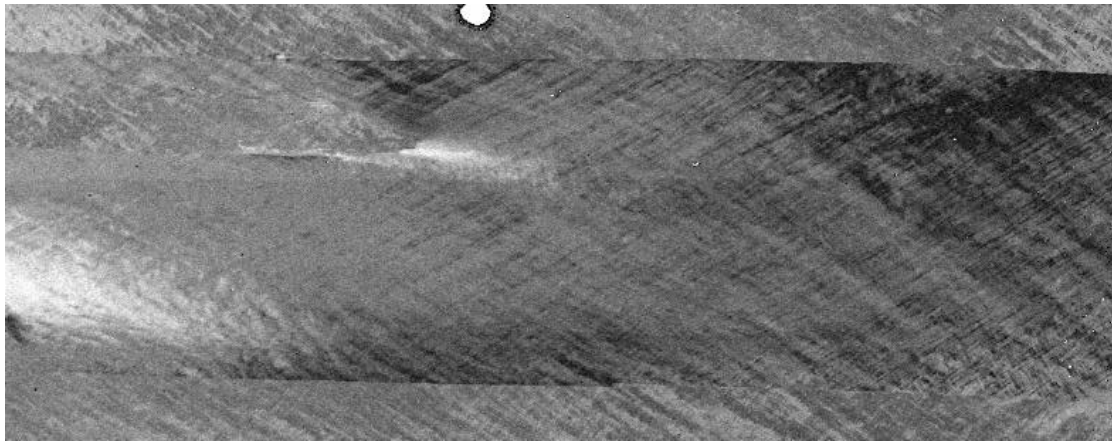


Figur 7.2.4 Kornet (Vist på oversigts Figur 7.2.2) som det fremstod efter fjernelsen af 15µm materiale. Man bemærker især den store ændring af korngrænsen (markeret med 1 på Figur 7.2.2), men at kornet i øvrigt i store træk fremstår som uændret.

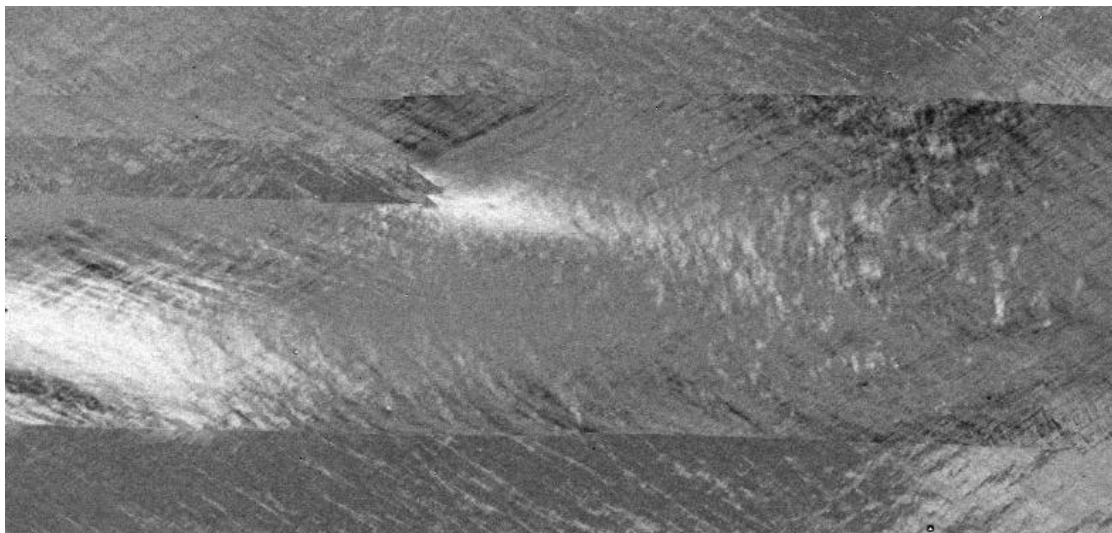
Område 3 er karakteriseret ved noget der ligner en HWD struktur på Figur 7.2.3 hvorimod man kun lige aner at der er en underliggende struktur under det hvide bælte på Figur 7.2.4

I område 4 har mikrostrukturen ikke forandret retning, men det kan på den anden side set være svært at udpege features, der præcist er de samme.

Billederne af tvillingen Figur 7.2.5 og Figur 7.2.6 er medtaget fordi den viser noget meget typisk for iagttagelserne af kontrast/struktur ændringerne ved at gå i dybden. Strukturer ,som ikke er dislokationsvægge, kan pludselig dukke frem, når man fjerner materiale. Disse løst sammenhængende “sky”-formationer dukker helt klart frem som en effekt af korngrænsen. Derimod ændres den underliggende OD-mikrostruktur ikke.



Figur 7.2.5. Sammenligning af dette billede med nedenstående billede viser hvorledes strukturer som ikke er opbygget af dislokationsvægge kan dukke op meget hurtigt.



Figur 7.2.6 Sammenligning med ovenstående billede viser (foruden opdukken af “sky”-formationerne) at dislokationsvægge i forskellige områder af kornet ændrer kontrast, men at disse strukturer i øvrigt ikke ændres.

### **7.3 Opsummering af observationerne**

Fra Figur 7.2.3/Figur 7.2.4 er det helt klart at lange dislokationsvægge dvs. lange i forhold til den dybde vi kigger i forhold til ikke, ændrer sig ret meget, dvs. at vi i i hvert fald i det volumen vi betragter kan opfatte dislokationsvæggene som stabile strukturer. Følgende ændringer kan optræde:

- Lange dislokationsvægge (i forhold til den dybde vi betragter), som er tæt på korngrænser kan ændre orientering, uden at korngrænsen ser ud til at flytte sig i forhold til de omkringliggende korn.
- Udbredte strukturer, som ikke ses gennem kontrast skabt af dislokationsvægge kan ændre sig en del over korte afstande/dybder.
- OD-mikrostrukturer, der består af korte dislokationsvægge kan ændre kontrast og generel udseende væsentlig. Strukturer, hvis kontrast ikke dannes via dislokationsvægge og er af kort udstrækning, kan dukke op og forsvinde uden videre.

Stabiliteten af SEM observationer under de i eksperimentet definerede forhold er hvad man skulle forvente. Dislokationsvægge er strukturer, som afbildes stabilt med de ovennævnte forbehold in mente, der måske skyldes ændringer i den underliggende struktur. Dette er også budskabet i Figur 7.2.1. Derimod skal en eventuel fortolkning af mere "løse" kontrastfænomener foretages med langt mere forsigtighed, fordi de er så labile.



## 8. Krystallografi og dislokationsvægge

### 8.1 Introduktion

Et af de spørgsmål som er rejst i indledningen, er hvorvidt de observerede dislokationsvægge er krystallografiske. Gil Sevillano og Torrealdea (1981,1982), som beskriver dislokationsvæggene som *double walls*, siger følgende:

*“many double walls are close to {111} planes; walls nearly parallel to other crystallographic planes –{110} and in lesser proportion, {100} –are also frequent.”*

Ananthan *et al.* 1991a finder at *“they (the walls) did not lie on any single preferred crystallographic plane.”*

Der er ingen direkte logisk modstrid i disse udsagn, men de afspejler to grundlæggende forskellige fortolkninger: Er orienteringerne af dislokationsvæggene hovedsageligt bestemt krystallografisk eller er de ikke ?

Vores synspunkt er, at det centrale spørgsmål er hvorvidt dislokationsvæggene primært er orienteret krystallografisk eller om orienteringen er bestemt af valsegeometrien. Spørgsmålet er centralt for fortolkningen af den mikromekaniske funktion af dislokationsvæggene. Orienteringer parallelle med andre krystallografiske planer end slipplanerne synes mindre sandsynlig – og mindre interessant. Vi vil derfor i dette kapitel foretage en statistisk undersøgelse af det centrale spørgsmål: Er dislokationsvæggene fortrinsvis parallelle med {111} planerne, eller har de orienteringer bestemt af valsegeometrien ?

### 8.2 Eksperimentelt

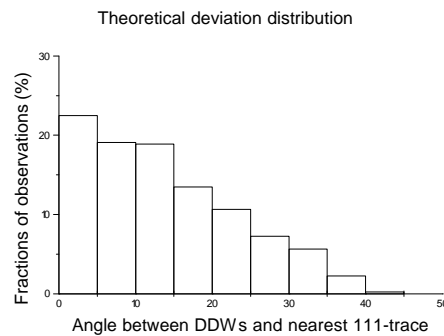
Alle målinger er foretaget på Cu valset 11%. Bestemmelsen af krystallografiske orienteringer blev foretaget ved hjælp af udstyret beskrevet i kapitel 3 og programmet udviklet af Krieger-Lassen (1995). Den makroskopiske orientering af dislokationsvæggene i længdeplanet målt i forhold til valseretningen ved 11% reduktion, er vist i kapitel 9.

### 8.3 Teoretiske overvejelser

For at kunne vurdere den eksperimentelle fordeling af afvigelsen mellem sporene af dislokationsvæggene og nærmeste {111} spor, er det nødvendigt at sammenligne med en fordeling af teoretiske afvigelser. En sådan afvigelsesfordeling kan opnås med et computerprogram, der på basis af den eksperimentelle *orientation distribution function* ODF ( målt ved neutroddiffraktion som beskrevet af Juul Jensen *et al.* 1984), beregner afvigelsen mellem sporet af dislokationsvægge orienteret  $\pm 41^\circ$  til valseretningen og sporet af nærmeste {111}-plan. Den teoretiske afvigelses fordeling er vist i Figur 8.3.1.

Vinklen på  $41^\circ$  er den gennemsnitlige eksperimentelle vinkel mellem dislokationsvæggene og valseretningen som den er målt i kapitel 9. Naturligvis er der også en vis spredning, men vi har ikke viden om nogen korrelation mellem den makroskopiske orientering af dislokationsvæggene og afvigelsen fra det nærmeste {111}-spor. Teoretisk er det derfor simplere og giver bedre mening at sammenligne med en gennem-

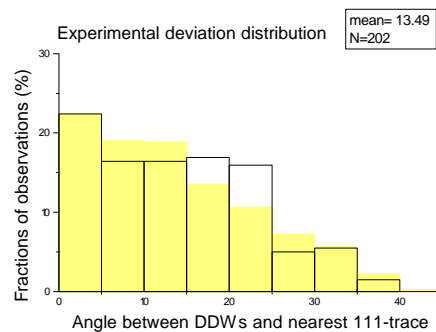
snitsværdi end med hele fordelingen af makroskopiske orienteringer af dislokationsvæggene.



Figur 8.3.1 Teoretisk fordeling af vinkler mellem dislokationsvægge orienteret  $41^\circ$  og nærmeste  $\{111\}$ -spor. Baseret på den målte tekstur af Cu valset 11%.

### 8.4 Eksperimentelle resultater

Den eksperimentelle afvigelsesfordeling mellem sporene af dislokationsvæggene og sporene af nærmeste  $\{111\}$  plan er vist i Figur 8.4.1



Figur 8.4.1 Eksperimentel fordeling af vinkler mellem dislokationsvægge og nærmeste  $\{111\}$ -spor i HWD-korn for Cu valset 11%. Den teoretiske fordeling vist i Figur 8.3.1 er indtegnet som grå skygger.

Det er oplagt fra Figur 8.4.1 at dislokationsvæggene generelt ikke er parallelle med  $\{111\}$  planerne. Hvorvidt der er en vis statistisk præference for orienteringer parallelt med  $\{111\}$  (som anført af Gil Sevillano og Torrealdea 1981) kan kun afgøres ud fra sammenligning med Figur 8.3.1, som er vist som en grå skygge i Figur 8.4.1. Det bemærkes at den teoretiske fordeling i Figur 8.4.1 ligner den eksperimentelle fordeling særdeles meget. Dette indikerer en statistisk tendens for dislokationsvæggene til at opføre sig som om de var makroskopisk orienterede.

### 8.5 Diskussion

Fra den teoretiske fordeling ses det at godt 20% af  $\{111\}$ -sporene forventes at ligge mindre end  $5^\circ$  fra  $\pm 41^\circ$ . Indikationen af, at dislokationsvæggene opfører sig som om de var makroskopisk orienterede, kan logisk set kun negeres af en korrelation mellem

orienterings afvigelserne til {111}-planerne og den præcise orientering af væggene til valseretningen. Dette er en mulighed som ikke er overvejet i den teoretiske afvigelsesfordeling. Imidlertid vil eksistensen af en sådan korrelationen ikke afgørende ændre konklusionen og frembringe en præference for vægorienteringer parallelt med {111} planerne. Spredningen i vægorienteringerne er for lille ( $7.48^\circ$ ). Det er interessant at notere sig at nærværende resultater ikke modsiger Gil Sevillano og Torrealdeas<sup>13</sup> udsagn om at mange af væggene er tæt på {111} planer. På den anden side modsiger resultaterne, at dislokationsvæggene foretrækker orienteringer tæt på sporene af {111}-planer.

Vores konklusion er at orienteringen af dislokationsvæggene er bestemt af valsegeometrien. Indrømmet vi er ikke istand til, på basis af nærværende observationer, at udelukke at væggene er parallelle med andre krystallografiske planer (f.eks. {100} og {110} som nævnt af Gil Sevillano og Torrealdea 1981). Imidlertid er det usandsynligt at en krystallografisk præference kan producere den stærke retningsbestemthed af dislokationsvæggene (med en standardafvigelse på  $7.48^\circ$ ) i et materiale med en svag krystallografisk tekstur, hvilket netop er tilfældet for det i undersøgelsen anvendte materiale.

Det er en oplagt udfordring for fremtidige undersøgelser af HWD-strukturen og den associerede mikromekanik, at finde forklaringen på den specielle orientering af dislokationsvæggene i forhold til prøvegeometrien.

---

<sup>13</sup> Gil Sevillano og Torrealdea (1981)

## 9. Makroskopiske orienteringsforhold for dislokationsvæggene

Kapitlerne 6 og 7 handlede om SEM observationer af valset kobber og de fordele og ulemper, der er forbundet med brugen af SEM til at opnå statistisk pålidelige observationer af OD-mikrostrukturer i kobber. I dette kapitel vil vi gennemgå de kvantitative resultater, der er opnået ved SEM/TEM observationer i kapitel 6, og diskutere implikationerne heraf.

Forhistorie: Bay *et al.* (1989) gjorde den kvalitative observation, at vinklen mellem dislokationsvægge<sup>14</sup> og valseretning i aluminium er ca. 45° observeret i længdeplanet, når dislokationsvæggene dannes. Det interessante ved denne vinkel mellem dislokationsvægge og valseretning er at den bibeholdes ved højere valsegrader, dvs. væggene roterer ikke, som man ville forvente ud fra simple geometriske argumenter.

### 9.1 Geometrisk rotation

Som man kan se på Figur 9.1.1 er dannelsen af HWD stort set færdig ved 11% valsereduktion. En simpel antagelse for den videre udvikling af HWD strukturen, er at den opfører sig statisk under den videre deformation hvorved strukturen undergår en geometrisk rotation<sup>15</sup>, (se Figur 9.1.2), som er baseret på en *full constraint* Taylor model. Vi antager, at der eksisterer en dislokationsvæg med vinklen  $\alpha_r$  i vores materiale, som er blevet valset  $r\%$ . Derefter beregner vi vinklen  $\alpha_R$  som vinklen mellem dislokationsvæggen og valseretningen efter at materialet er valset til reduktion  $R$  (angivet i %). Resultatet er

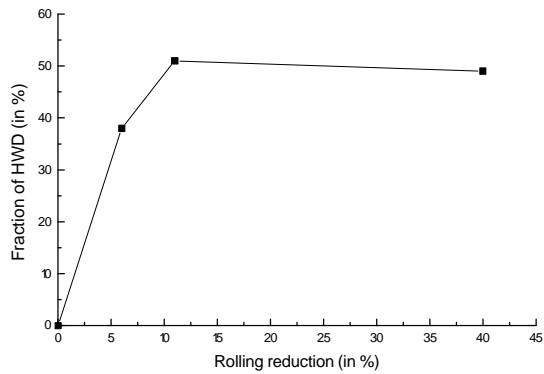
$$\alpha_R = \arctan\left(\frac{(1 - R / 100)^2 a_r}{(1 - r / 100)^2 b_r}\right) = \arctan\left(\frac{(1 - R / 100)^2}{(1 - r / 100)^2} \tan \alpha_r\right) \quad (1)$$

Med denne formel kan vi beregne den teoretiske orientering af en dislokationsvæg, der er dannet ved en reduktion  $r$  (i vores tilfælde 11%) med vinklen  $\alpha_r$  når materialet vales yderligere til reduktion  $R$ . Dermed kan vi også for en givet begyndelsesdistribution af dislokationsvægge ved 11% beregne den forventede distribution ved en yderligere deformation. Formel (1) er baseret på en *full constraint* Taylor model, dvs. den baseret på den antagelse at den lokale tøjning er lig med den globale tøjning. Dette er måske ikke helt korrekt, og derfor behøver ligningen ikke gælde for det enkelte korn. På den anden side må formlen være statistisk korrekt idet den angiver den gennemsnitlige rotation. I det følgende er formel (1) brugt til at beregne de grå (skygge)-fordelinger. Fordelingerne har muligvis ikke de rigtige standardafvigelse, men de vil have den korrekte gennemsnitlige vinkel.

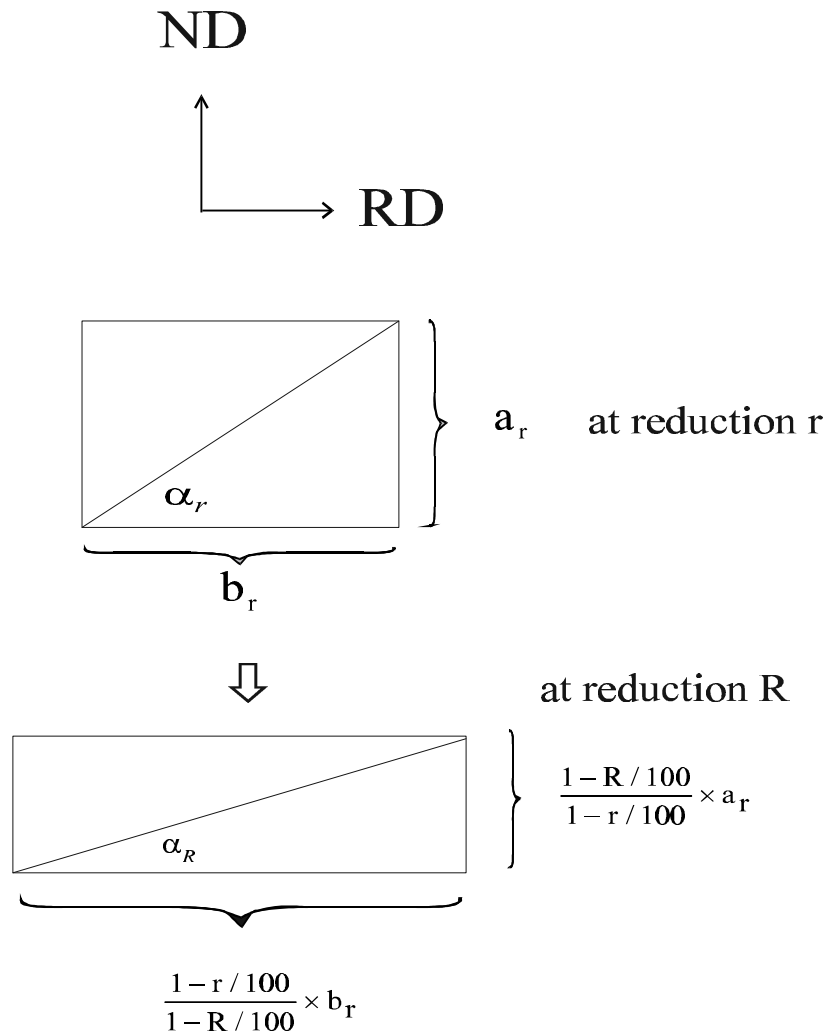
<sup>14</sup> I artiklen betegnet førstegenerations mikrobånd

<sup>15</sup> Fra kapitel 5 om dannelsen af HWD er det oplagt rent kvalitativt at dette er en for simpel antagelse i og med OD-mikrostrukturer er dynamiske af natur.

## Makroskopiske orienteringsforhold for dislokationsvæggene

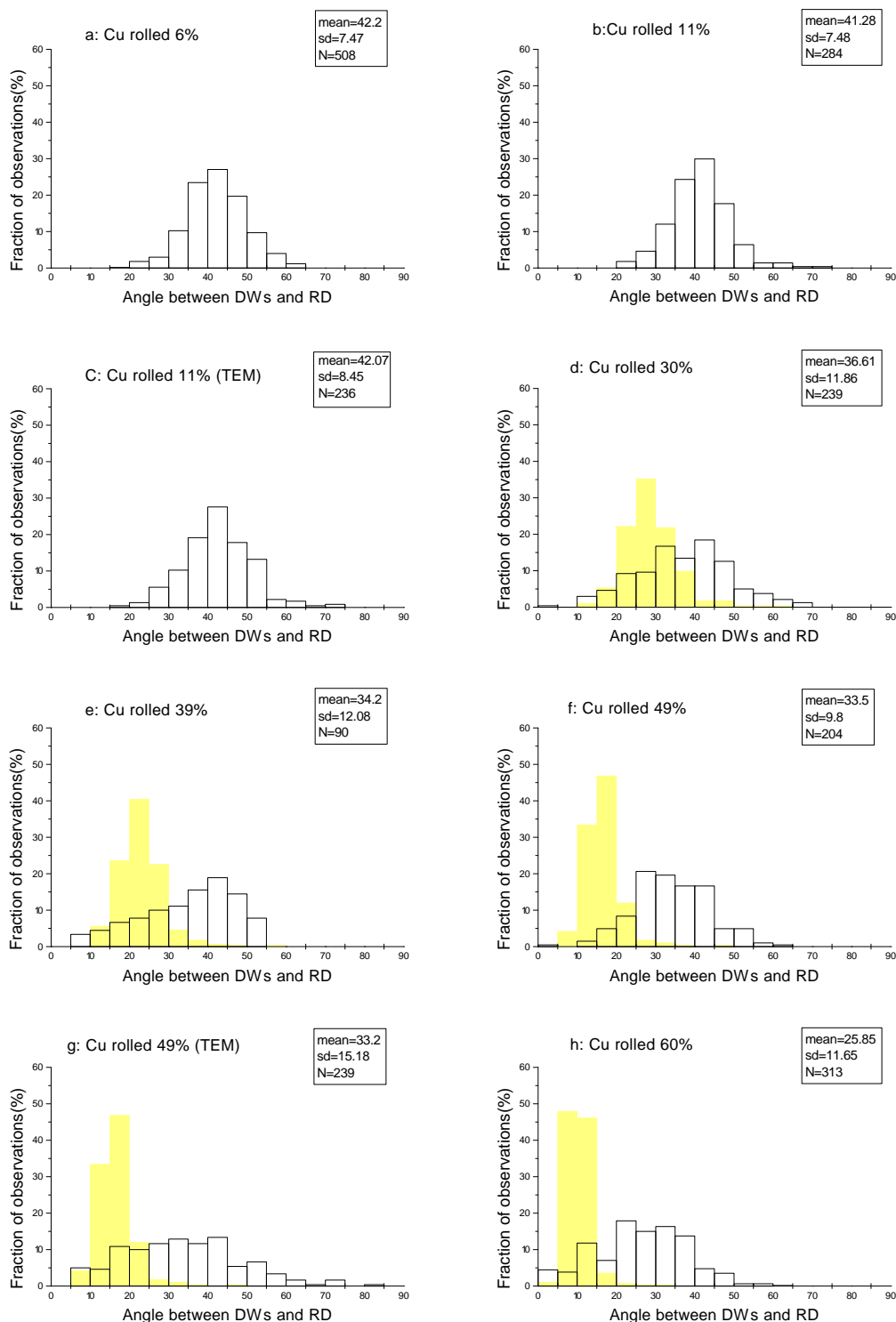


Figur 9.1.1 Indholdet af HWD-korn som funktion af valsereduktionen (i %). Man bemærker at brøkdelen af HWD-korn er nogenlunde konstant efter 11% valsereduktion.



Figur 9.1.2 Deformationen af et rektangulært korn med dimensionerne  $a_r$  og  $b_r$  valset fra  $r\%$  til  $R\%$  og den resulterende ændring i orienteringen af en dislokationsvæg set i longitudinalsnittet. Dislokationsvæggens projicerede vinkel med hensyn til valseretningen ændres fra  $\alpha_r$  til  $\alpha_R$

## 9.2 Resultater

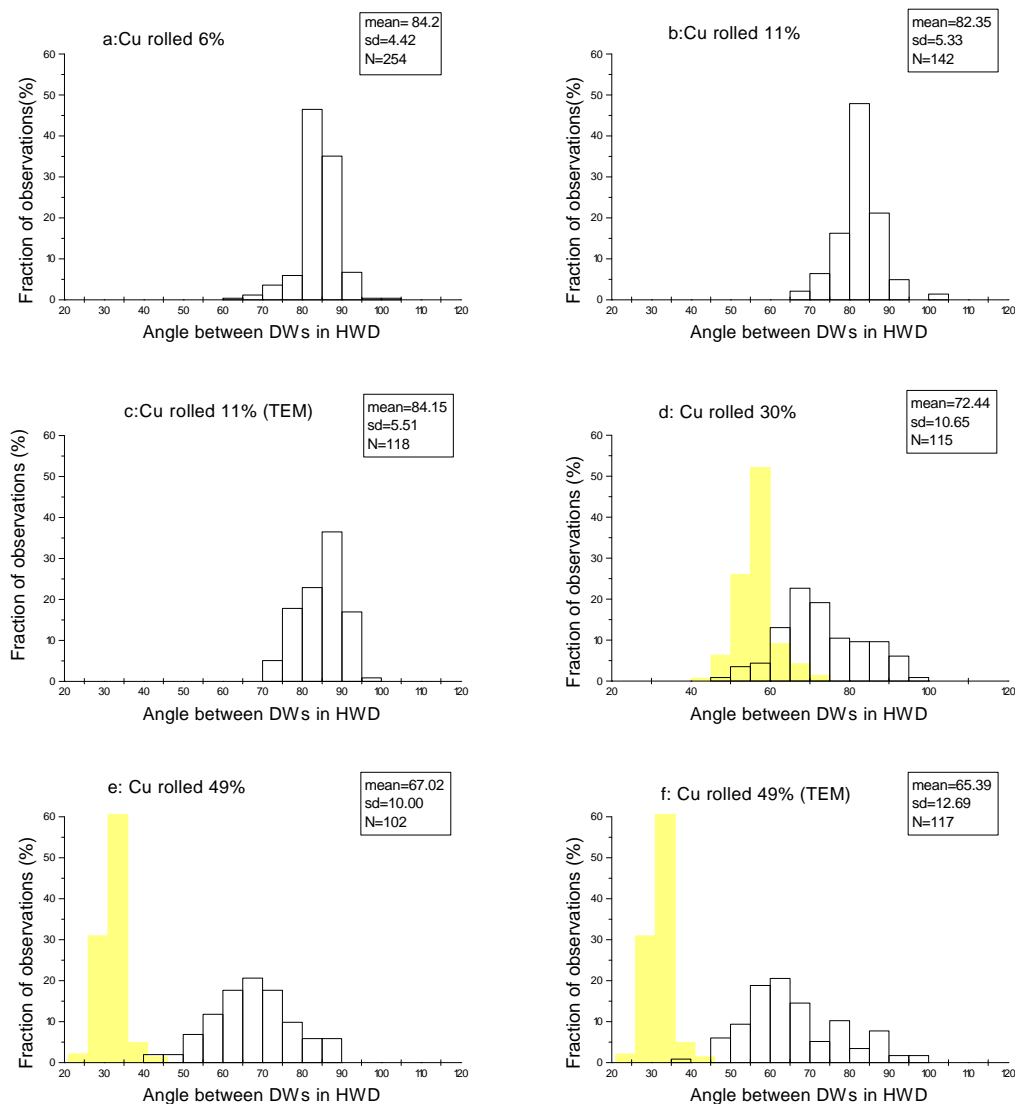


Figur 9.2.1 Fordelingen af vinkler mellem dislokationsvægge og valseretning målt med SEM for det finkornede kobber i kap. 6 (undtagen figur C som er TEM baseret). For hvert eksperiment er gennemsnitsvinklen, standardafvigelsen og antallet af observationer opgivet. De beregnede fordelinger er vist som grå “skygger”.

## Makroskopiske orienteringsforhold for dislokationsvæggene

Resultaterne for orienteringsfordelingerne ved de forskellige valsereduktioner er vist på to forskellige måder i Figur 9.2.1 og Figur 9.2.2. Begge figurer refererer til orienteringsfordelinger projiceret på længdeplanet.

Figur 9.2.1 viser orienteringsfordelingerne af dislokationsvæggene i forhold til valseretningen. SEM resultaterne i Figur 9.2.1a (6%) og Figur 9.2.1b (11%) er korrigeret for unøjagtigheder i den makroskopiske orientering af valseretningen. Dette blev gjort ved at anvende et enkelt stykke elektrolyseret materiale og kun udvælge billeder, hvor to sæt vægge kunne observeres. De målte vinkler kan så opdeles i to grupper alt efter om de danner en positiv eller negativ vinkel med valseretningen (valg af fortegn arbitrært). Antager vi at dislokationsvæggene er symmetrisk fordelt omkring RD (og tilstrækkeligt mange observationer), vil enhver forskel i middelværdi mellem de to grupper være en systematisk fejl i valseretningen.



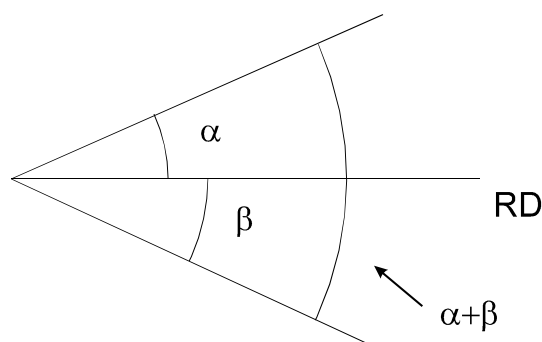
Figur 9.2.2 Fordelingen af vinkler mellem de to sæt af dislokationsvægge i HWD-korn i det finkornede kobber målt med SEM (bortset fra c). For hvert eksperiment er gennemsnitsvinklen, standardafvigelsen og antallet af observationer opgivet. De beregnede fordelinger er vist som grå "skygger". I øvrigt svarer antallet af observationer i de forskellige delfigurer til antallet af observerede korn.

Korrektionen foretages ved at subtrahere (addere) halvdelen af forskellen fra (til) fordelingen med den højeste (laveste) middelværdi. Metoden ændrer ikke middelværdien af fordelingen, men den minimerer spredningen. Korrektionen for 6% var  $1.7^\circ$  og for 11%  $2.5^\circ$ .

Som nævnt i kapitel 6 blev der udført TEM observationer for at efterprøve SEM observationer. Ved 11% reduktion er overensstemmelsen mellem de to metoder meget god. For 49% valsning er standardafvigelsen betydeligt højere for TEM observationerne end for SEM observationerne. Der er to bidrag til denne forskel: For det første er der en større usikkerhed på valseretningen i TEM observationerne, hvilket bidrager til spredningen i fordelingen i Figur 9.2.1g. Forskellen mellem Figur 9.2.2e og Figur 9.2.2f er selvfølgelig upåvirket af usikkerheder i valseretningen, og derfor er forskellen mellem spredningerne mindre, men ikke forsvindende. Afvigelsen mellem målingerne må skyldes, at vi ikke undersøger helt den samme distribution i SEM og TEM. Årsagen hertil kan forklares ud fra kapitlet om SEM-observationer (kapitel 6), hvor det bliver påvist at det er forskellige ting som bliver fremhævet i SEM og TEM, når materialets valsegrad øges. Hvad angår den centrale del af dette problem, forskellen mellem de grå teoretiske fordelinger og de eksperimentelt bestemte, er der ingen forskel på SEM og TEM.

I Figur 9.2.1 repræsenterer de grå skygger orienteringsfordelingen for vægge, som er de eksperimentelle målte fordelinger ved 11% valsegrad ( $r=11$ ) beregningsmæssigt overført til en højere valsegrad (højere  $R$ ). I Figur 9.2.2 er de grå fordelinger beregnet ud fra en antagelse om at de to vægssystemer er anbragt symmetrisk omkring valseretningen, hvilket er en rimelig tilnærmelse. Der er en klar forskel mellem de målte fordelinger og de grå skyggefordelinger og forskellen øges med større tøjning.

I Figur 9.2.1 (men ikke Figur 9.2.2) er der opgivet resultater for 60% reduktion. Ved denne tøjningsgrad er det ikke længere muligt at foretage en skelnen mellem HWD og LWD korn som beskrevet i kapitel 6. Dette betyder, at resultatet skal vurderes med nogen varsomhed.



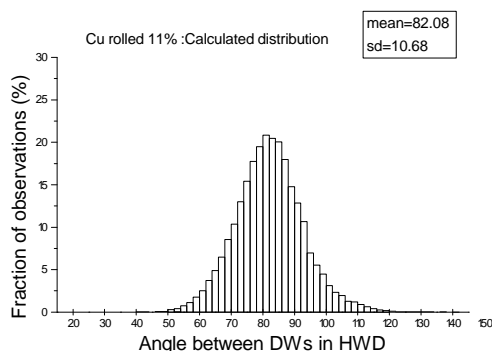
Figur 9.2.3 Skematisk tegning af to dislokationsvægge i længdeplanet med valseretning RD. Definition af vinklerne  $\alpha$  og  $\beta$ .

Spredningen for fordelingen af vinkler mellem dislokationsvæggene ( $\alpha + \beta$  i Figur 9.2.3) er normalt mindre end vinkelfordelingen mellem dislokationsvæggene og valseretningen ( $\alpha$  og  $\beta$  hver for sig i Figur 9.2.3) Dette tyder på, at væggene i højere grad orienterer sig i forhold til hinanden end til den makroskopiske valseretning. For at teste denne hypotese er der konstrueret en vinkelfordeling for Cu valset 11% (baseret på Figur 9.2.1b), hvor det antages, at  $\alpha$  og  $\beta$  i et givet korn er ukorrelerede.



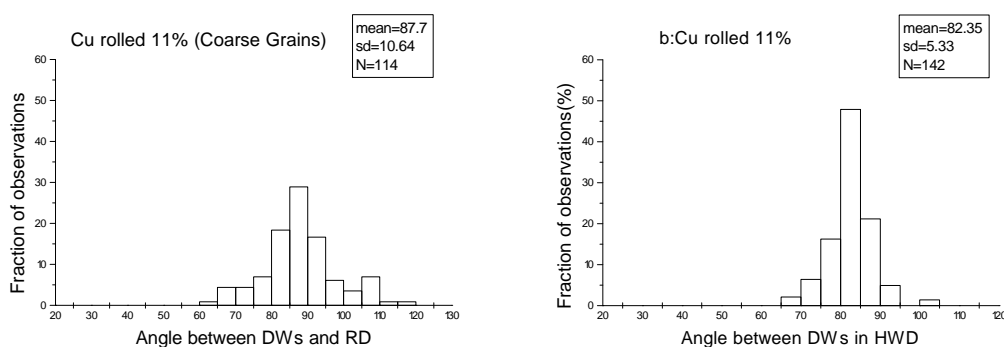
## Makroskopiske orienteringsforhold for dislokationsvæggene

Fordelingen er fremkommet på samme måde som når man skal beregne sandsynligheden for at få 11 med to terninger<sup>16</sup>. Her er sandsynligheden for at få en bestemt vinkel beregnet som antallet af observationer af den bestemte vinkel divideret med det totale antal observerede vinkler. Den observerede fordeling af vinkler (Figur 9.2.2b) har en spredning på  $5.3^\circ$ , hvorimod den ukorrelerede fordeling Figur 9.2.4 har en spredning på  $10.6$ <sup>17</sup>. Dette betyder at der er en korrelation mellem væggenes orientering i de enkelte korn og vores hypotese er bekræftet..



Figur 9.2.4 Fordelingen af vinklerne mellem dislokationsvæggene i HWD-kornene ved 11% reduktion beregnet ud fra antagelsen om, at der ingen korrelation er mellem orienteringerne af de to vægssystemer.

## Grovkornet kobber og overfladeobservationer



Figur 9.2.5 Fordelingen af vinklerne mellem dislokationsvæggene i HWD-kornene i grovkornet kobber ved 11% reduktion. Bemærk den store spredning i sammenligning med den indsatte kopi af Figur 9.2.2b (finkornet kobber).

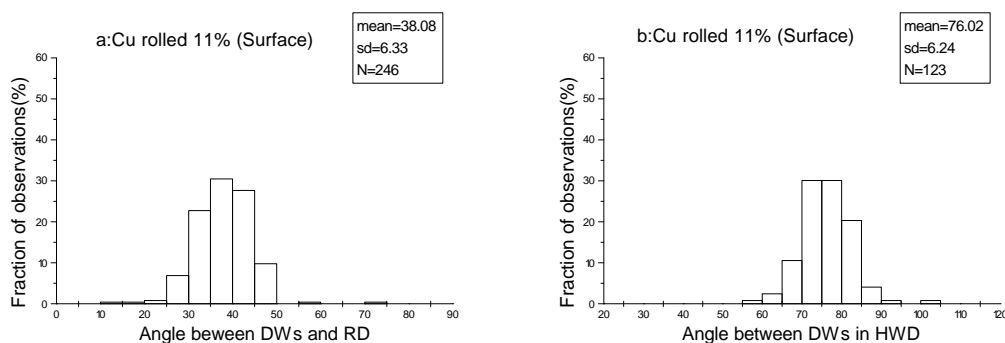
<sup>16</sup> Her beregnes sandsynligheden ved at kigge på de mulige udfald  $11 = 6+5$  ( $P = \frac{1}{6} \times \frac{1}{6} = \frac{1}{36}$ ) eller

$11 = 5+6$  ( $P = \frac{1}{6} \times \frac{1}{6} = \frac{1}{36}$ ) og sandsynligheden for udfaldet 11 bliver da  $\frac{2}{36}$ .

<sup>17</sup> Hvis man antager at orienteringerne af hver familie af vægge er normalt fordelt, får man en standard afvigelse på  $\sqrt{7.5^2 + 7.5^2} = 10.6$

## Makroskopiske orienteringsforhold for dislokationsvæggene

Figur 9.2.5 viser orienteringsfordelingen for vinklen mellem dislokationsvæggene i et meget grovkornet materiale. Her bemærkes det, at den gennemsnitlige vinkel i forhold til valseretningen er lidt større end den tilsvarende i et finkornet materiale, men den virkelige forskel er forskellen i spredningen, som er lang større for det grovkornede materiale. En direkte forklaring findes ikke på nuværende tidspunkt, men forskellen kan henføres til to andre eksperimentelle observationer. Andelen af LWD-korn i det grovkornede materiale er kun 30%, hvorimod andelen i det finkornede materiale er 50%. Desuden udviser det grovkornede materiale langt større variation i mikrostrukturen inden for det enkelte korn, som vist i kapitel 6.



Figur 9.2.6 Fordelingen af vinkler mellem dislokationsvægge og valseretning (a) Fordelingen af vinkler mellem de to sæt af dislokationsvægge i HWD-korn (b). For hvert eksperiment er gennemsnitsvinklen, standardafvigelsen og antallet af observationer opgivet.

Figur 9.2.6.a viser orienteringsfordelingen for dislokationsvæggene relativt til valseretningen i en prøve tæt på overfladen af pladen valset til 11% reduktion. Der er en signifikant forskel sammenlignet med fordelingen opnået i den centrale del af pladen (Figur 9.2.1b): I overflade laget er den gennemsnitlige vinkel  $38.1^\circ$  sammenlignet med  $41.3^\circ$  i den centrale del af pladen. Sammenligning af Figur 9.2.6.b og Figur 9.2.2 viser en tilsvarende forskel mellem overflade og center for vinklen mellem dislokationsvæggene.

Alle resultater for det finkornede materiale er opsummerede i Tabel 9.2-1.

Tabel 9.2-1 Tabellen opsummerer resultaterne for det finkornede materiale. Først vinkler i forhold til valseretningen og derefter vinkler mellem væggene. Gennemsnitsværdierne og standardafvigelse er vist. Bemærk at resultaterne for SEM 6% og 11% er korrigeret (statistisk) for en fejl i den makroskopiske orientering af valseretningen, hvilket medfører en formindskelse af standardafvigelse.

Reduktion	6%	11%	30%	39%	49%	60%
SEM	42.2° // 7.5°	41.3° // 7.5°	36.6° // 11.9°	34.2° // 12.9°	33.5° // 9.8°	25.9°
TEM		42.1° // 8.5°			33.2° // 15.2°	
SEM : Surface		38.1° // 6.3°				
Calculation			28.9° // 6.6°	22.9° // 5.8°	16.5° // 4.6°	10.4° // 3.1°
SEM	84.2° // 4.4°	82.4° // 5.3°	72.4° // 10.7°		67.0° // 10.0°	
TEM		84.2° // 5.5°			65.4° // 12.7°	
SEM: Surface		76.0° // 6.2°				
Calculation			56.8° // 4.5°		32.0° // 2.9°	

### Diskussion

Det er klart at dislokationsvæggene ikke roterer mod en orientering parallel med valseretningen med den hastighed som bliver forudsagt ved simpel geometri. Den eneste mulige fortolkning er at den observerede orienteringsfordeling repræsenterer et kompromis mellem en grundlæggende tendens til at dislokationsvæggene dannes i vinkel ca.  $45^\circ$  til valseretningen (som vist ved undersøgelsen af de tidlige stadier af dannelsen ved 6% og 11% valsning) og den påtrykte geometriske rotation. Dette betyder, at væggene roterer baglæns relativt til den påtrykte geometriske rotation.

Den store spredning i orienteringsfordelinger indikerer sandsynligvis manglen på præcis information til det enkelte korn: Kornene kender kun valseretningen gennem den forvrængede besked, de får fra deres naboer. Som vist i det foregående afsnit, er spredningen i vinkel mellem dislokationsvæggene signifikant mindre end spredningen i vinklen til valseretningen. Dette indikerer, at den information, der dikterer den første vinkel er mindre forvansket end den information, der fortæller hvor valseretningen er.

I forbindelse med tilbagerotationen af dislokationsvæggene for at modvirke den påtrykte geometriske rotation er det relevant at notere, at andre plane strukturer faktisk følger den påtrykte rotation. Korngrænser følger den påtrykte rotation så korngrænsernes orientering bliver mere og mere parallel med valseretningen eller tættere og tættere på en orientering parallel med extrusions retningen ved forøget deformation. Tvillingegrænser følger ligeledes den påtrykte rotation, så lameller af deformationstvillinger i valset materiale nærmer sig en orientering parallel med valseretningen (Duggan *et al.* 1978). Tilbagerotationen af dislokationsvæggene er virkelig en undtagelse. Derfor må den nødvendigvis være en meget kompliceret proces. Af indlysende geometriske årsager kan det ikke være rotation af et stift legeme inden for et enkelt korn. Det må foregå på en meget finere skala og derfor involvere en kontinuert omdefinering af naborelationerne mellem de forskellige områder adskilt af væggene. Rotationen må derfor bidrage til (og er måske den dybere liggende årsag til) den eksperimentelt observerede formindskelse af den gennemsnitlige afstand mellem væggene ved øget tøjning.

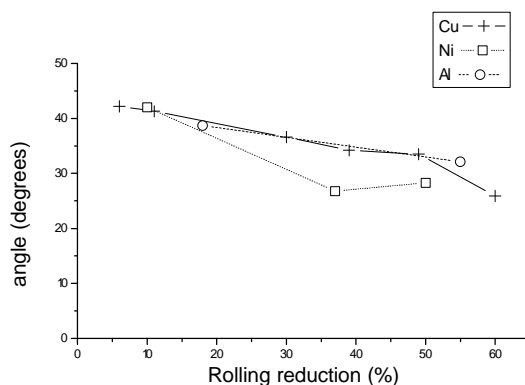
På nuværende tidspunkt har vi ingen detaljeret forklaring for den kraftige præference for væg vinkler på  $\sim 45^\circ$  til valseretningen og vinkler på  $90^\circ$  mellem væggene. Ligeledes har vi heller ingen forklaring på vægdannelsen i sig selv. Imidlertid er vinklen på  $45^\circ$  i overensstemmelse med valsning approksimeret med plan tøjning, hvor  $45^\circ$  er retningen med højeste forskydningspænding. I overfladelaget på det valsede materiale, hvor en forskydningskomponent er lagt til den plane tøjning afviger vinklen mere fra  $45^\circ$ . Man bemærker, at orienteringen af dislokationsvæggene ligner de orienteringer man har observeret for *shear bands* in hårdt valsede materialer.

Ved høje tøjninger er strukturen af valset kobber domineret af dislokationsvægge parallelle med valseplanet (Hu 1968). Hatherly (1982) foreslog, at denne struktur er et resultat af den geometriske rotation af strukturerne dannet tidligere i deformationshistorien. Vores observationer af dislokationsvæggenes tilbagerotation og tilsynekomsten af enkelte korn med strukturer parallelt med valseretningen (omtalt i kapitel 11) synes ikke at støtte den fortolkning.

En åbenlys alternativ fortolkning er den, at den grundlæggende måde som dislokationsvæggene orienterer sig på, ændres ved et vist tøjningsniveau. Ved lave og mellemstore tøjninger vil dislokationsvæggene normalt foretrække en orientering  $45^\circ$  i forhold til valseretningen, ved store tøjninger foretrækkes en orientering parallelt med valseretningen. I valset aluminium, især i grovkornet aluminium har Falk *et al.* (1995)

## Makroskopiske orienteringsforhold for dislokationsvæggene

observeret en population af dislokationsvægge, der omtrentlig er parallel med valseretningen selv ved ret lave valse reduktioner. Denne observation indikerer, at der er en lignende overgang i aluminium ved betydeligt lavere tøjninger.



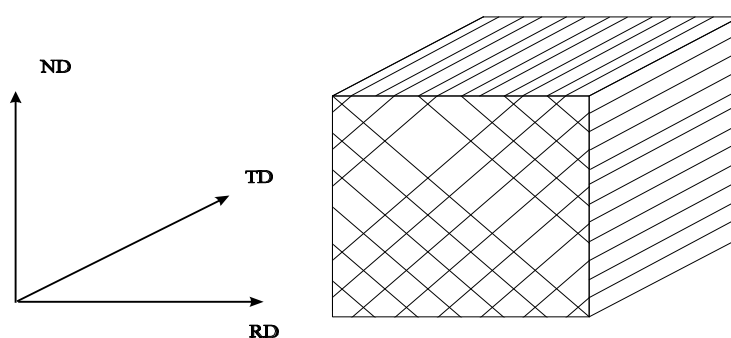
Figur 9.2.7 Gennemsnitsvinklen mellem dislokationsvæggene og valseretningen for kobber, nikkel og aluminium for forskellige valsereduktioner.

I Figur 9.2.7 sammenligner vi udviklingen af orienteringsfordelingen som den observeres i kobber i længde planen med orienteringsfordelingen af de tilsvarende vægstrukturer (dvs. mikrobånd) i finkornet aluminium, målt af Falk *et al.* (1995) (kornstørrelse 35  $\mu\text{m}$ ) og i nikkel (kornstørrelse 80-100  $\mu\text{m}$ ) Hughes og Hansen (1993). I observationerne som blev gjort af Falk *et al.* er den sekundære population, som er ca. parallel med valseretningen fratrukket. Resultaterne for kobber og aluminium er ret ens – på trods af de klare forskelle i mikrostruktur. Resultatet for nikkel ved 37% reduktion afviger en del fra resultaterne opnået for kobber og aluminium. Denne forskel skyldes sandsynligvis eksperimentel spredning men andre årsager kan ikke udelukkes.

## 10. 3D-strukturen af HWD korn

Dette kapitel er viet til den tredimensionale struktur af HWD som observeret ved 11% valsereduktion. Det skal ikke være nogen hemmelighed at det er det problem, som har kostet flest søvnløse nætter. I kapitlet præsenteres en simpel men konceptuel vigtig model af strukturen, foruden detaljerede kvalitative og kvantitative observationer af HWD-strukturer i de tre snit, som ikke er beskrevet endnu. Modellen forklarer en række observationer, men efterlader også løse ender som der vil blive redegjort for sidst i kapitlet.

### 10.1 Indledning



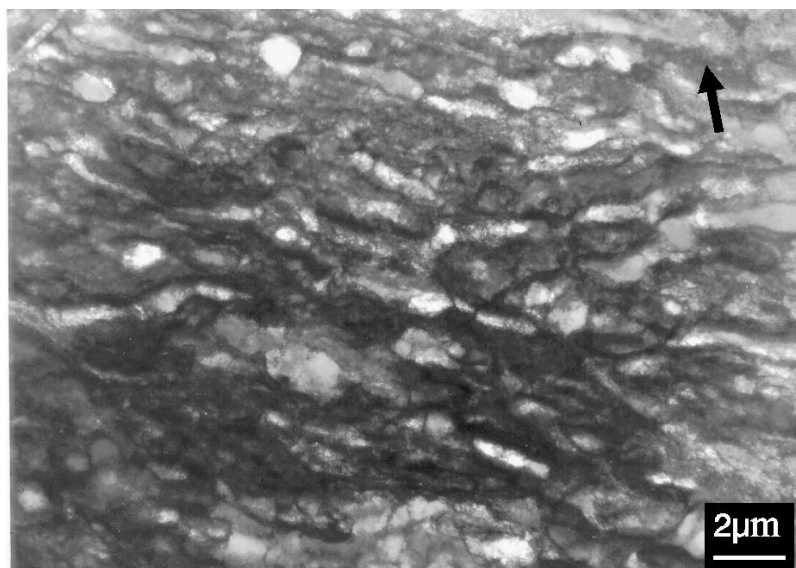
Figur 10.1.1 Tegning af en HWD-struktur som vi forestillede os den før vi nøjere begyndte at overveje geometrien. ND= normalretningen, TD = tværretningen og RD= valseretningen.

Langt de fleste observationer af OD-mikrostrukturer i valset polykrystallinsk kobber (og andre metaller) er foregået i længdesnittet (f.eks. Torraldea og Gil Sevillano 1981, Fernandes *et al.* 1991 og Ananthan *et al.* 1991a,b) – som det også har været tilfældet med dette projekt.

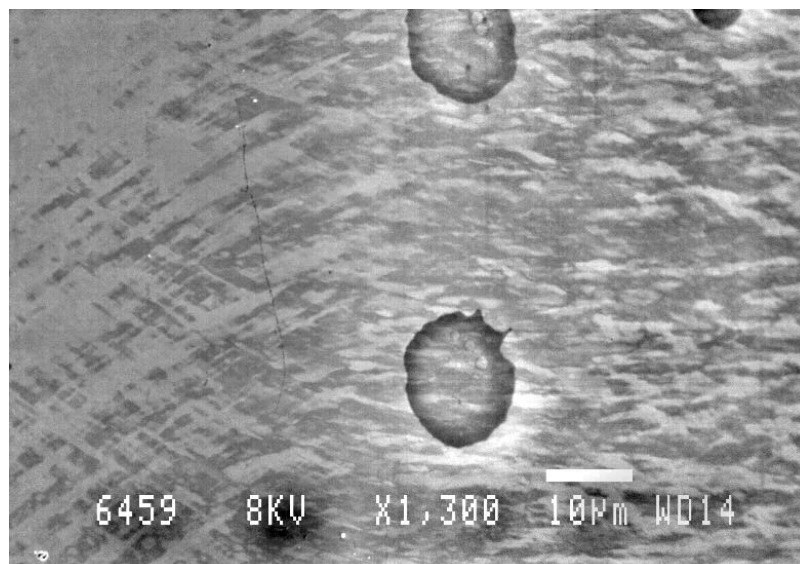
I valset aluminium ved lave deformationer danner dislokationsvæggene/førstegenerations mikrobåndene en vinkel på ca. 45° med valseretningen i længdeplanet, og de er set i valseplanet ca. parallelle med tværretningen (Bay *et al.* 1989, Juul Jensen og Hansen 1990). Udgangspunktet var altså en struktur som vist i Figur 10.1.1 (hvilket også blev antaget af Leffers *et al.* 1991 og Ananthan *et al.* 1991a). Ganske vist er der set i bakspejlet spredte observationer, som modsiger denne opfattelse (Fernandes *et al.* 1991, Gracio 1995), men forfatterne af disse artikler har andre mål og diskuterer ikke den tredimensionale struktur.

Overraskelsen var derfor stor, da vi begyndte at observere i tværplanet ved 21% deformation. Korn med en OD-mikrostruktur som i Figur 10.1.2 optrådte hyppigt (selvfølgelig med variationer) og der var kun enkelte korn, der opførte sig som forventet. Den umiddelbare karakteristik var “en rodet struktur”. På det tidspunkt var der tvivl om hvorvidt denne struktur svarede til en HWD-struktur (i længdeplanet). Imidlertid fik observationer af et grovkornet materiale i SEM bekræftet sammenhængen se Figur 10.1.3:

### 3D-strukturen af HWD korn



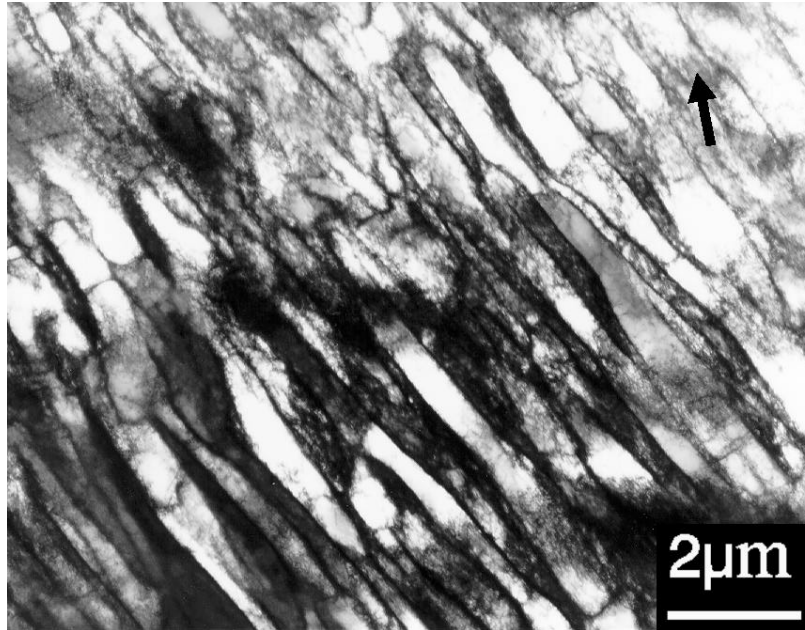
Figur 10.1.2 Cu valset 21%, tværplanet. Pilen parallel med TD. Et af de allerførste billeder af strukturen i tværplanet. Strukturen synes langt mindre organiseret end HWD-strukturerne i længdeplanet.



Figur 10.1.3 Grovkornet kobber valset 29%, normalretningen er parallel med billedets lodrette kant. Dette billede (SEM) er taget henover en kant. I billedets højre side ser man (i længdeplanet) en fortegn HWD-struktur. I billedets venstre side ses en "rodet" struktur hvis generelle retning (om det har mening at definere en sådan) er ca. parallel med valseretningen. Pletterne i midten er præparationsfejl.

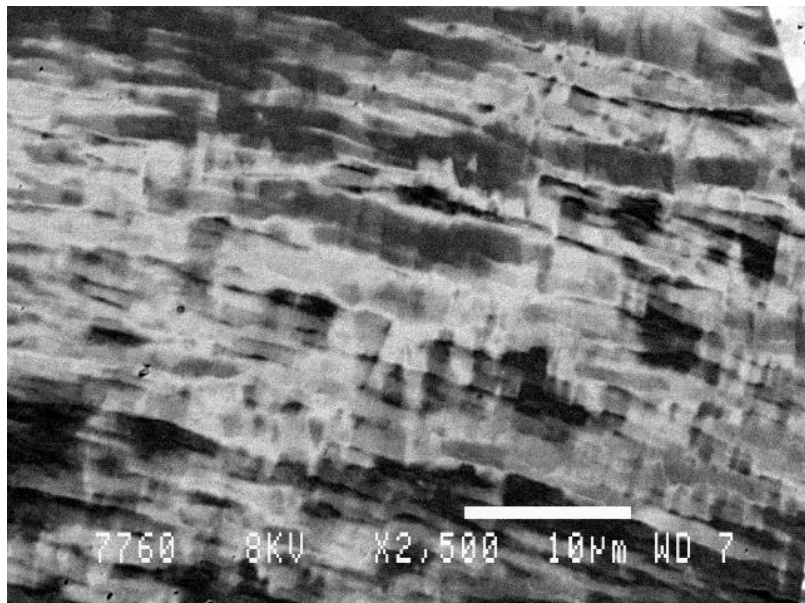
I dette SEM-billede ser man "om hjørner" (se billedtekst Figur 10.1.3) og det er helt klart at den rodede struktur og HWD-strukturen er én og samme OD-mikrostruktur set i forskellige snit. Årsagen til den "rodede" struktur var ikke forstået på dette tidspunkt hvilket førte til tvivl, om hvorvidt en (tilnærmet) beskrivelse af dislokationsvæggene som planer (i tre dimensioner) var berettiget. Tvivlen førte til undersøgelser af 45°-snittet, et snit, der ligger halvejs mellem valseplanet og tværplanet og som er parallelt med tværretningen (45°-snittet er vist i Figur 10.2.1). I dette snit må man af geometriske grunde (ud fra den simple Figur 10.1.1) forvente at der kun er sporene af et sæt vægge tilstede. Håbet om et simplere udseende af strukturen i 45°-planet blev indfriet til fulde se Figur 10.1.4:

### 3D-strukturen af HWD korn



Figur 10.1.4 Cu valset 21%, 45°-planet. Pilen indikerer tværrretningen. HWD korn, som indeholder et sæt lange, (næsten) parallelle dislokationsvægge, hvilket er almindeligt for HWD-korn i 45°-planet

Observationerne viste, at nogle korn havde to systemer af dislokationsvægge. Normalt havde sådanne korn et gennemgående system forholdsvis tæt på tværrretningen og et sekundært system af korte vægge ca. 90° i forhold til det første. De sekundære dislokationsvægge optræder ofte med svag kontrast i SEM (Figur 10.1.5). TEM billeder af korn med to sæt dislokationsvægge er vist i Figur 10.3.2 og Figur 10.3.3.

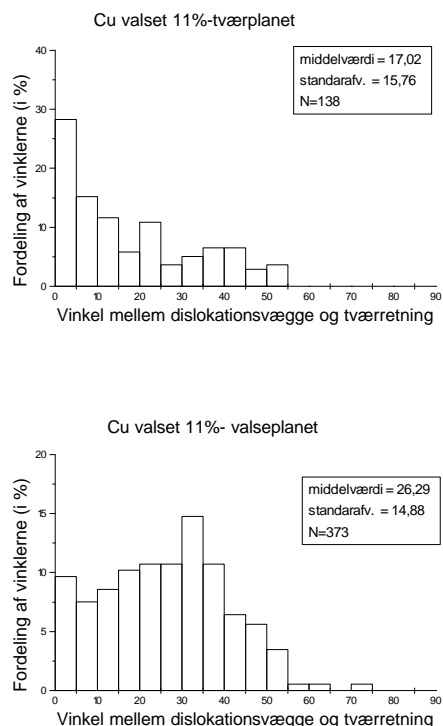


Figur 10.1.5 Cu valset 11% 45°-planet. Tværrretningen (TD) parallel med billedets underkant. I billedet er der klart et gennemgående system af dislokationsvægge tæt på TD og et system i svagere kontrast ca. vinkelret på de gennemgående dislokationsvægge.

Da 45°-snittet viste mange regulære dislokationsvægge opstod ideen om at måle vinklerne til tværretningen (TD) i SEM for derved at bestemme den tredimensionale fordeling af dislokationsvæggene.

Målingerne viste (se afsnit 10.3, Figur 10.3.4), at der var en stor spredning på vinklen.

Observationer af to vægssystemer i 45°-snittet inspirerede til nærmere overvejelser om de geometriske orienteringer af dislokationsvæggene. Overvejelserne blev dog først omsat til matematik, efter vi havde målt orienteringerne af dislokationsvæggene i valseplanet og målt middellorenteringer af de “rodede” strukturer i tværplanet. Der var signifikant forskel mellem de to fordelinger :



Figur 10.1.6 Den kvantitative forskel mellem valseplanet og tværplanet. Se afsnit 10.3 for en detaljeret beskrivelse af resultaterne.

Der vil blive redegjort for forskellen mellem disse figurer i afsnit 10.3 og afsnit 10.5.

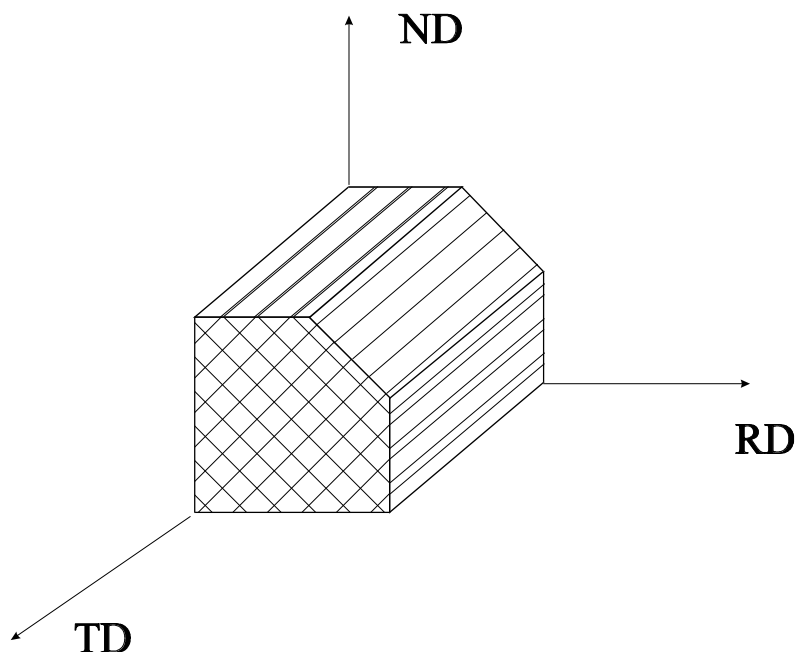
## 10.2 En simpel geometrisk model af HWD-strukturen

Figur 10.2.1 viser en skematisk repræsentation af en HWD-struktur bygget på observationerne i længdeplanet (kapitel 9) og 45°-planet ved 21% valsereduktion. Hvis dislokationsvæggene er parallelle med tværretningen (TD) i 45°-planet, vil sporene af dislokationsvæggene også være parallelle med TD i tværplanet (vinkelret på valseretningen (RD)) og valseplanet (vinkelret på normalretningen (ND)).

Fra tegningen (Figur 10.2.1) er det også oplagt at man i valseplanet/tværplanet vil finde “mikrobånd”. Båndene opstår, fordi ikke parallelle planer giver parallelle spor i valseplanet/tværplanet. Hvorvidt sporene opfattes som “mikrobånd”, afhænger naturligvis af den eksakte skæring af HWD-strukturen. I 45°-planet skæres kun et sæt af planer og derfor vil afstanden mellem dislokationsvæggene ikke variere. Konsekvensen er, at man ikke ser “mikrobånd” i dette plan.



### 3D-strukturen af HWD korn



Figur 10.2.1 Den simpleste model af en HWD-struktur når vi antager at vi ikke skærer ideelt. Her er firkantstrukturen i længdesnittet tænkt som bestående af planer i tre dimensioner parallelle med TD, hvorved vi ser strukturer, der giver "mikrobånd" /dislokationsvægge i valseplanet og i tværplanet parallelt med TD. Desuden ses det, at vi i følge denne model kun vil have et sæt linier /dislokationsvægge i 45°-planet.

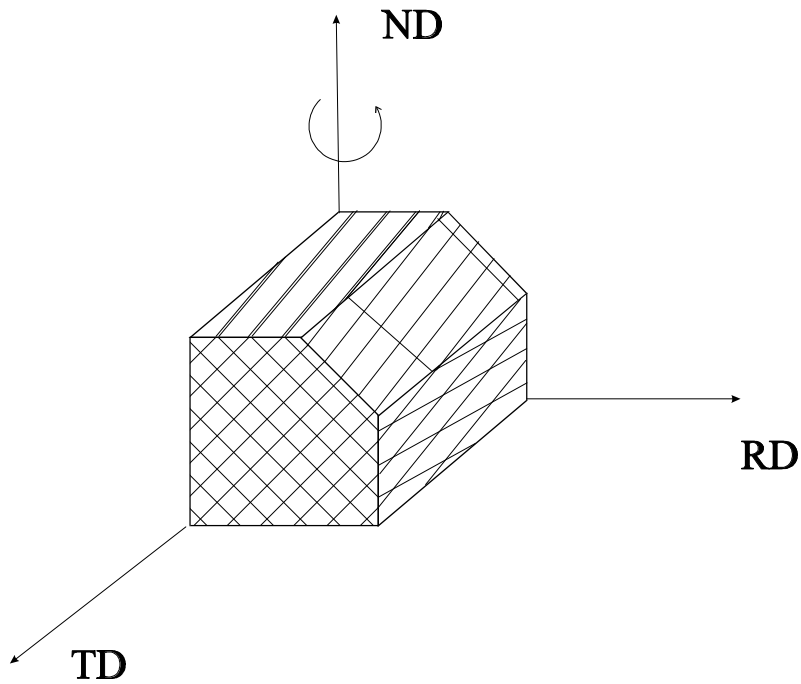
Hvis vi lader spormønstret af dislokationsvæggene i længdeplanet være givet og fastholder, at dislokationsvæggene er plane strukturer, kan vi kun variere den basale struktur ved at tillade, at sporene af dislokationsvæggene<sup>18</sup> i valseplanet /tværplanet afviger fra TD. Afvigelser fra tværretningen i valseplanet (tværplanet) vil betyde en grundlæggende ændring af spormønstret i 45°-planet og tværplanet (valseplanet). For at vise dette behøver vi kun at fremhæve effekten af en drejning af dislokationsvæggene væk fra tværretningen i valseplanet. Symmetribetragtninger viser at en rotation af sporene (væk fra tværretningen) i tværplanet blot medfører en ombytning af mønstrene i de to planer.

Figur 10.2.2 viser orienteringen af dislokationsvæggene i de tre snit efter at sporene er roteret i valseplanet og Figur 10.2.3 viser specifikt effekten af en 15° afvigelse af sporene fra tværretningen i valseplanet på strukturen set i tværplanet og 45°-planet.

I tværplanet dannes et komplekst rombe formet mønster, mens man i 45°-planet må forvente nogle få dislokationsvægge ca. 90° på tværretningen. Mønstret i tværplanet er langt mere kompliceret efter rotationen af dislokationsvæggene i valseplanet, men bemærk, at strukturens "hovedretning", som markeret med den optrukne linie, er uændret.

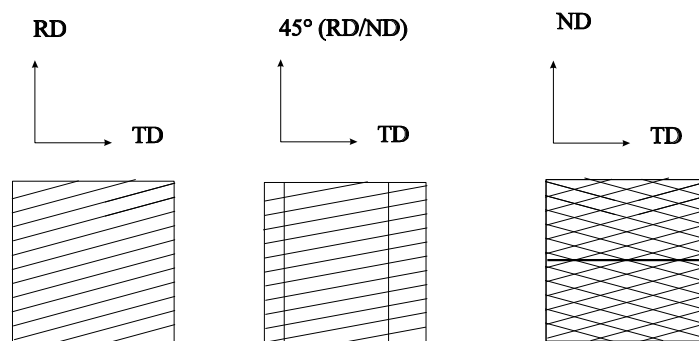
<sup>18</sup> I resten af dette afsnit menes der "sporene af dislokationsvæggene", når der skrives "dislokationsvæggene".

### 3D-strukturen af HWD korn



Figur 10.2.2 Dette er i princippet Figur 10.2.1, hvor den grundliggende struktur bestående af to krydsende sæt planer er roteret omkring ND. Bemærk at der i tværplanet opstår et rombeformet mønster samt at der nu optræder mere end et sæt linier i 45°-planet.

Hvis man dernæst roterer rombemønstret /dislokationsvæggene i tværplanet (dvs. med udgangspunkt i Figur 10.2.2/ Figur 10.2.3), vil valseplanet udvise samme rombemønster som vist i Figur 10.2.3 for tværplanet med hovedretningen drejet 15°.



Figur 10.2.3 Med udgangspunkt i Figur 10.2.1 er sporene af dislokationsvægge drejet 15° væk fra tværretningen. Konsekvenserne for 45°-planet er at sporene af det primære system drejes lidt væk fra TD og der optræder enkelte dislokationsvægge ca. 90° på tværretningen. I tværplanet opstår et komplekst rombeformet mønster, hvis "hovedretning" (markeret med den gennemgående streg) stadig er parallel med tværretningen.

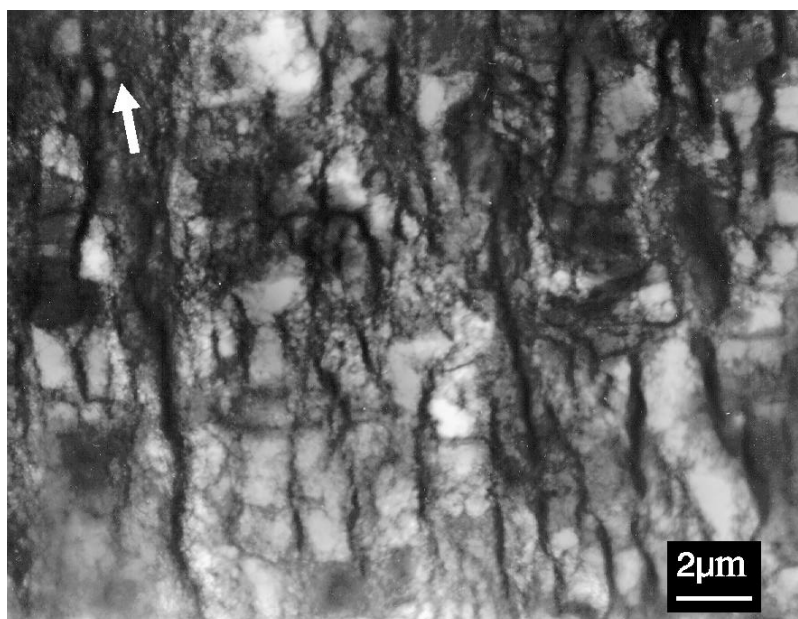
Hvis vi forestiller os, at dislokationsvæggene inddeler kornene i lange stave approksimativt parallelle med tværretningen, der har et næsten kvadratisk tværsnit, vil stavenes afvigelse fra en orientering parallelt med tværretningen i princippet kunne måles i tværplanet (alternativt valseplanet) alene som to uafhængige rotationer. Rotationen omkring RD (ND) måles som vinklen mellem hovedretning og TD, mens rotationen om ND (RD) er halvdelen af vinklen mellem væggene i rombestrukturen.

### 10.3 Resultater

De kvalitative resultater for HWD-strukturer i længdeplanet ved 11% reduktion er beskrevet i kapitel 5 og de kvantitative resultater er gennemgået i kapitel 9. I alle planer fandt vi, at ca. 50% af kornene havde LWD-struktur.

#### HWD-strukturen set i 45°-planet

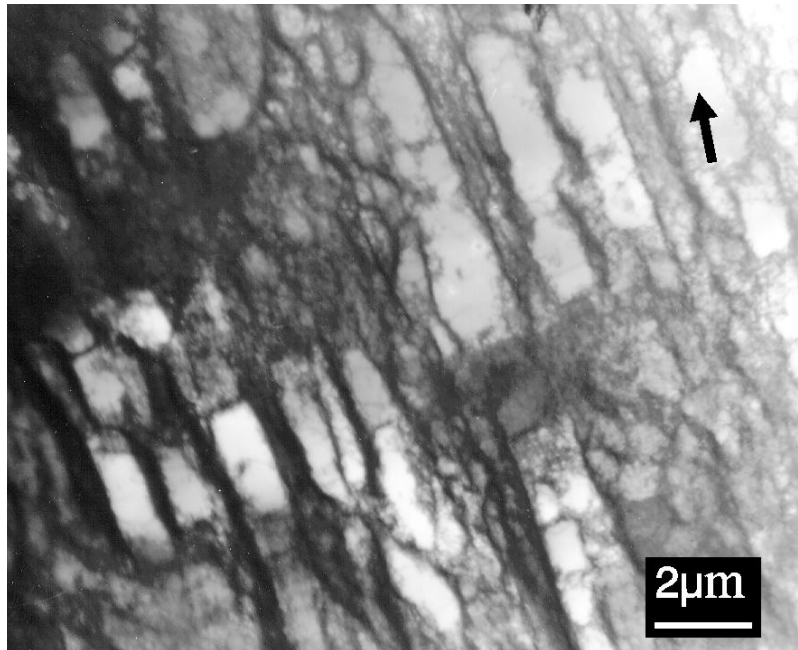
Karakteristisk for 45°-planet ved 21% deformation er, at væggene generelt står meget skarpt set i TEM (Figur 10.1.4) sammenlignet med 11%, hvor væggene mindre veldefinerede (Figur 10.3.1, Figur 10.3.2, Figur 10.3.3). Forskellen mellem 11% og 21% stemmer overens med observationerne i længdeplanet (kapitel 5), der for 11% valsereduktion viser korn på vidt forskellige udviklingstrin. HWD-kornene i 45°-planet har så godt som alle et sæt af lange dislokationsvægge, der er tæt på at være parallelle. Mange af kornene har foruden et dominerende system af dislokationsvægge også et sekundært system, som anes i Figur 10.3.2 og klart ses i Figur 10.3.3.



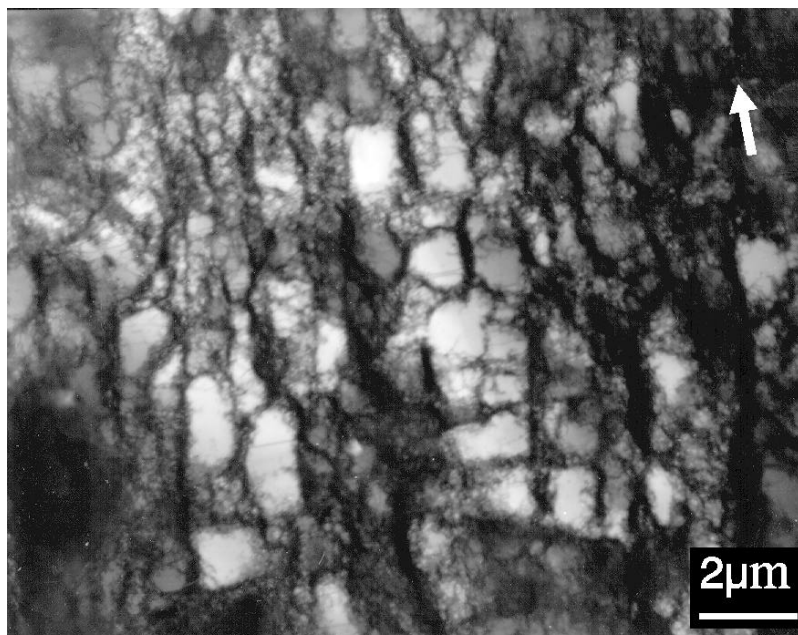
Figur 10.3.1 Cu valset 11%, 45°-planet (TD i pilens retning). Lange dislokationsvægge som alle ligger i næsten samme retning.

Orienteringsfordelingen af dislokationsvægge (Figur 10.3.4) viser klart dette med et bredt maksimum omkring 0° og en lille top omkring 90°.

### 3D-strukturen af HWD korn

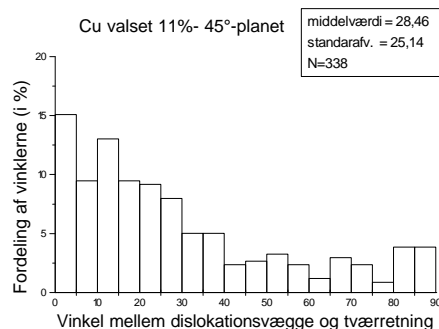


Figur 10.3.2 Cu valset 11%, 45°-planet (TD i pilens retning). Lange dislokationsvægge, som alle ligger i næsten samme retning. I billedets venstre side lidt under midten ser man et par enkelte dislokationsvægge som står næsten vinkelret på hovedretningen.



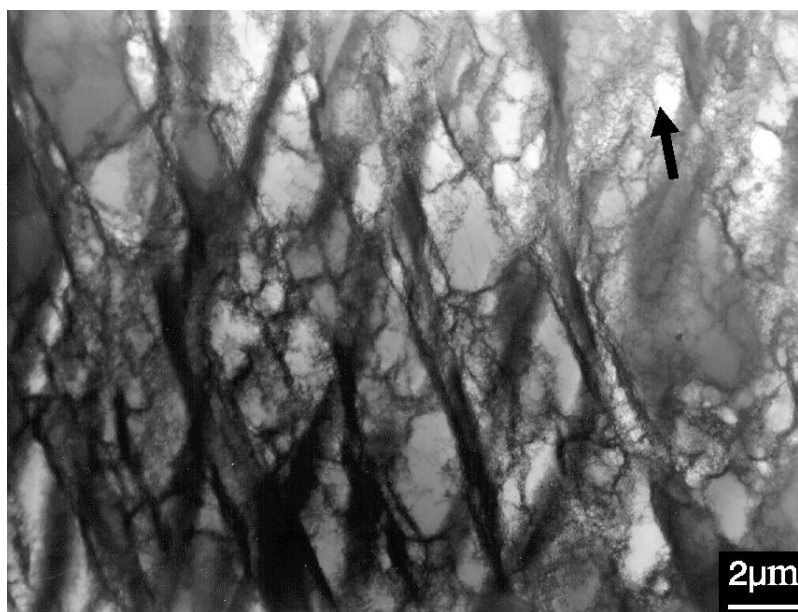
Figur 10.3.3 Cu valset 11%, 45°-planet (TD i pilens retning). Korn med to sæt dislokationsvægge som atypisk, da der ikke er nogen (eller kun få) lange dislokationsvægge.

## 3D-strukturen af HWD korn



Figur 10.3.4. Histogrammet viser orienteringen af dislokationsvægge i 45°-planet målt i forhold til TD. Ca. 250 korn er målt. Fordelingen er meget bred og har to toppe—en omkring 0° og en lille top omkring 90°.

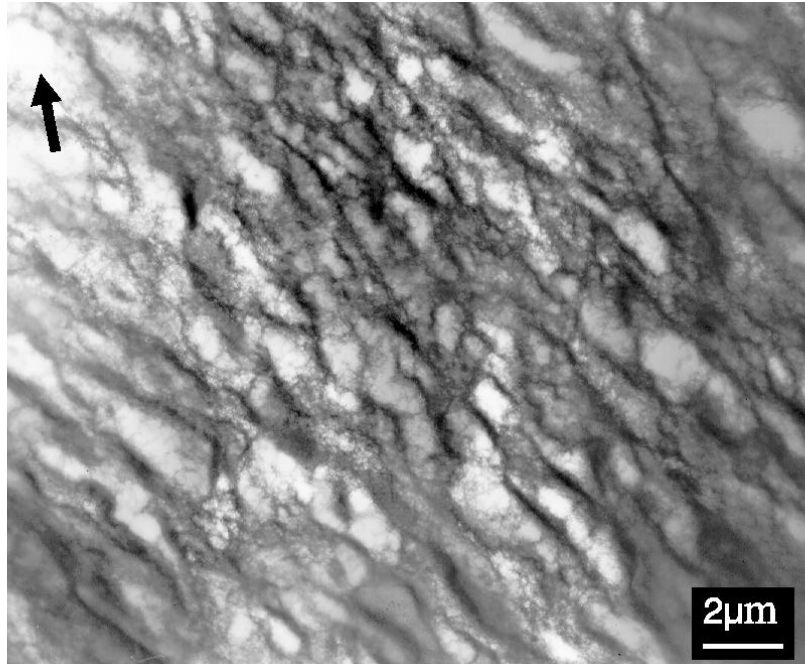
## HWD-strukturen set i tværplanet



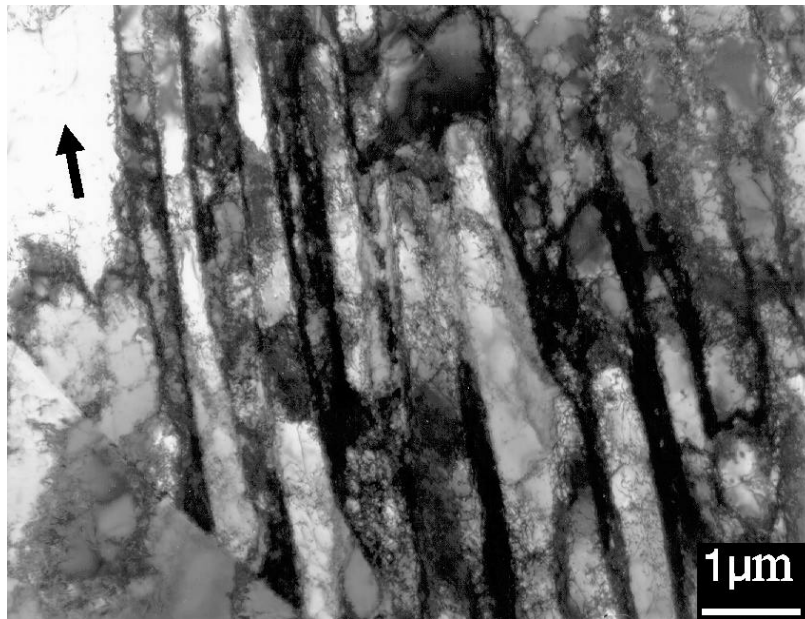
Figur 10.3.5 Cu valset 11%, tværplanet. Pilen parallel med TD. To sæt af dislokationsvægge, der krydser hinanden med lille vinkel og dermed danner romber.

Observationerne af det transversale snit ved 11% reduktion viser vide variationer i udseendet af HWD-strukturerne. Figur 10.3.5 viser to sæt dislokationsvægge som skærer hinanden i en spids vinkel, hvilket resulterer i et rombeformet mønster. Figur 10.3.6 er en “rodet” struktur, men dislokationsvæggene har over en vis distance en hovedretning (se næste afsnit). Figur 10.3.7 viser en ideal struktur (se Figur 10.2.1) med et sæt af dislokationsvægge. Alle tre billeder er billeder af mikrostrukturer der forekommer jævnlige, hvoraf Figur 10.3.6 er den der forekommer hyppigst. Alle tre strukturer må nødvendigvis være fremkommet ved rotation af den ideale struktur som beskrevet i afsnit 10.2, hvis observationerne i 45°-planet (især Figur 10.3.1 og Figur 10.3.2) er repræsentative for strukturen.

### 3D-strukturen af HWD korn



Figur 10.3.6 Cu valset 11%, tværplanet. Pilen parallel med TD. Karakteristisk struktur for tværplanet, hvor de lange dislokationsvægge ikke er parallelle, men dog i middel følger den samme generelle retning.



Figur 10.3.7 Cu valset 11%, tværplanet. Pilen parallel med TD. Ideel HWD-struktur (set i forhold til Figur 10.2.2 ) hvor strukturen består af lange parallelle dislokationsvægge som er tæt på at være parallelle med tværretningen.

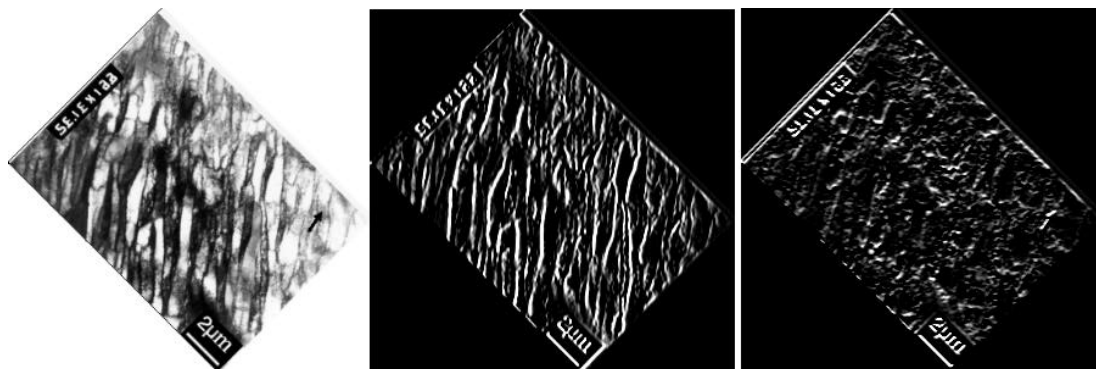
#### **Eksistensen af en hovedretning**

Hypigheden af OD-mikrostrukturer á la Figur 10.3.6 stiller eksperimentatoren overfor et problem ved måling af HWD-strukturens orientering i tværplanet, og dette gælder både SEM og TEM.

I et af de simple billedbehandlings programmer (Paint Shop Pro) er der mulighed for kantdetektion. Man kan få programmet til at søge efter kanter langs to på hinanden

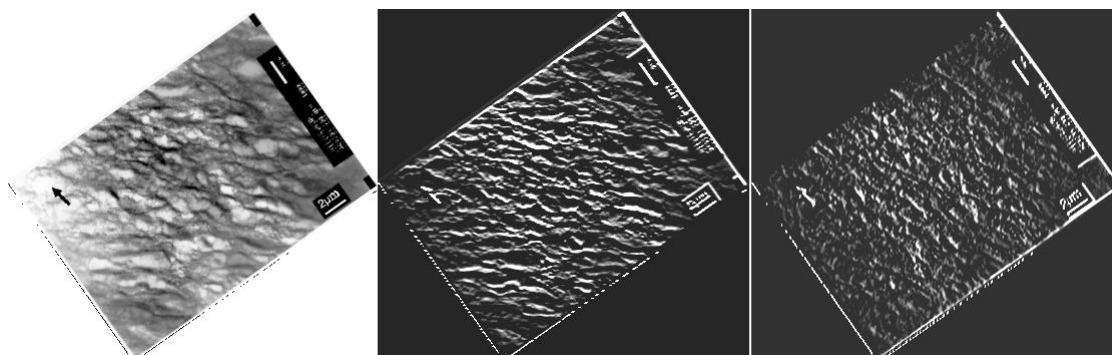
### 3D-strukturen af HWD korn

vinkelrette akser (set i forhold til skærmen er det lodret og vandret), men kun en akse ad gangen. Resultatet kan ses i Figur 10.3.8. Først er det oprindelige billede vist (roteret så de lange dislokationsvægge er næsten parallelle med den lodrette akse. Derefter vises resultatet af detektion af henholdsvis lodrette og vandrette linier. I detektion af de lodrette linier fremkommer skarpe hvide linier parallelt med de lange dislokationsvægge i det første billede, hvorimod der kun er få korte uregelmæssige linier i det tredje billede, hvor de vandrette linier er detekteret.



Figur 10.3.8 Kantdetektion i af HWD-strukturen vist i Figur 10.1.4. Første billede viser Figur 10.1.4 roteret 45° fra udgangspositionen. I billede nr. 2 viser detekterede lodrette kanter og tredje billede er viser detekterede vandrette kanter. De lange dislokationsvægge står tydeligt frem i billedet hvor de lodrette kanter er detekteret, mens der kun svagt anes en struktur i det sidste billede.

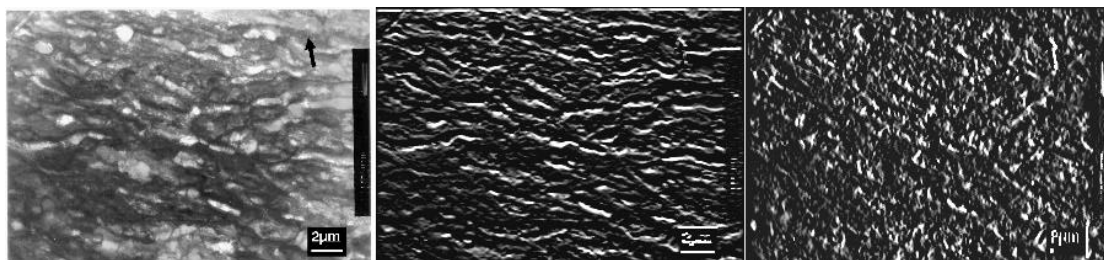
Målet med denne øvelse er at vise resultaterne for et par af billederne i det transverse snit, hvor det er langt mindre åbenlyst, at der er en generel retning. Analysen af Figur 10.3.6 (vist i billedserien Figur 10.3.9) og Figur 10.1.2 (Figur 10.3.10) viser i begge tilfælde at OD-mikrostrukturen har en kraftig direktionalitet. De lange dislokationsvægge i tværplanet er ikke parallelle, men definerer i gennemsnit en hovedretning (som illustreret i Figur 10.2.3) –i modsætning til længdeplanet, hvor der er to veldefinerede retninger. Det visuelle indtryk forstyrres fordi væggene bugter frem og tilbage.



Figur 10.3.9 Kantdetektion i af HWD-strukturen vist i Figur 10.3.6. I første billede er Figur 10.3.6 roteret 45° fra udgangspositionen. I billede nr. 2 er der foretaget detektion af vandrette kanter og tredje billede er der foretaget detektion af lodrette kanter. Foruden at understøtte den kraftige direktionalitet i billedet er kantdetektionen en udmærket analog til SEM-teknikken: Man måler den dominerende retning og negligerer de finere detaljer.

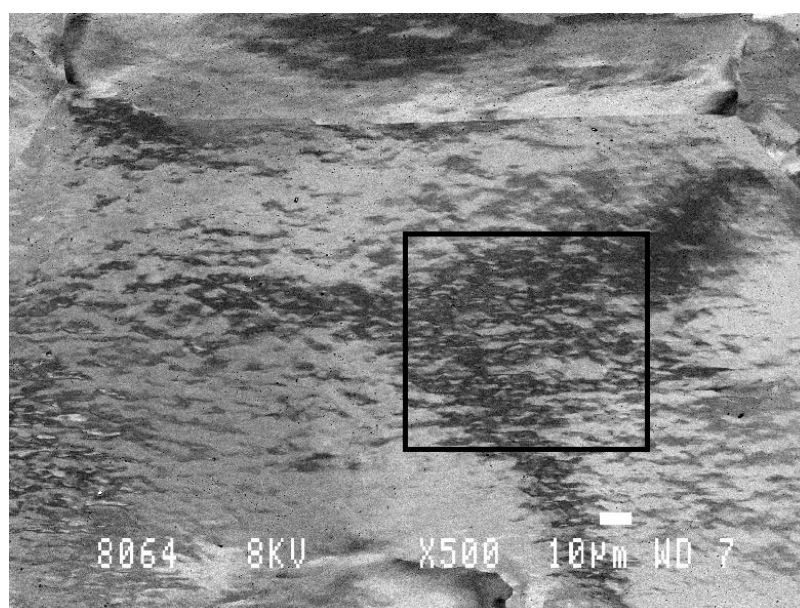
### 3D-strukturen af HWD korn

Overvejelserne i afsnit 10.2 kombineret med observationerne i 45°-planet gør det interessant at måle den gennemsnitlige retning og her er SEM ideelt, fordi man betragter store områder hvilket sikrer en bedre gennemsnits værdi for hovedretningen af de lange vægge. Ulempen ved SEM er at man mister finere detaljer som f.eks. korte vægge, der går på tværs af den generelle retning, men medmindre man har et specialdesignet billedbehandlingsprogram til sin rådighed, vil det alligevel være praktisk umuligt at kvantificere andet end en hovedretning.



Figur 10.3.10 Kant detektion på billedet Figur 10.1.2. Trods det forvirrende udseende er strukturen særdeles anisotrop, hvilket understøtter ideen, om at den opbygget af lange dislokationsvægge som krydser hinanden i en lille vinkel.

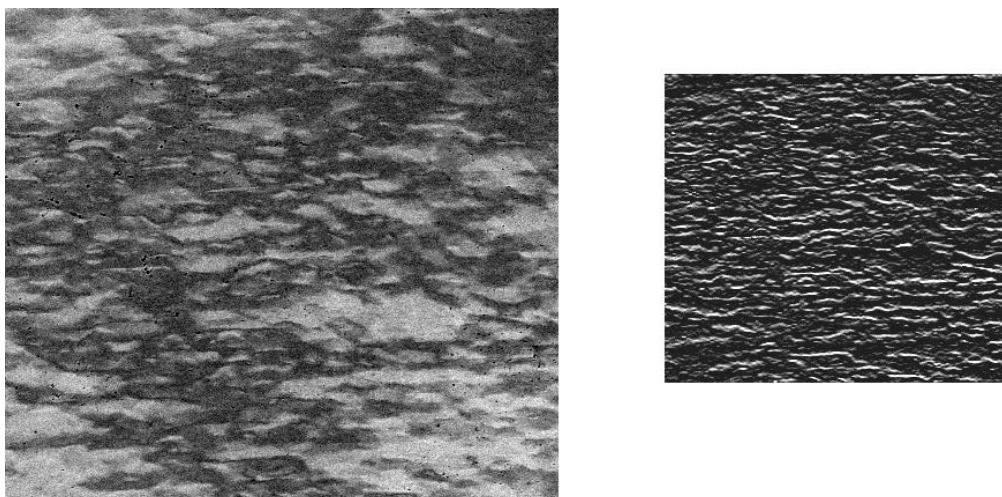
Et eksempel på et HWD-korn observeret i SEM, som er en pendant til Figur 10.3.6, er vist i Figur 10.3.11



Figur 10.3.11 Cu valset 11%, tværplanet. Tværrretningen er parallel med billedets underkant. Oversigtsbillede af stort HWD-korn, med den karakteristiske bølgelignede struktur sammenblandet med skarpe vægge. Den med sort indrammede firkant er forstørret nedenfor.

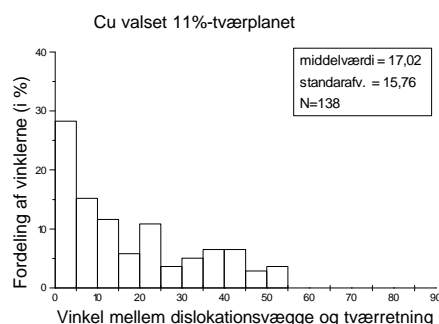


## 3D-strukturen af HWD korn



Figur 10.3.12 Cu valset 11%, tværplanet. Tværretningen er parallel med billedets underkant. Detalje af det store korn markeret ved den sorte firkant i Figur 10.3.11. Bemærk at trods de bølgende linier er den generelle retning i billedet veldefineret, hvilket understreges af det lille billede til højre, som er det samme som det store, bortset fra at billedet til højre har undergået kant detektion.

Resultatet af vinkelorienterings målingerne er vist i Figur 10.3.13.



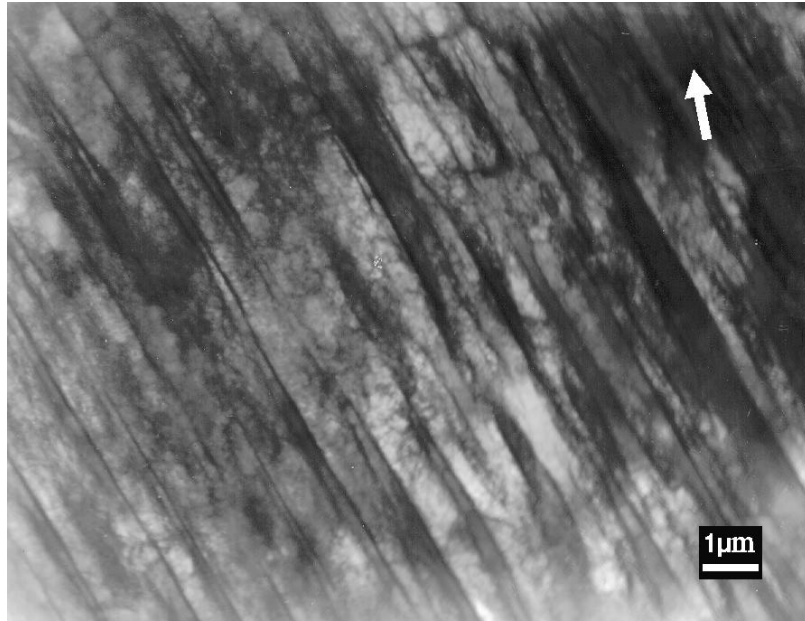
Figur 10.3.13. Orienteringen af dislokationsvægge/ hovedretninger i tværplanet målt i forhold til tværretningen for Cu valset 11%. Bemærk at fordelingen topes omkring  $0^\circ$ , men at der er betydelig spredning.

Målingen af hovedretningerne er naturligvis præget af større usikkerhed end bestemmelsen af orienteringen af dislokationsvægge, men på den anden side stemmer SEM og TEM observationer kvalitativt godt overens mht. retninger og spredninger. De fleste HWD-strukturers hovedretninger /dislokationsvægge ligger forholdsvis tæt på tværretningen, men der er enkelte korn, hvis hovedretninger /dislokationsvægge afviger betydeligt.

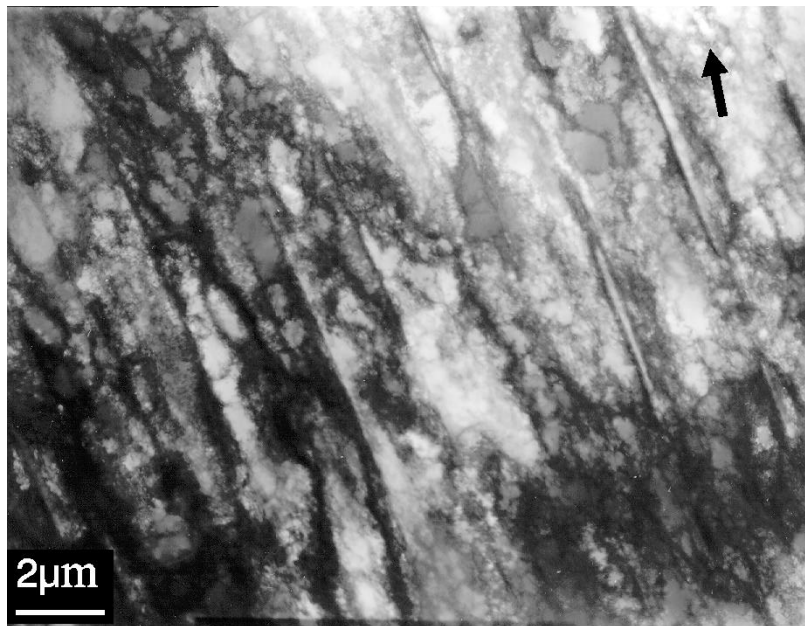
### HWD-strukturen set i valseplanet.

Valseplanet er velordnet sammenlignet med tværplanet. Dislokationsvæggene er som regel veldefinerede og forholdsvis retlinede, så der er hverken i SEM eller i TEM nogen tvivl om hvilken retning et givet sæt dislokationsvægge har (Figur 10.3.14, Figur 10.3.15), men selvfølgelig er der undtagelser (Figur 10.3.16). HWD-strukturerne optræder som regel som "mikrobånd" (Figur 10.3.14, Figur 10.3.15) eller dislokationsvægge (Figur 10.3.15, Figur 10.3.16). Korn med to sæt dislokationsvægge ses i ca. 40% af de observerede korn med HWD-struktur (Figur 10.3.16, Figur 10.3.17).

### 3D-strukturen af HWD korn



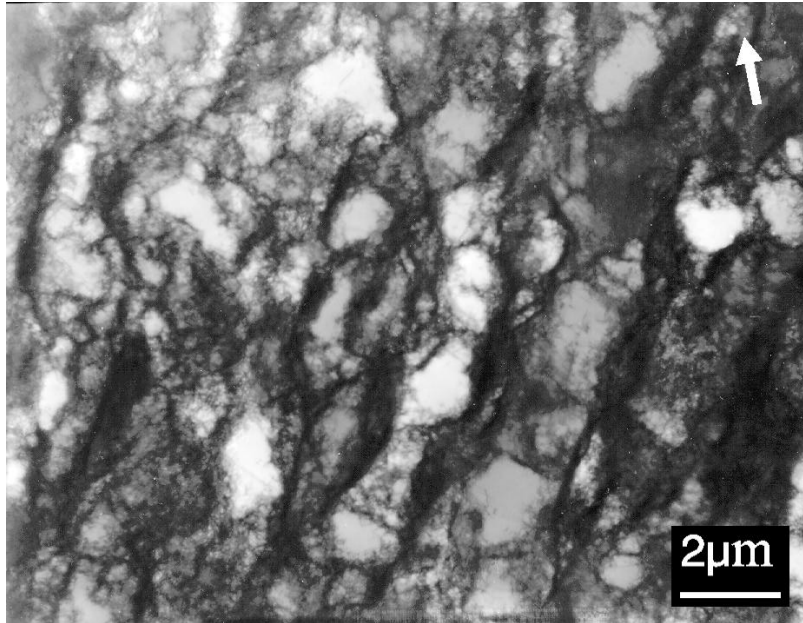
Figur 10.3.14 Cu valset 11%, valseplanet. Pilen indikerer tværretningen. Karakteristisk struktur i valseplanet: Korn fyldt med "mikrobånd". Sammenhængen mellem disse bånd og HWD-strukturen er beskrevet i Figur 10.2.1



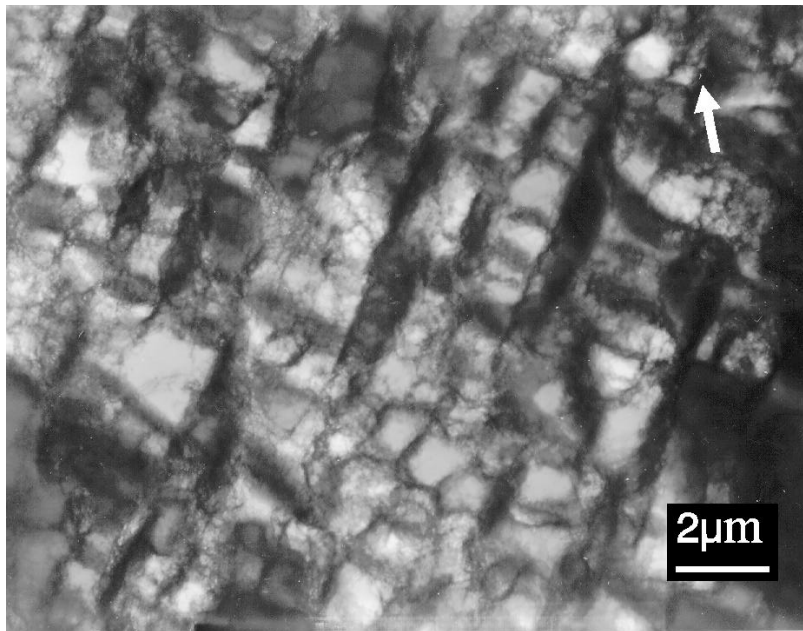
Figur 10.3.15 Cu valset 11%, valseplanet. Pilen indikerer tværretningen. HWD-struktur med blanding af "mikrobånd" og enkelte dislokationsvægge.

De observerede "mikrobånd" ses som en konsekvens af den simple model (Figur 10.2.2) og har intet med andengenerations mikrobånd at gøre da der stort set ikke forekommer MB2 'er ved 11% reduktion (som det også rapporteres af Ananthan *et al* 1991a).

### 3D-strukturen af HWD korn

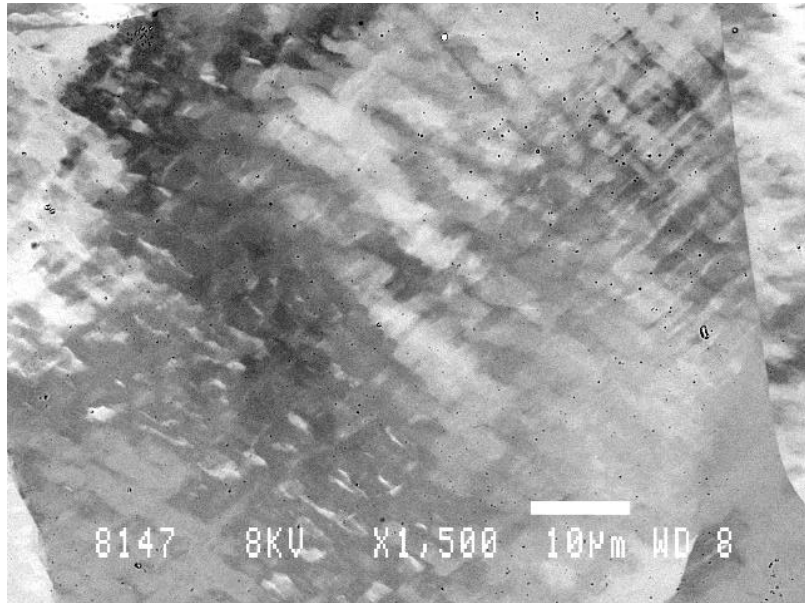


Figur 10.3.16 Cu valset 11%, valseplanet. Pilen indikerer tværetningen. Lange dislokationsvægge med enkelte korte tværvægge. Strukturen minder om tværplanet p.gr.a. det lidt "rodede" udseende, men i modsætning til tværplanet kan man som regel klart skelne to vægssystemer.



Figur 10.3.17 Cu valset 11%, valseplanet. Pilen er parallel med TD. HWD-korn med to sæt af dislokationsvægge som danner en vinkel på ca. 90 ° med hinanden.

### 3D-strukturen af HWD korn

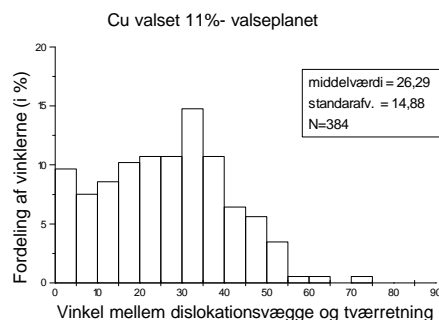


Figur 10.3.18 Cu valset 11%, valset planet (SEM). Billedets underkant er parallelt med TD. HWD-korn med to sæt af dislokationsvægge som ligger næsten vinkelret på hinanden.

Eksistensen af korn med to sæt dislokationsvægge i valseplanet er først beskrevet af Fernandes *et al.* (1993) og de er hyppigst forekommende i materialer med lille kornstørrelse (Gracio 1995). Imidlertid betjener Gracio (1995) sig af en terminologi, der tydeligt viser at der ikke laves nogen distinktioner mellem cellestrukturer (LWD-korn) og HWD-strukturer (og dette gælder også i længdeplanet) hvorfor han omtaler begge strukturtyper (i valseplanet) som “*closed cell structures*”, men han har billeder af samme type struktur som vist i Figur 10.3.17.

#### Kvantitative resultater

Målingerne med SEM viser at orienteringen af dislokationsvæggene (Figur 10.3.19) er langt mere spredt end middel/hovedretningerne i tværplanet, og fordelingen har maksimum ved en vinkel omkring 30° mellem væggene og tværretningen.

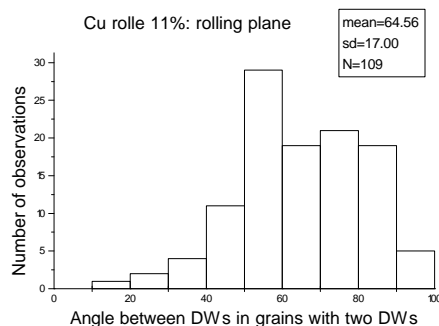


Figur 10.3.19 Orienteringen af dislokationsvægge i valseplanet målt i forhold til tværretningen for Cu valset 11%. Bemærk at fordelingen har maksimum omkring 30°, hvilket betyder, at hovedparten af dislokationsvæggene er ikke parallelle med TD. Der er desuden en stor spredning i vinklerne.

### 3D-strukturen af HWD korn

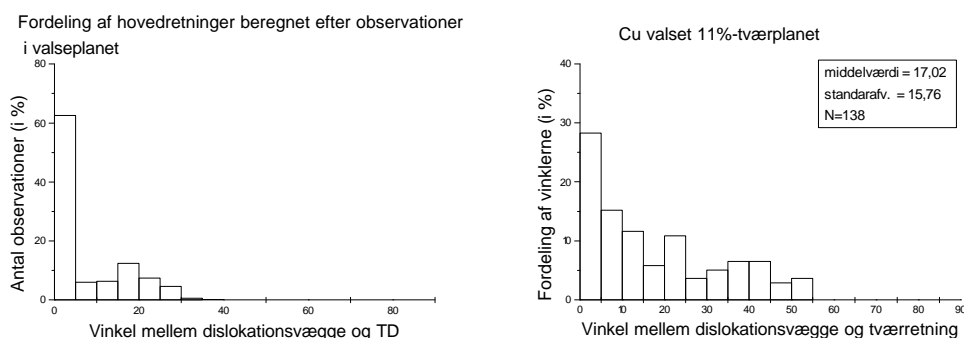
Ud fra modellen i afsnit 10.2 er det let at oversætte den generelle kvalitative forskel mellem TEM billederne af tværsnittet og valseplanet til forskellen i orienteringer af dislokationsvæggene i de to planer: Mange dislokationsvægge i valseplanet er ikke parallelle med TD og derfor får vi en kompleks struktur i tværplanet.

Antallet af korn med to dislokationsvægge (109 ud af 275 korn) samt den høje gennemsnitsvinkel (Figur 10.3.20) betyder, at man er nødt til at overveje konsekvenserne for HWD-strukturen.



Figur 10.3.20 Valseplanet: Korn med to sæt af dislokationsvægge. Histogram over vinklerne mellem de to sæt dislokationsvægge i disse korn. Bemærk at gennemsnitsvinklen er høj og at der kun er få observationer af lave vinkler mellem dislokationsvæggene.

Hvis vi omsætter fordelingen af vinkler mellem dislokationsvæggene i valseplanet (Figur 10.3.20) til hovedretninger i tværplanet ved hjælp af modellen i afsnit 10.2, får vi følgende fordeling (Figur 10.3.21):



Figur 10.3.21 Fordeling af “hovedretninger” beregnet fra valseplanet ud fra den simple model (Figur 10.2.2) og den eksperimentelle fordeling til sammenligning. Bemærk at skalaerne ikke er helt ens.

Vi har for nemheds skyld antaget at alle korn med to dislokationsvægge har væggene symmetrisk orienterede omkring tværreretningen. Den høje søjle ved  $0^\circ$  svarer til alle de korn, hvor vi kun har observeret et sæt dislokationsvægge i valseplanet.

Modellen forudsiger en top omkring nul og en “hale”, hvilket kvalitativt stemmer godt overens med observationerne. Den kvantitative overensstemmelse er derimod ikke særlig god. Højden af  $0^\circ$  søjlen er alt for stor i forhold til de eksperimentelle data, og “halen” er for kort.

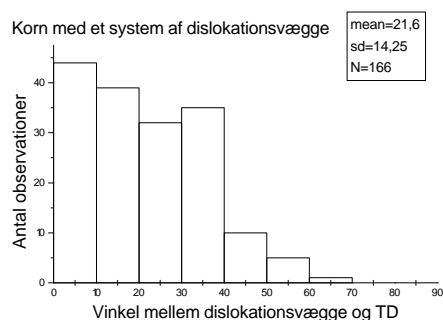
Størrelsen af  $0^\circ$ -søjlen er en konsekvens af modellens “fastfrysningen” af dislokationsvæggene /spormønstret i længdeplanet. Den kombinerede effekt af

variationen i dislokationsvæggens orienteringer i længdeplanet/valseplanet vil tilsammen give sig udslag i en udbredning af  $0^\circ$ -toppen. En anden og mere fundamental fejl ved modellen er, at den antager at alle dislokationsvæggene i givet sæt er parallelle (med en eller anden retning), hvilket er en nødvendig tilnærmelse, hvis vi vil formulere en geometrisk model for strukturerne. Vi må gå ud fra, at disse simplifikationer er årsagen til at modellen forudsiger en rombestruktur i stedet for den observerede “rodede” struktur.

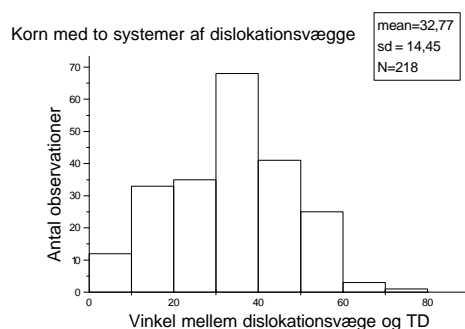
I næste afsnit vil vi tage en mere systematisk indgangsvinkel til problemet, som ikke har denne begrænsende antagelse og konstruere en orienteringsfordeling (*orientation distribution function, ODF*) for at opnå den rumlige fordeling af dislokationsvæggene.

### Korn med to dislokationsvægge (fortsat):

Hvis man prøver at dele kornene op i to grupper, nemlig med henholdsvis et og to sæt af dislokationsvægge ses følgende:



Figur 10.3.22 Histogram over orienteringen af dislokationsvægge i valseplanet for korn med et sæt dislokationsvægge.



Figur 10.3.23 Histogram over orienteringen af dislokationsvægge i valseplanet for korn med to familier af dislokationsvægge.

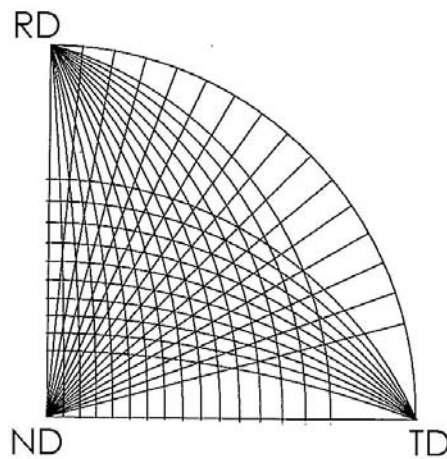
Den samlede fordeling (Figur 10.3.20) dækker i virkeligheden over to fordelinger. Korn med et sæt parallelle dislokationsvægge og korn med to sæt dislokationsvægge har ret forskellige orienteringsfordelinger som det ses ved sammenligning af de to histogrammer Figur 10.3.22 og Figur 10.3.23, hvor vi har plottet vinkelfordelingerne for de to grupper.

### 10.4 Syntetisering af orienteringsfordelingen

Interessen for den rumlige fordeling af dislokationsvæggene er to-foldig – dels skal den ultimative model for dannelsen af dislokationsvægge indeholde beskrivelser af de mekanismer, der styrer de makroskopiske orienteringer, og dels er orienteringsfordelingen (ODF'en) af dislokationsvæggene vigtig, når man skal beregne væggenes bidrag til den mekaniske anisotropi (se f.eks. Hansen og Juul Jensen 1992).

Derfor vil vi fra de en-dimensionelle orienteringsfordelinger (vist i Figur 9.2.1b, Figur 10.3.4 og Figur 10.3.19) prøve at syntetisere den virkelige fordeling af dislokationsvægge, som kan beskrives ved en todimensional polfigur.

En sådan procedure svarer til syntesen af den tredimensionale orienteringsfordeling (ODF) fra todimensionale polfigurer for den krystallografiske tekstur. Problemet er det samme: Mængden af (endimensional) information er utilstrækkelig til at producere en entydig todimensional løsning ligesom mængden af information i de todimensionale polfigurer er utilstrækkelig til at lave en entydig tredimensional ODF i teksturtilfældet.

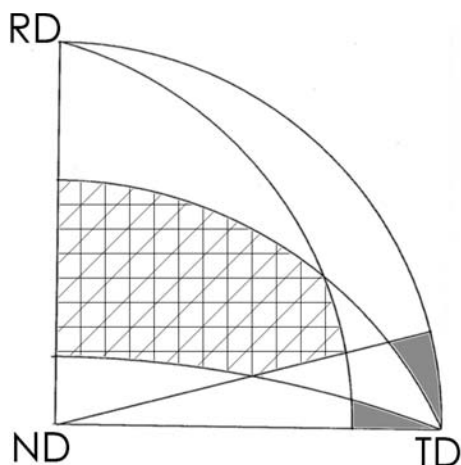


Figur 10.4.1 Strukturen af de en-dimensionelle data plottet i en pol figur med de givne akser. De 9 "halve bananer" der mødes i TD repræsenterer data fra længdeplanet, de 11 "halve bananer" der mødes i RD repræsenterer data fra tværplanet. Lagkagestykkerne, der udgår fra ND repræsenterer data fra valseplanet.

I Figur 10.4.1 viser vi strukturen af vores endimensionale data plottet i en todimensional polfigur. Vi viser kun de områder, der har værdier signifikant forskellige fra nul. Sektionerne vinkelret på TD og RD (dvs. længdeplanet og tværplanet) korresponderer til inddelingen af polfiguren i to sæt "halve bananer" og valseplanet svarer til "lagkagestykkerne". Figur 10.4.1 forudsætter selvfølgelig, at de fire kvarte polfigurer er ens.

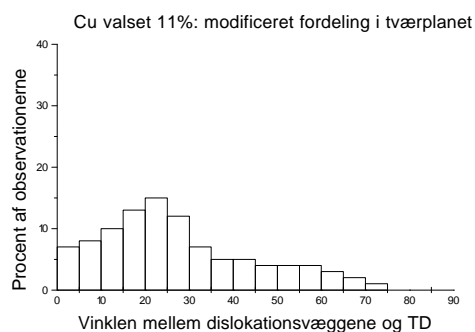
Figur 10.4.2 viser strukturen af de mulige løsninger. I det store skraverede område har alle tre histogrammer værdier forskellige fra nul, hvilket giver *mulighed* for en tæthed af plannormaler forskellig fra nul, hvorimod alle tre histogrammer giver bidraget nul i de to små grå områder, hvilket *kræver*, at tætheden af plannormaler er nul.

### 3D-strukturen af HWD korn



Figur 10.4.2 Overlappet af de en-dimensionelle data plottet i en polfigur svarende til Figur 10.4.1, som giver strukturen af de mulige løsninger. Kun i store (skraverede) område har alle tre histogrammer værdier forskellige fra nul, hvilket giver *mulighed* for en tæthed af plannormaler forskellig fra nul. I de to små grå områder har alle tre histogrammer bidraget nul, hvilket *kræver* at tætheden af plannormaler er nul. I de hvide områder har et eller flere af histogrammerne værdien nul, hvilket strengt logisk også kræver at tætheden af plannormaler er nul, men eftersom vores løsning kun gør brug af to fordelinger, risikerer vi tætheder forskellig fra nul.

Vi vil ikke fremkomme med en procedure, der systematisk kombinerer informationen fra alle tre snit. I stedet foreslår vi en metode, der kombinerer informationen fra længdeplanet og tværplanet til en løsning og så checker vi denne løsning med resultaterne fra valseplanet. Vi har målt retningerne af de “rodede” strukturer i tværplanet. Da vi mener, at den “rodede” struktur med et system af visuelt diffuse retninger dækker over en underliggende struktur, er en fortolkning nødvendig. Den simple model er p.t. vores bedste fortolkning. Derfor modificerer vi fordelingen målt i tværplanet med den gennemsnitlige rotation målt i valseplanet. I praksis vil det sige at hver målt hovedretning  $\alpha$  oversættes til to orienteringer:  $\alpha+26^\circ$  og  $\alpha-26^\circ$ . Oversættelsen er *ikke* en genindførelse af den begrænsende antagelse i den simple model, men blot en fortolkning af den “rodede” struktur. Modifikationen af den transverse fordeling er vist i Figur 10.4.3:



Figur 10.4.3 Modificeret fordeling af for dislokationsvæggene i tværplanet opnået fra hovedretningerne målt i Figur 10.3.4.

De 15 halve bananer der mødes i RD indiceres ved  $i$  og de 9 halve bananer som mødes i TD indiceres ved  $j$ . På den måde svarer hvert enkelt område i Figur 10.4.1 til et koordinatpar  $i,j$ . Dette fører til følgende ligninger:

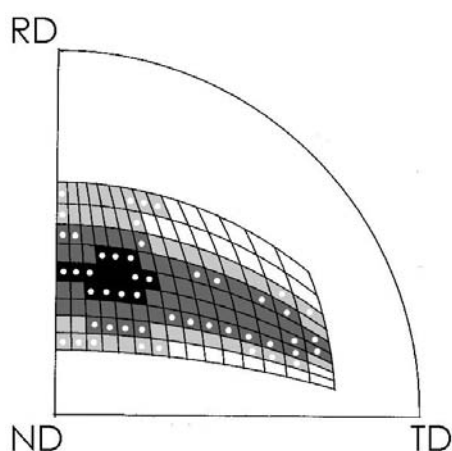


### 3D-strukturen af HWD korn

$$\sum_{i=1}^{15} N_{ij} A_{ij} = S_j \cdot \frac{\pi}{2} \quad (1)$$

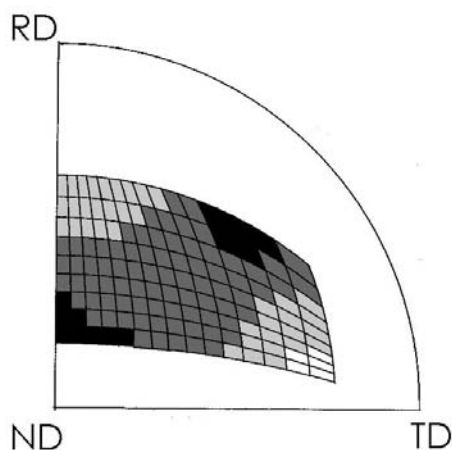
$$\sum_{j=1}^9 N_{ij} A_{ij} = S_i \cdot \frac{\pi}{2} \quad (2)$$

hvor  $N_{ij}$  er tætheden af vægnormaler i arealet  $i,j$ .  $A_{ij}$  er arealet af området  $i,j$  og  $S_i$  og  $S_j$  er højden af de forskellige søjler i henholdsvis Figur 9.2.1b og Figur 10.4.3.  $N_{ij}$  er normaliseret, så en uniform fordeling af vægge ville svare til  $N_{ij}$  lig en.  $A_{ij}$  er udtrykt i brøkdele af den totale rumvinkel  $\pi/2$  for den kvarte polfigur.  $S_i$  og  $S_j$  er udtrykt i brøkdele af de totale antal observationer.



Figur 10.4.4. ODF af vægnormalerne plottet i polfigur. Tætheden 1 svarer til en tilfældig fordeling og farvekoden svarer til følgende værdier:

■ > 10, ■ >5, ■ >2, ■ > 1 ■ >0.5, ■ >0.25 resten (al det hvide) er < 0.25.



Figur 10.4.5 Forskellen i areal mellem de forskellige områder i polfiguren (De  $A_{ij}$  som indgår i ligning (3)). Farvekoden svarer til følgende værdier:

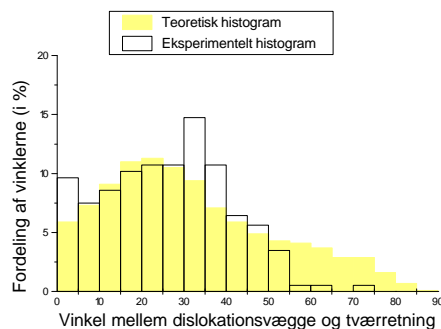
■ >  $6.5 \cdot 10^{-3}$  ■  $5-6.5 \cdot 10^{-3}$  ■  $3.5-5.0 \cdot 10^{-3}$  steradianer, og arealerne af de med hvidt markerede områder er arealerne under  $3.5 \cdot 10^{-3}$  steradianer.

Med ligning (1,2) har vi i alt 24 ligninger til at bestemme 135 ubekendte  $N_{ij}$  og dette betyder som allerede tidligere nævnt, at dette udelukker en unik løsning. En mulig løsning er

$$N_{ij} = \frac{S_i S_j}{A_{ij}} \cdot \frac{\pi}{2} \quad (3)$$

Fordelingen af vægnormaler opnået ud fra ovenstående ligning er vist i polfiguren Figur 10.4.4.

I Figur 10.4.6 er den teoretiske fordeling af dislokationsvæggenes orienteringer i valseplanet beregnet fra Figur 10.4.4. Som det ses ved sammenligning med den overlejlrede eksperimentelle fordeling, har det teoretiske histogram de generelle træk, men fanger ikke detaljer såsom toppen ved 30° og en kortere “hale”.



Figur 10.4.6 Sammenligning mellem den eksperimentelle fordeling af dislokationsvægge og en teoretisk fordeling opnået fra Figur 10.4.4.

I betragtning af, at vi som første tilnærmelse har valgt en løsning, der ikke direkte tager hensyn til fordelingen i valseplanet, men kun indirekte via modifikation af tværplansfordelingen, er resultatet o.k. De dybereliggende overvejelser, om procedurens præcision mv. vil blive gennemgået i diskussionsafsnittet.

## 10.5 Diskussion

### Den rumlige struktur af HWD : Fordelene ved den simple model

Den simple model, der bygger på observationerne af HWD-strukturen i længdeplanet og 45°-planet, forklarer en lang række fænomener:

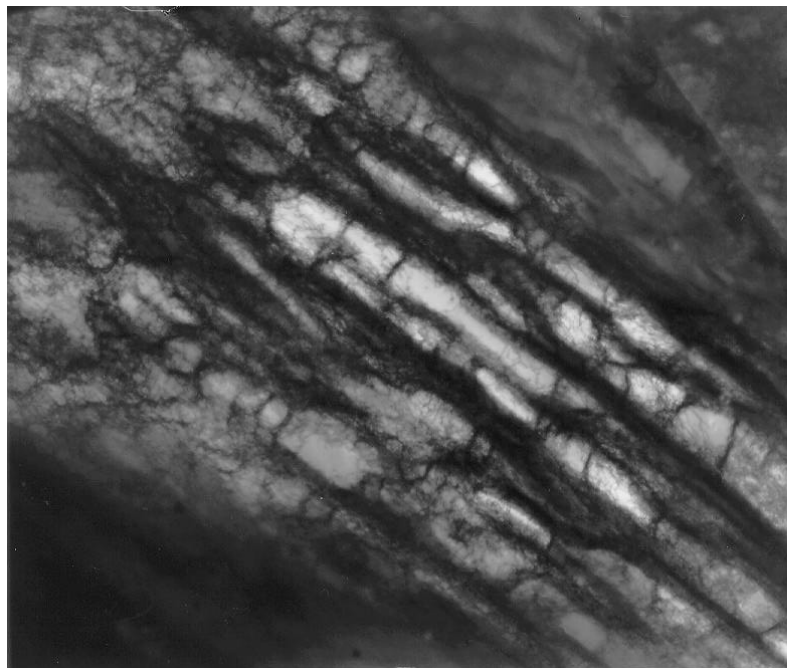
- Eksistensen af “mikrobånd” i valseplanet.
- Eksistensen af rombestrukturer i tværplanet
- Eksistensen af tværgående dislokationsvægge på de lange dislokationsvægge i 45°
- Forskellen på valseplanet og tværplanet som en konsekvens af de forskellige orienteringsfordelinger af dislokationsvæggene i de to planer.

De første tre punkter i denne opremsning er kvalitative udsagn, som direkte eftervises med billeder fra de respektive planer, hvorimod den generelle forskel mellem valseplanet og tværplanet primært er på det kvantitative plan. Der er ingen tvivl om, at alle typer strukturer, der optræder i valseplanet, også optræder i tværplanet – der er bare stor forskel på hyppigheden. Målingen af dislokationsvæggene i valseplanet er utvetydig, for så vidt at man direkte kan skelne de enkelte vægge. Kvaliteten af målingerne af hovedretningerne i tværplanet er en anden sag. Hvor præcist vi kan bestemme en sådan hovedretning kan diskuteres, men ud fra observationerne i 45°-planet sammenholdt modellen beskrevet i afsnit 10.2 er der ingen tvivl om at det giver mening at måle hovedretningerne.

### Den rumlige struktur af HWD : Problemerne ved den simple model

Vores simple model forudsiger dislokationsvægge ca.  $90^\circ$  på tværretningen i  $45^\circ$ -planet. Den forudsiger samtidigt, at afstanden imellem dislokationsvæggene skal være meget større end for systemet tæt på tværretningen, hvilket bestemt ikke er tilfældet i Figur 10.1.5, hvor afstanden mellem væggene stort set er den samme for begge systemer. Tilsvarende observationer er gjort for en del andre korn.

Forklaringen kunne være, at der er mere end to sæt dislokationsvægge i nogle HWD-korn. Eksistensen af tre sæt gennemgående plane dislokationsvægge i en kobber énkystal er før observeret af Kawasaki og Takeuchi (1980). Dette kunne være tilfældet med kornet i Figur 10.1.5. Nogle observationer i TEM giver ligeledes indikationer af et tredje sæt vægge (Figur 10.5.1), men antallet af



Figur 10.5.1 Cu valset 21%, tværplanet. Pilen er parallel med TD. Der klare korte dislokationsvægge vinkelret på de lange dislokationsvægge. Givet en sådan struktur ville man i SEM kun registrere de lange dislokationsvægge.

observerede korte dislokationsvægge i tværplanet er få. I princippet kunne disse hypotetiske vægge “gemme” sig i “rodede” strukturer som vist i Figur 10.3.6. Korte vægstumper med en anden retning som kunne “forsvinde” imellem de lange dislokationsvægge, men problemet er, hvordan sådanne vægge passer ind i længdeplanets HWD-strukturer, som generelt er velordnede.

### Opsummering

Som det fremgår af diskussionen i den foregående sektion er der enkelte problemer i forståelsen af den rumlige struktur af HWD-kornene. På den anden side vidner observationerne i  $45^\circ$ -planet og mange af observationerne i tværplanet, om at HWD-strukturen i mange korn består af lange forholdsvis plane dislokationsvægge.

Den fuldstændige løsning til dette problem kræver uden tvivl TEM undersøgelser af valsedede énkrytaller, der danner HWD-strukturer. Fordelen ved énkrytaller er, at man er sikker på at undersøge den samme struktur fra tre sider. Ligeledes vil det også være

muligt at se, hvad afvigelser fra de tre hovedsnit betyder for de observerede strukturer, hvilket vil give mere indsigt i problemerne omkring observation af et polykrystallinsk materiale.

### **Diskussion af proceduren for syntetisering af den todimensionale ODF.**

For at anskueliggøre for læseren med hvilken præcision (eller mangel på samme) orienteringsfordelingen er bestemt (vist i Figur 10.4.4), skal vi kigge nærmere på fordele og ulemper ved metoden brugt i ODF syntesen. Ydermere da syntesen er relativt simpel (syntese af en todimensional ODF fra en-dimensionelle eksperimentelle resultater), vil problemerne som vi er stødt på i dette problem tjene som en meget klar illustration af problemerne indbygget i den tilsvarende (men mere komplicerede) analyse af den krystallografiske tekstur: Syntesen af en tredimensional ODF fra todimensionale eksperimentelle polfigurer.

Vores situation er specielt simpel, fordi vi kun gør direkte brug af orienteringsfordelingen af væggene i de to snit vinkelret på RD og TD, hvilket gør det naturligt at bruge en inddeling af ODF-polfiguren i diskrete områder definerede af de to familier af halve baner (se illustrationen i Figur 10.4.1). I denne situation er al den viden vi skal inkludere i ODF'en udtrykt i ligning 1-2. Vi har tilsvarende information om vægfordelingen i snittene vinkelret på ND og i 45°-snittet, der hver især refererer til forskellige diskrete områder. Vi bruger informationen fra valseplanet i en sammenligning med et histogram afledt af ODF'en (Figur 10.4.6). Som tidligere nævnt er problemet, at ligningerne (1-2) ikke indeholder nok information til at sikre en unik løsning. Vi vælger løsningen givet ved ligningen (3) som har fordele og ulemper. En konsekvens af dette valg er, at et område, defineret af to krydsende sæt af halve baner med høje søjler i de eksperimentelle histogrammer, selv vil have en relativ høj værdi af normaltætheden  $N_{ij}$ . Dette skyldes at vi ikke har information nok til at fange eventuelle korrelationer mellem de to en-dimensionelle fordelinger og derfor (implicit i modellen) må betragte dem som uafhængige. Som en konsekvens heraf kunne man forestille sig, at  $N_{ij}$  er 0, selv om produktet af tæthederne i de to baner ikke er det. På den anden side er en anden konsekvens af denne løsning at en halv banan korresponderende til søjlehøjden 0 (også teoretisk) definerer et område i ODF - figuren med  $N_{ij}$  lig nul. Ulempen ved den valgte løsning er, at den involverer division med et specifikt areal  $A_{ij}$ , som varierer meget. Eksempelvis vil dette i princippet kunne føre til singulariteter nær ved RD og TD ( $A_{ij}$  er meget små i disse områder) hvis  $S_i$  og  $S_j$  har endelige værdier her. I nuværende problemstilling har dette ikke nogen alvorlige konsekvenser:  $S_i S_j$  er nul tæt på RD og TD, og der er ikke nogen stor variation i  $A_{ij}$  i områderne med høje værdier af  $S_i S_j$  (som det ses i Figur 10.4.5). En speciel konsekvens af divisionen med  $A_{ij}$  er, at histogrammer med alle søjler ens ikke vil føre til en ODF korresponderende til en tilfældig fordeling af væggene, hvilket ville være den naturlige løsning.

I fremtidige projekter af lignende art bør man forsøge at implementere metoder, der ligner dem, man bruger i teksturanalysen, som tillader brugen af flere histogrammer som direkte input. Fremgangsmåden brugt i denne rapport har vis forbindelse til "Direct methods" i teksturanalysen (Wenk *et al.* 1988).

Fra et filosofisk synspunkt har situationen i teksturanalysen ligheder med vores problem: Den eneste information, der er til rådighed er udtrykt i ligningerne (1-2), og denne information er utilstrækkelig til at finde en unik løsning for ODF'en (givet det antal polfigurer det er praktisk muligt at måle). Altså repræsenterer enhver ODF et valg mellem de mulige løsninger. Normalt efterprøver man disse løsninger ved at

sammenligne polfigurer genereret fra ODF'en med de eksperimentelle polfigurer, og for nogen former for ODF-syntese er det et særdeles relevant check. Men lighed mellem de genererede og de eksperimentelle polfigurer beviser ikke, at det er den rigtige ODF. Det er ikke muligt, fordi *der er ingen unik løsning*. Vores fremgangsmåde for syntesen af den todimensionale løsning giver en matematisk korrekt løsning i den forstand, at ODF'en reproducerer de eksperimentelle histogrammer som var input i syntesen. Sammenhængen mellem ODF'en og den fysiske virkelighed er en helt anden historie.

Man skal dog have i mente, at sammenligningen mellem syntesen af de todimensionale ODF'er og syntesen af den tredimensionale tekstur ODF er på et rent filosofisk niveau. Der er ingen tvivl om at metoderne brugt i teksturanalyse kommer tættere på en fysisk løsning end metoden anvendt til vores analyse af dislokationsvæggene. På den anden side er vi overbevist om at under de nuværende omstændigheder er den foreliggende metode et godt bud på en arbejdsbesparende ODF-analyse af dislokationsvæggene i HWD-strukturen.

## 11. Mikrostruktur og krystallografisk orientering

*En undersøgelse af sammenhængen mellem mikrostruktur og krystallografisk orientering i kobber og messing.*

### 11.1 Baggrund

Mikrostrukturen af valset kobber ved lave deformationer er diskuteret i kapitel 5. I valset messing, ved lave til moderate tøjninger, indeholder ca. 50% af kornene høje tætheder af tynde deformationstvillinger. Deformationstvillingerne er normalt koncentreret i *bundles*, der er sammensatte af tvillinger og matrix-lameller. De andre 50% af kornene har i følge litteraturen en ret homogen distribution af dislokationer med ingen eller få tvillinger (Duggan *et al.* 1978, Leffers og Bilde-Sørensen 1990).

For at forstå hvorledes disse strukturer virker rent mikromekanisk er det logiske første skridt at forsøge at relatere mikrostrukturen i de enkelte korn til deres krystallografiske orientering. Leffers og Ananthan (1991) forsøgte dette for valset kobber og messing. For valset kobber var sammenhængen mellem mikrostruktur og orientering tvivlsom, hvorimod der var en klar statistisk sammenhæng for messing.

Årsagen til at vi gentager denne undersøgelse, er at observationerne, der blev foretaget af Leffers og Ananthan (1991), led under forskellige svagheder:

- De anvendte materialer var valset til 28% og 26% reduktion, hvilket betyder at der var substantielle gitterrotationer efter at den pågældende mikrostruktur var dannet (ved lavere tøjninger).
- Resultaterne blev plottet i todimensionale inverse polfigurer og ikke i det mere præcise tredimensionale orienteringsrum.
- TEM undersøgelserne var ikke baseret på den seneste teknologi og dette begrænsede antallet af undersøgte korn og den nøjagtighed hvormed de blev undersøgt.

Vi lader derfor undersøgelsen tage sit udgangspunkt med henblik på at rette disse svagheder, som det vil fremgå af det følgende. Desuden vil vi supplere med forskellige andre observationer såsom sammenhængen mellem kornstørrelse og struktur.

### 11.2 Eksperimentelle detaljer

#### Materialer

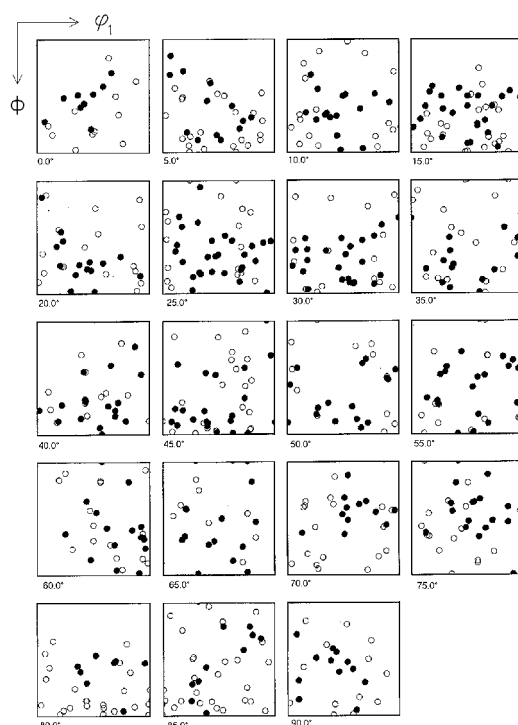
Materialerne der blev anvendt til denne undersøgelse, var Cu valset 11% og messing med 15% vægtprocent zink (produceret af kobber og zink med en nominel renhed på 99.98%). Kornstørrelsen af messingen var 40  $\mu\text{m}$ . De primære valsereduktioner var 11% for kobbers vedkommende og 17% for messing. Andre detaljer om kobberet er opført i kapitel 3.

## Eksperimentelle teknikker

SEM undersøgelser: Den tilsyneladende kornstørrelse blev målt ved at optegne korngrænsen på det elektroniske billede, hvorefter computeren beregnede arealet. Andre detaljer såsom prøvepreparation er beskrevet i kapitel 4. Observationer af mikrostrukturer med SEM er diskuteret i detalje i kapitel 6.

### 11.3 Eksperimentelle resultater

#### Orienteringseffekter i kobber

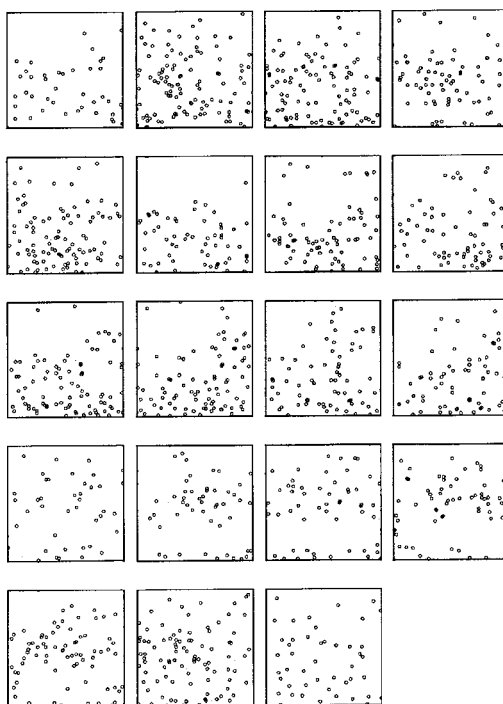


Figur 11.3.1 ODF over 104 HWD korn (markeret som sorte punkter) og 102 LWD korn (markeret med cirkel). Alle orienteringer er målt ved 11% valsereduktion. Det tredimensionelle Eulerrum er repræsenteret ved todimensionale snit med fastholdt  $\phi_2, \phi_1, \Phi, \phi_2$  er alle i intervallet  $0^\circ-90^\circ$ .

Den krystallografiske orientering af 104 HWD korn og 102 LWD korn blev målt. Resultaterne er vist i Figur 11.3.1 (Sorte punkter er HWD korn og hvide punkter LWD korn). For sammenligningens skyld er det samme antal korn<sup>19</sup> genereret på basis af den målte tekstur efter 11% reduktion efter den metode, som er beskrevet af Leffers og Juul Jensen (1991) og plottet på samme måde som i Figur 11.3.1. Sammenligning af Figur 11.3.1 og Figur 11.3.2 (hvor de forskellige farver af prikkerne ignoreres) viser at Figur 11.3.1 er en rimelig repræsentation af kornene i materialet valset 11%, hvad angår

<sup>19</sup> Af praktiske grunde som er beskrevet af Leffers og Juul Jensen (1991) kan antallet af korn i Figur 11.3.2 ikke bestemmes præcist på forhånd.

de krystallografiske orienteringer. Den ulige fordeling af punkter i Figur 11.3.1 og Figur 11.3.2 skyldes mestendels non-lineariteten af Eulerrummet, men der er også et vist bidrag fra den svage tekstur i materialet.



Figur 11.3.2 ODF af ca. 200 korn genereret på basis af den målte tekstur for kobber valset 11%. Plottet med akser som Figur 11.3.1. ODF'en viser at målingerne i Figur 11.3.1 (sorte og hvide punkter til sammen) repræsenterer tekturen rimeligt.

Figur 11.3.1 viser ikke en utvetydig sammenhæng mellem typen af mikrostruktur og den krystallografiske orientering (dvs. der er ingen utvetydig sammenhæng mellem farve og position af punkterne). På den anden side synes der at være nogen områder der fortrinsvis er besat med HWD-punkter og visse andre områder, der fortrinsvis er besat med LWD-punkter.

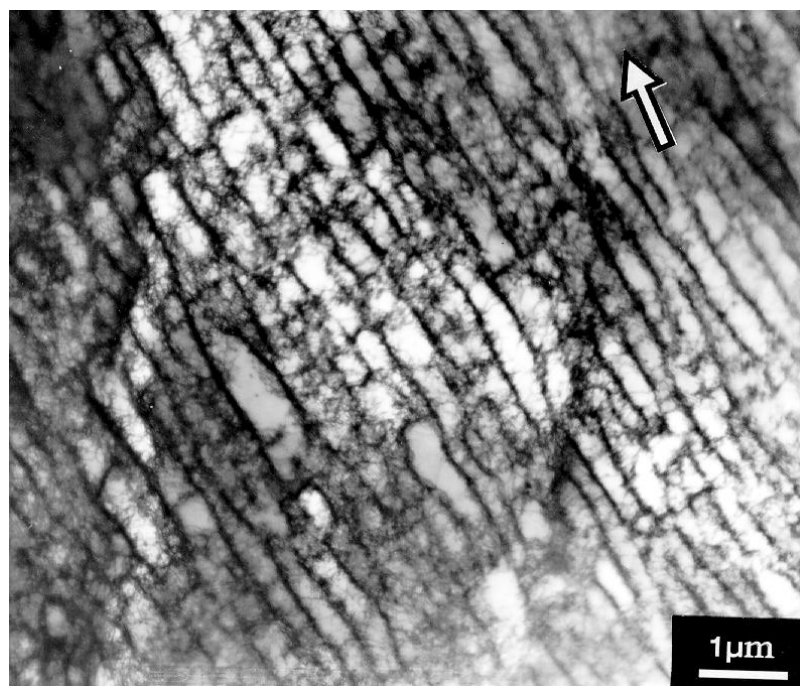
For at få et objektivt svar på spørgsmålet, om hvorvidt der er sammenhæng mellem typen af mikrostruktur og position, har vi undersøgt naborelationerne: Har et punkt af en vis farve (sort eller hvid) et punkt af samme farve eller et punkt af den modsatte farve som dets nærmeste nabo, næstnærmeste nabo eller tredjenærmeste nabo? De eksperimentelle frekvenser for naboer med samme og modsatte farver er vist i Tabel 11.3-1 sammen med de teoretisk beregnede sandsynligheder for en tilfældig fordeling af sorte og hvide punkter. Det er oplagt at punkter af en given farve har en tendens til fortrinsvis at have naboer af samme farve, men tendensen er svag. Korn af en given farve (HWD eller LWD) har altså en svag tendens til at samles i visse områder af orienteringsrummet.



Sorte punkter Eksperiment		Sorte punkter Tilfældig fordeling	Hvide punkter Eksperiment		Hvide punkter Tilfældig fordeling
NN sort	0.5705	0.5041	NN hvid	0.5948	0.4943
AN sort	0.5609		AN hvid	0.5752	
TN sort	0.5833		TN hvid	0.6307	
NN hvid	0.4295	0.4959	NN sort	0.4052	0.5057
AN hvid	0.4291		AN sort	0.4248	
TN hvid	0.4197		TN sort	0.3693	

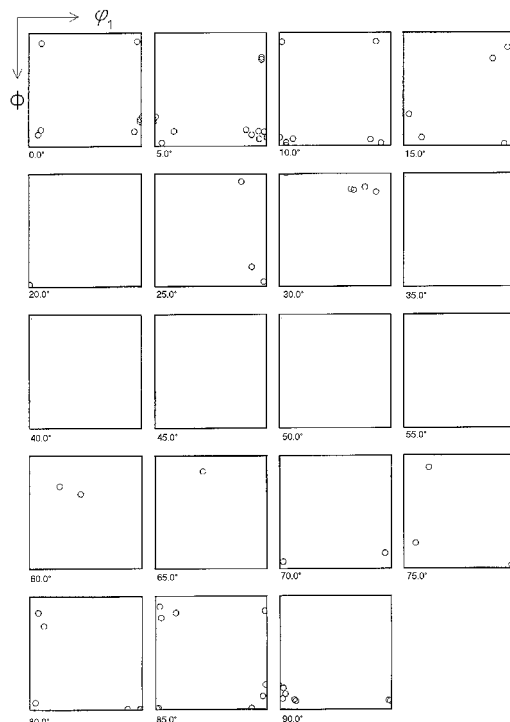
Tabel 11.3-1. Naborelationerne for kobber. NN= nærmeste nabo, AN= anden nærmeste nabo, TN= tredjenærmeste nabo

Undersøgelserne af kobberet viste, at nogle få korn (eller dele af korn) havde en let genkendelig tredje type mikrostruktur. Denne type OD-mikrostruktur blev allerede observeret ved 11% reduktion, hvor den i praksis viste sig som en LWD-struktur med elongerede celler. Ved højere reduktioner blev cellevæggene i denne struktur mere og mere parallelle med valseretningen som vist i Figur 11.3.3



Figur 11.3.3. Cu valset 39%, pilen indikerer valseretningen. Lamellignende struktur, der næsten er parallel med valseretningen. Strukturen forekommer i korn, som er tæt på *Cube*-orienteringen.

I Figur 11.3.4 har vi plottet den krystallografiske orientering af alle korn (eller dele af korn) med denne mikrostruktur (valsereduktioner 21%-39%). Alle orienteringerne er tæt på (eller ikke langt fra) *Cube*-orienteringen  $\{100\}\langle 001 \rangle$ .



Figur 11.3.4. ODF over korn med den mikrostruktur der er vist i Figur 11.3.3. Orienteringerne er målt for valsereduktioner mellem 21% og 39%. Bemærk at langt de fleste orienteringer er tæt på *Cube* orienteringen (*Cube*-orienteringen er indikeret på Figur 11.7.1).

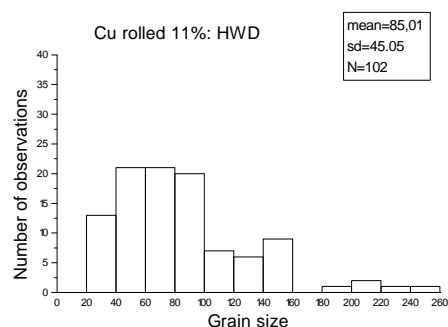
Denne struktur parallelt med valseretningen er observeret i en *cube*-énkrystal af Wróbel *et al.* (1994). *Cube*-énkrystaller er normalt karakteriseret ved at være ustabile under valsning, men i de centrale lag er der mulighed for at den oprindelige orientering bibeholdes helt op til 95% valsereduktion, hvilket bekræftes af teksturmålinger (Köhlhoff *et al.* 1984). Dette betyder igen, at der er meget små misorienteringer henover dislokationsvæggene i mikrostrukturen.

Som en konsekvens af det foregående virker implikationen kun en vej. Langt fra alle *cube*-korn udvikler denne struktur, men til gengæld er de korn, der udvikler strukturen, tæt på *cube*-orienteringen.

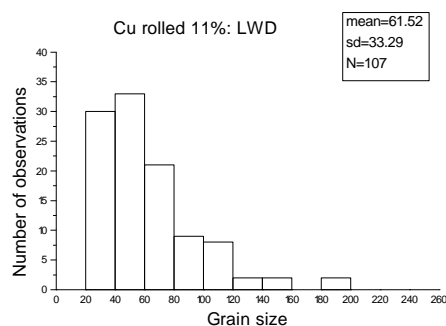
#### 11.4 Kornstørrelseseffekt i kobber

Da vi indså, at sammenhængen mellem typen af mikrostruktur og den krystallografiske orientering er tvetydig, besluttede vi at lede efter andre mekanismer, der kunne bestemme udviklingen i de enkelte korn. Den eneste mulighed, som kunne forfølges rent eksperimentelt, var en eventuel kornstørrelsesafhængighed.

Figur 11.4.1 og Figur 11.4.2 viser kornstørrelsesfordelingen for 102 HWD-korn og 107 LWD-korn. Der er en signifikant forskel mellem de to fordelinger:



Figur 11.4.1 Cu valset 11%. Den tilsyneladende størrelsesfordeling af korn med HWD-mikrostruktur. Sammenlignes med nedenstående figur.



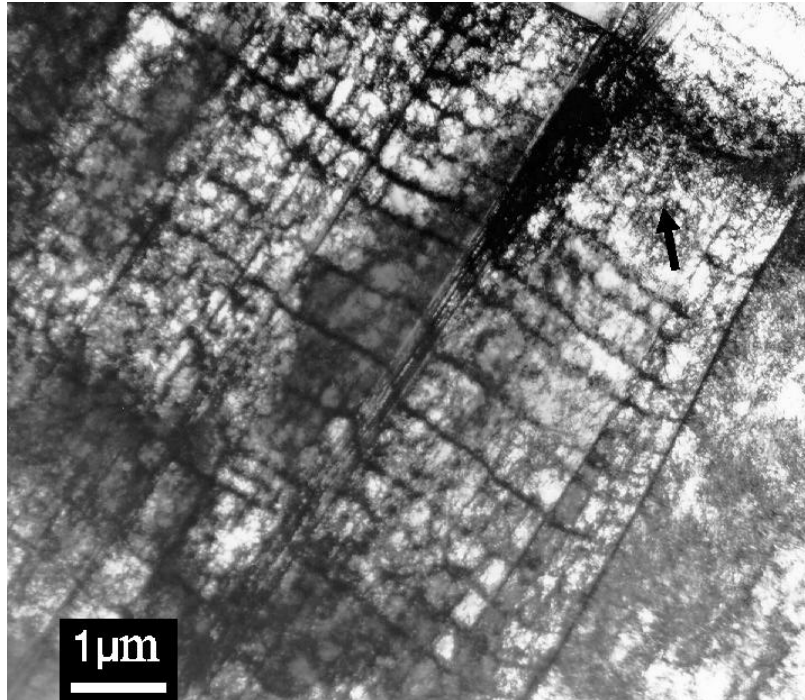
Figur 11.4.2 Cu valset 11%. Den tilsyneladende størrelsesfordeling af korn med LWD-mikrostruktur. Sammenlignes med ovenstående figur.

Den gennemsnitlige kornstørrelse er større for HWD-kornene, og i særdeleshed de største korn har en præference for HWD-strukturer. På den anden side er der meget overlap mellem de to kornstørrelsesfordelinger. Kornstørrelsen har åbenbart en vis effekt på typen af mikrostruktur, men der er ikke skarp skillelinie mellem størrelsen på LWD-korn og HWD-korn. Kornstørrelse er kun en af de faktorer, der influerer mikrostrukturtypen. Dette bekræftes i øvrigt af vores undersøgelser af det grovkornede materiale i kapitel 7, hvor ca. 70% af kornene er HWD og 30% LWD (ud af en total på 159 korn)

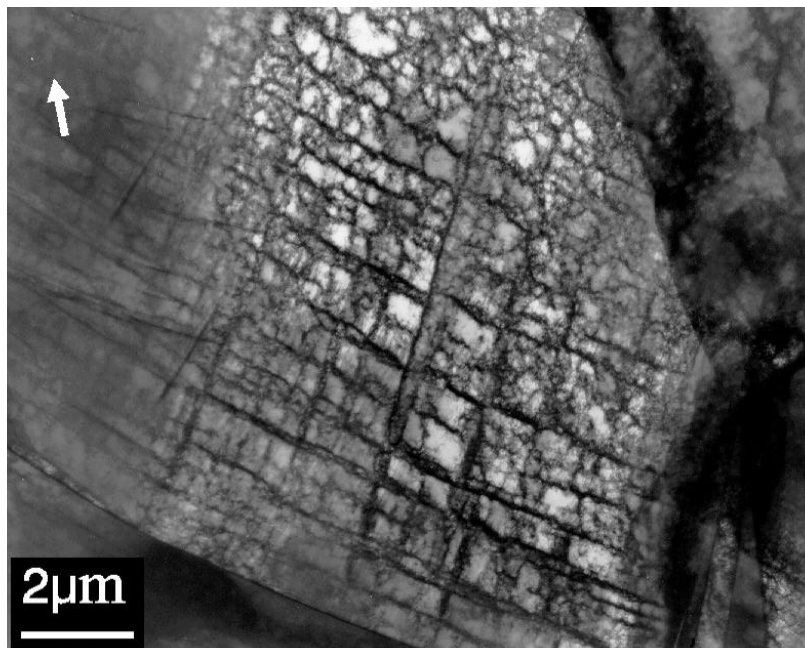
Man lægger måske mærke at den gennemsnitlige kornstørrelse fra de to distributioner er mindre end de  $93\mu\text{m}$ , der citeres i kapitel 4. Dette skyldes at den gennemsnitlige kornstørrelse fra kapitel 4 er den sande kornstørrelse (den tilsyneladende multipliceret med  $4/\pi$ ).

### 11.5 Orienterings effekter i messing

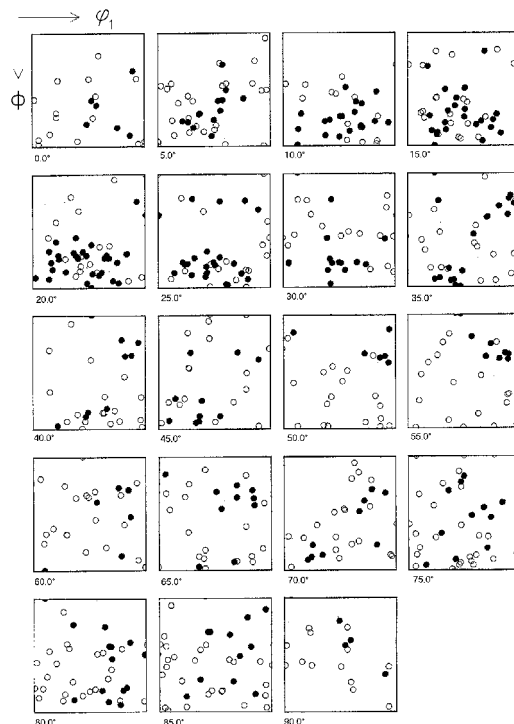
Leffers og Ananthan (1991) skelnede mellem tre forskellige typer korn i valset messing (26% reduktion): Korn med *bundles* af lameller af tvillinger og matrix, korn med spredte tvillinger og korn uden tvillinger. I det messing materiale, der undersøges i dette arbejde (17% reduktion), er strukturen af *bundles* ikke særlig udviklet. Derfor er den grundlæggende distinktion mellem korn med tvillinger og korn uden.



Figur 11.5.1 Messing med 15% zink valset 17%. Pilen indikerer valseretningen. Deformationstvillinger, der krydser dislokationsvægge. Bemærk at dislokationsvæggene forskydes. Kornet er atypisk for denne deformationsgrad, idet vi ser flere tvillinger tæt på hinanden (såkaldte “bundles”-Leffers og Bilde-Sørensen 1990).



Figur 11.5.2 Messing med 15% zink valset 17%. Pilen indikerer valseretningen. HWD-lignende struktur. Dislokationsvægge i messing forekommer jævnlgt ved denne valsereduktion.



Figur 11.5.3 ODF over 81 korn med deformations tvillinger (markeret som sorte punkter) og 119 korn uden deformations tvillinger (markeret med cirkel). Alle orienteringer er målt ved 17% valsereduktion.

På den anden side fandt vi, i modsætning til tidligere observationer, en del korn med en struktur meget lig den HWD struktur man finder i kobber som vist i Figur 11.5.2. Tilsvarende fandt vi også korn med noget, der ligner en cellestruktur, men det er langt mindre tydeligt i sammenligning med kobber. Størstedelen af disse korn har ingen tvillinger. I Figur 11.5.3 er orienteringerne af 81 korn med tvillinger og 119 korn uden tvillinger plottet som henholdsvis sorte og hvide punkter.

Figur 11.5.3 viser en klar om ikke utvetydig sammenhæng mellem tvillinger og gitterorientering. De sorte punkter (med tvillinger) og de hvide punkter (uden tvillinger) samler sig i forskellige områder af orienteringsrummet. Tabel 11.5-1 kvantificerer naborelationerne på samme måde som Tabel 11.3-1 gjorde for kobber. De sorte punkter har en stærk præference for sorte naboer sammenlignet med sandsynligheden for, at et sort punkt har en sort nabo i en tilfældig fordeling. De hvide punkter har en klar præference for hvide punkter som den nærmeste nabo sammenlignet med sandsynligheden for at have et hvidt punkt som nærmeste nabo i en tilfældig fordeling. Derimod er sandsynligheden for at et hvidt punkt har et hvidt punkt som tredje nærmeste nabo tæt på sandsynligheden givet for en tilfældig fordeling. Dette betyder at kornene med tvillinger helt klart samler sig i bestemte områder af orienteringsrummet, hvorimod kornene uden tvillinger er mere jævnt fordelt (men ikke helt jævnt fordelt).

Sorte punkter Eksperiment		Sorte punkter Tilfældig fordeling	Hvide punkter Eksperiment		Hvide punkter Tilfældig fordeling
NN sort	0.5391	0.4020	NN hvid	0.7283	0.5930
AN sort	0.5638		AN hvid	0.6639	
TN sort	0.5597		TN hvid	0.5910	
NN hvid	0.4609	0.5980	NN sort	0.2717	0.4070
AN hvid	0.4362		AN sort	0.3361	
TN hvid	0.4403		TN sort	0.4090	

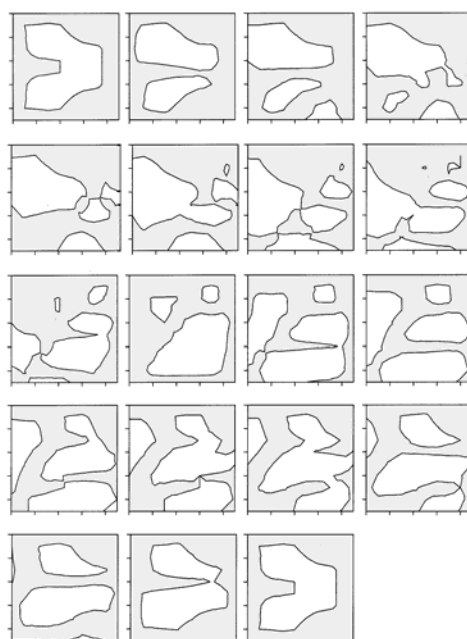
Tabel 11.5-1 Naborelationerne for messing. NN= nærmeste nabo, AN= anden nærmeste nabo, TN= tredjenærmeste nabo

### 11.6 Teoretiske fordelinger

For at kunne evaluere de eksperimentelle resultater, som er vist i Figur 11.3.1 og Figur 11.5.3, er det essentielt, at de sammenlignes med fordelinger opnået fra modelberegninger. I dette afsnit vil vi vise modelberegninger for kobber og messing og sammenligne dem med de eksperimentelle resultater. Modelberegningerne er foretaget af Grethe Winther, Risø.

#### Modeller for kobber

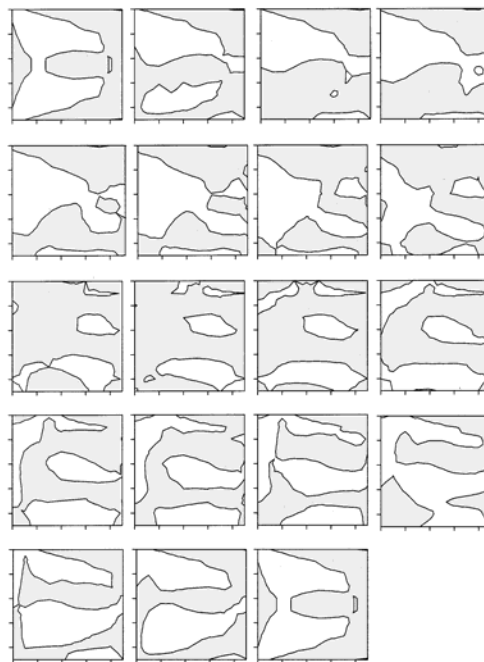
Bortset fra en model foreslået af Leffers og Ananthan (1991), er der ikke litteraturen indikationer af specifikke deformationsmønstre som fører til HWD- og LWD-strukturer.



Figur 11.6.1 Eulerplot af forholdet mellem højst opløste forskydnings-spænding og næsthøjeste forskydnings-spænding i et korn. Akser som Figur 11.3.1. Områder hvor forholdet er højt er hvide og områder, hvor forholdet er lavt er grå. Kontouren som adskiller hvide og grå områder svarende til 50% hvid og 50% grå er 0.85.



Figur 11.6.2 Eulerplot af forholdet mellem slipamplituden for det mest aktive slipsystem og for det næstmest aktive slipsystem beregnet ud fra en Tayloranalyse. Akser som Figur 11.3.1. Områder, hvor forholdet er højt, er hvide og områder, hvor forholdet er lavt, er grå. Kontouren som adskiller hvide og grå områder svarende til 50% hvid og 50% grå er 0.55.



Figur 11.6.3 Euler plot af forholdet mellem slipamplituden for det mest aktive slipsystem og summen af slipamplituderne på alle andre aktive slipsystemer beregnet ud fra en Tayloranalyse. Akser som Figur 11.3.1. Områder, hvor forholdet er højt, er hvide og områder, hvor forholdet er lavt, er grå. Kontouren som adskiller hvide og grå områder svarende til 50% hvid og 50% grå er 1.10.

Vi er derfor overladt til egne ideer. Udgangspunktet er at opstille kriterier, som udvælger et slipsystem i forhold til alle andre slipsystemer (hvor vi kun betragter slipsystemer af typen  $\{111\}\langle 110\rangle$ ). Alt efter positionen i Eulerrummet er dette system ud fra kriteriet mere eller mindre favoriseret i forhold til alle andre slipsystemer.

Figur 11.6.1, Figur 11.6.2 og Figur 11.6.3 viser de teoretiske fordelinger i Eulerrummet i områder, hvor et slipsystem er i særlig favorabel orientering og områder hvor et slipssystem er mindre favorabelt orienteret. Arealer med en klar favorisering af et bestemt slipsystem er hvide og arealer uden særlig favorisering er grå. Grænserne er tegnet således at de hvide og de grå områder repræsenterer det samme areal af orienterings rummet, hvilket svarer til 50/50 fordelingen af HWD og LWD strukturer.

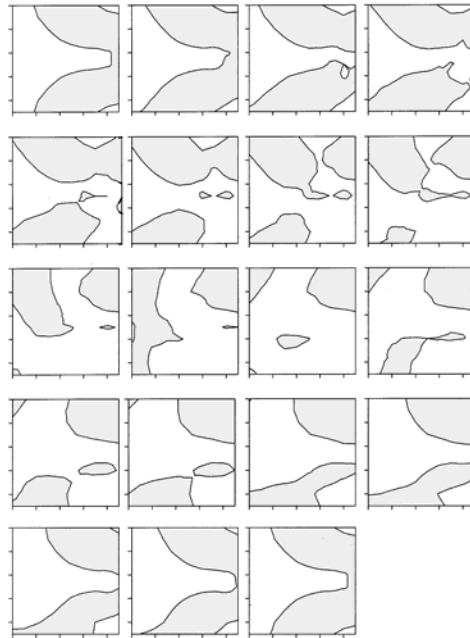
Figur 11.6.1 svarer til en Sachs-lignende model (Leffers 1995). Hvide og grå områder er opdelt efter forholdet mellem højeste opløste forskydningsspænding og næsthøjeste opløste forskydningsspænding. Områderne er beregnet fra et system med trækspændinger i valseretningen og trykspændinger af samme størrelsesorden i normalretningen (modellen blev også brugt i Leffers 1991). Figur 11.6.2 og Figur 11.6.3 referer til Taylormodellen (Taylor 1938): I Figur 11.6.2 er hvide og grå arealer opdelt efter forholdet mellem slip på det mest aktive slipsystem og slip på det næstmest aktive slipsystem, og i Figur 11.6.3 er opdelingen foretaget på grundlag af forholdet mellem slip på det mest aktive slipsystem og det totale slip på de andre slipsystemer.

Sammenligning af Figur 11.3.1 med Figur 11.6.1, Figur 11.6.2 og Figur 11.6.3 viser, at den eksperimentelle fordeling af sorte og hvide punkter (HWD og LWD-korn) ikke stemmer overens med nogen af de teoretiske fordelinger af hvide og grå områder. Man noterer sig, at strukturen af hvide og grå områder i Figur 11.6.1–Figur 11.6.3 er ganske kompliceret, hvilket klart bidrager til vanskelighederne med at relatere dem til en eksperimentel fordeling uden en klar forskel mellem områder af hvide og sorte punkter som i Figur 11.3.1.



### Modeller for messing

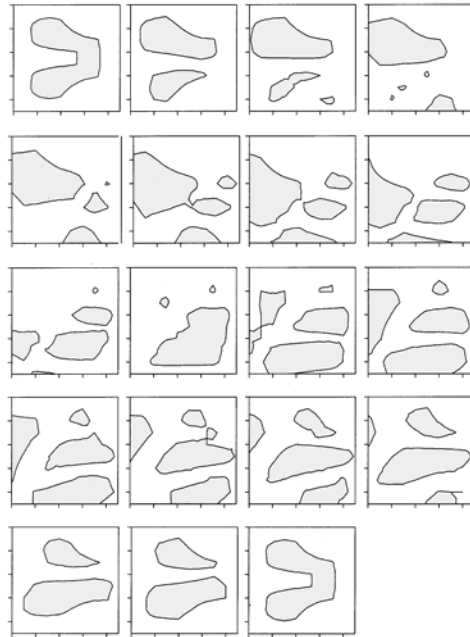
For messing er forholdet mellem orienteringen af tvillingsystemer og normale slipsystemer et umiddelbart teoretisk kriterium for skelnen mellem korn med og uden tvillinger—udtrykt i en Sachs lignende model (Leffers og Ananthan 1991, Wasserman 1963) eller en Taylor lignende model.



Figur 11.6.4 Eulerplot af forholdet mellem slipsystemet med højeste opløste forskydningsspænding og tvillingsystemet med højeste opløste forskydningsspænding. Akser som Figur 11.3.1. Områder hvor forholdet for tvillinge dannelse er favoriseret, er grå og områder hvor slip på et slipsystem er favoriseret, er hvide. Kontouren som adskiller hvide og grå områder svarende til 60% hvid og 40% grå er 0.93.

Vi har valgt en Sachslignende model, i hvilken vi foretager opdelingen på basis af forholdet mellem den højeste opløste forskydningsspænding på et tvillingsystem og på et slipsystem (hvor vi bruger samme spændingssystemer som i kobbertilfældet).

Resultatet er vist i Figur 11.6.4 hvor de grå områder er områder med en høj opløst forskydningsspænding på et tvillingsystem. Grænselinierne er tegnet således at de grå områder repræsenterer 40% af arealet i orienteringsrummet, hvilket svarer til 40%/60% fordelingen af korn med og uden tvillinger.

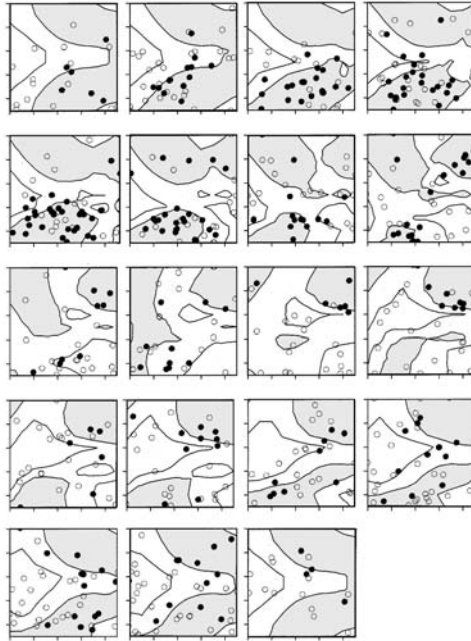


Figur 11.6.5 Eulerplot af forholdet mellem højest opløste forskydnings-spænding og næsthøjeste forskydnings-spænding. Områder, hvor forholdet er højt, er grå og områder, hvor forholdet er lavt, er hvide (inverteret i forhold til Figur 11.6.1) Kontouren som adskiller hvide og grå områder svarende til 60% hvid og 40% grå er 0.81.

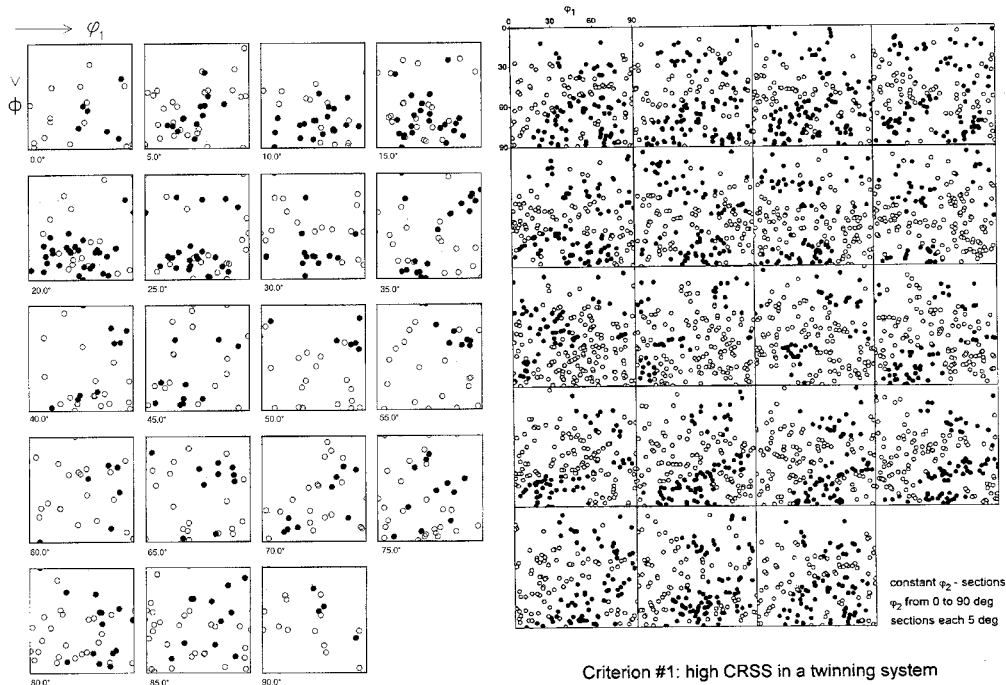
Leffers og Bilde-Sørensen (1990) (og Leffers og Ananthan 1991) foreslog et alternativt kriterium for skelnen mellem korn med og uden tvillinger (faktisk med og uden *bundles*). Forholdet mellem den opløste forskydnings-spænding på det mest -og næst mest belastede slipsystem, hvor høje forhold favoriserer tvillingdannelse. Det er det samme kriterium, som er brugt i Figur 11.6.1 men det er nu tilpasset til 40-60 fordelingen af korn med og uden tvillinger. Den resulterende fordeling er vist i Figur 11.6.5 (med inverteret farvekodning i forhold til Figur 11.6.1)

Sammenligning af den eksperimentelle fordeling i Figur 11.5.3 med Figur 11.6.4 og Figur 11.6.5 viser at der er en klar korrelation mellem sorte punkter (med tvillinger) i Figur 11.5.3 og grå arealer i Figur 11.6.4, hvorimod der ingen sammenhæng er mellem Figur 11.5.3 og Figur 11.6.5. Korrelationen mellem Figur 11.5.3 og Figur 11.6.4 er vist direkte i Figur 11.6.6, hvor de to figurer er overlagt hinanden.

## Mikrostruktur og krystallografisk orientering



Figur 11.6.6 ODF over 81 korn med deformations tvillinger (markeret som sorte punkter) og 119 korn uden deformations tvillinger (markeret med cirkel) overlejret med det teoretiske kontourplot fra Figur 11.6.4. Grå områder svarer til favorisering af tvillingedannelse. Hvide områder svarer til mindre favorisering af tvillingedannelse og kontour linier inden i de hvide områder (*meget hvide områder*) svarer til meget ufavorable betingelser for tvillingedannelse. Kontouren som adskiller hvide og grå områder svarende til 60% hvid og 40% grå er 0.93. Kontouren som adskiller hvide og meget områder er 1.03 -svarende til 20% meget hvid.



Figur 11.6.7 ODF over korn med og uden tvillinger fra Figur 11.5.3 til venstre. Skal sammenlignes med ODF til højre beregnet ud fra forholdet mellem højest belastede tvillingsystem og højest belastede slipsystem. Kriteriet for tvillingdannelse er sat så 50% af kornene er sorte (danner tvillinger). Figuren er venligst stillet til rådighed af Ricardo Lebensohn, Universidad Nacional de Rosario, Argentina.

I et orienteringsplot af R Lebensohn, Figur 11.6.7, er kornene plottet efter samme kriterium som i Figur 11.6.4 og Figur 11.6.6 dog med en antagelse om tvillinger i 50% af kornene. De eksperimentelle data er i Figur 11.6.7 placeret til venstre for det teoretiske plot, hvilket gør det muligt direkte at sammenligne "sorte prikker".

I Figur 11.6.6 er en ekstra konturlinie indlagt i den teoretiske fordeling, som svarer til en firs- tyve fordeling af korn med høj og mindre høj opløst forskydningsspænding. Formålet med dette er at vise, at sorte punkter (med tvillinger) især undgår områder, som er særlig ufavorable for dannelse af tvillinger. I Tabel 11.6-1 opsummerer vi fordelingen af sorte og hvide punkter i de tre teoretiske områder grå, hvid og særdeles hvid (svarende til områder hvor dannelse af tvillinger er særdeles ufavorabel) i den teoretiske fordeling vist i Figur 11.6.6 og vi sammenligner med en tilfældig fordeling. Der er en klar positiv korrelation mellem sorte punkter med tvillinger i Figur 11.6.6 og grå arealer, en vis negativ korrelation mellem sorte punkter og hvide arealer og en meget klar negativ korrelation mellem sorte punkter og meget hvide arealer. De hvide punkter er mere ligeligt fordelt (som allerede vist i Tabel 11.5-1), men der er en positiv korrelation mellem hvide punkter og meget hvide områder og en negativ korrelation mellem hvide punkter og grå områder.

	grå arealer	hvide arealer	meget hvide arealer
Sorte punkter eksperiment	0.250	0.136	0.020
Sorte punkter tilfældig fordeling	0.162	0.162	0.081
Hvide punkter eksperiment	0.204	0.232	0.157
Hvide punkter tilfældig fordeling	0.238	0.238	0.119

Tabel 11.6-1. Sammenhængen mellem kontourplottet (opdelt i grå, hvide og meget hvide felter) og sorte punkter med tvillinger og hvide punkter uden tvillinger.

Det bemærkes at fordelingen af de totale brøkdele af eksperimentelle punkter (sorte plus hvide punkter) i de grå, hvide og meget hvide områder ikke er eksakt 40/40/20. Dette skyldes at materialet ikke er ideelt teksturfrit. Derfor burde man i virkeligheden sammenligne de eksperimentelle frekvenser med teoretiske frekvenser som er noget anderledes end frekvenserne for en tilfældig tekstur givet i Tabel 11.6-1. Dette vil dog ikke betyde nogen grundlæggende ændring af fortolkningen af Tabel 11.6-1.

Strukturen af de grå og hvide, (og meget hvide) områder i Figur 11.6.4 er simplere end strukturen i Figur 11.6.1, Figur 11.6.2 og Figur 11.6.3. Dette gør det betydeligt nemmere at etablere en korrelation med den eksperimentelle fordeling end det var for kobber, men det er ikke den eneste grund til, at der er en korrelation for messing. Sammenklumpningen af punkter af en given farve er mere udtalt i messing end i kobber, især for de sorte punkter.

### 11.7 Diskussion

Med de eksperimentelle metoder, som er brugt i dette kapitel, er vi i stand til at detektere korrelationer mellem typen af mikrostruktur og den krystallografiske orientering –som demonstreret for den *cube*-relaterede mikrostruktur i kobber og for kornene i messing. Dette understøtter også de tilfælde hvor vi ikke finder nogen

sammenhæng. Hvis der er en sammenhæng mellem krystallografi og mikrostruktur, er den godt skjult.

### Kobber

Vi har observeret en kornstørrelses effekt på mikrostrukturen (LWD eller HWD), men kornstørrelsen er bestemt ikke den eneste vigtige faktor for typen af mikrostruktur. Der er en vis sammenhæng mellem orientering og OD-mikrostruktur. En struktur som har meget veldefinerede celler optræder i korn med *cube*-orientering. Vi observerer at korn med HWD og LWD strukturer har en svag tendens til at samle sig i bestemte områder af orienteringsrummet, men vi kunne ikke associere dette med nogen specifikke slipforhold. Dette kan tages som tegn på manglende fantasi, men tendensen til samling er så svag, at det sandsynligvis er umuligt at etablere en overbevisende sammenhæng med modeller hvis kompleksitet er sammenlignelig med dem i Figur 11.6.1, Figur 11.6.2 og Figur 11.6.3.

Mikrostrukturtypen i et givet korn må på en eller anden måde være bestemt af slipmønstret i kornet. Når dette ikke er afspejlet i en klar korrelation med den krystallografiske orientering må dette skyldes at korn-korn vekselvirkningen spiller en afgørende rolle: Typen af slipmønster i et givet korn er ikke entydigt bestemt af kornets egen krystallografiske orientering. Vekselvirkningen med de omgivende korn med deres krystallografiske orienteringer er lige så vigtig eller endog vigtigere. Dette betyder at 1-site modeller (Molinari *et al.* 1987) som Taylormodellen ikke er tilstrækkelige – i hvert fald ikke når de mikrostrukturelle forskelle skal forklares.

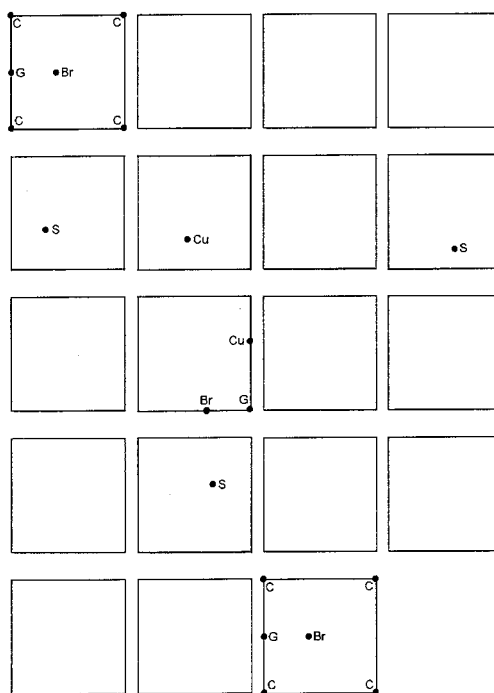
Énkrystal eksperimenter ser ud til at være en umiddelbar vej frem for fremtidige undersøgelser af udviklingen af HWD og LWD mikrostrukturer. Sådanne eksperimenter må give en klar orienteringsafhængighed, og dermed et vink om mekanismerne for dannelsen af de respektive mikrostrukturer. På den anden side indikerer kompleksiteten af de teoretiske fordelinger (Figur 11.6.1, Figur 11.6.2 og Figur 11.6.3) at et ret stort antal énkrystaller skal undersøges. Alternativt kunne man forestille sig fremtidige kvantitative undersøgelser af dislokationerne, som danner HWD og LWD strukturerne.

Man kan spørge, hvorvidt forståelsen af dannelses mekanismerne for de forskellige mikrostrukturer er nødvendig. Vores mening er klar: En dybdegående forståelse af polykrystaldeformation må inkludere mikromeknikken og de afledte mikrostrukturer.

I den sidste del af dette afsnit vil vi sammenligne vores observationer med énkrystal og polykrystal observationer. Hittidige énkrystal observationer af valset kobber (f.eks. Malin *et al.* 1981, Köhlhoff *et al.* 1988 og Wróbel *et al.* 1994) er karakteriseret ved ret høje valsereduktioner og specielle (symmetriske) orienteringer. Bedømt ud fra teksten og billederne (som ikke altid er klare) optræder hverken HWD-strukturen eller almindelige LWD-strukturer under disse betingelser. Ud af de billeder som er vist i referencerne i Figur 3.2.3, er det kun dem vist af Wróbel *et al.* (1994) for en  $\{100\}\langle 001\rangle$  krystal valset til 40% som ser ud til at være identisk med en af vores strukturer (nemlig dislokationsvægge parallelt med valseretningen) De manglende observationer af HWD strukturen er muligvis en tyndfilmseffekt. Baker og Martin (1983) rapporterede at HWD-strukturen opløses i folier, som er for tynde (hvilket stemmer overens med vores observationer). De observerede faktisk HWD-strukturen i énkrystaller af kobber indeholdende aluminiumoxid i TEM ved 400 kV.

Der er kun få polykrystal resultater i litteraturen som kan bruges til sammenligning med nærværende kapitel. Gil Sevillano og Torrealdea (1981) siger, at

“Near cube orientations are specially prone to development of equiaxed cells; on the other hand rolling texture orientations seem to produce parallelogram-type cells.” Når man husker at ovenstående forfattere ikke gjorde nogen forskel på almindelig LWD-struktur og den specielle cellestruktur er deres første udsagn i perfekt overensstemmelse med vores observationer. I Figur 11.7.1 har vi indikeret valseteksturkomponenterne (repræsenteret ved messing, kobber og S orienteringen).



Figur 11.7.1 Eulerrum med indtegning af forskellige ideal orienteringer. Akser som Figur 11.3.1 C for Cube  $\{100\}\langle 001\rangle$ , Cu for kobberorienteringen  $\{112\}\langle 111\rangle$ , Br  $\{110\}\langle 112\rangle$  for messing, G for Goss  $\{110\}\langle 001\rangle$  og S for S-orienteringen  $\{123\}\langle 634\rangle$ .

Sammenligning af Figur 11.7.1 og Figur 11.3.1 viser at disse orienteringer hovedsageligt er omgivet af sorte punkter (HWD punkter) i overensstemmelse med ovenstående udsagn. Leffers og Ananthan (1991) konstaterer, at den eneste klare krystallografiske sammenhæng er, at kornene med Goss orientering  $\{110\}\langle 001\rangle$  har LWD-struktur. Denne tendens er ikke observeret for de få punkter tæt på  $\{110\}\langle 001\rangle$  i nærværende observationer (se Figur 11.7.1, hvor Goss orienteringen også er indtegnet).

I messing observerede vi en klar tendens for korn med tvillinger til at samles i bestemte områder af orienteringsrummet –områder, hvor forholdet mellem den opløste forskydnings spænding på tvillingsystemerne og den opløste forskydnings spænding for slip er højt (Figur 11.6.4 og Tabel 11.6-1) som først foreslået af Wassermann (1963). Det skal understreges at dette ikke betyder accept af Wassermanns tvillinge teori for dannelsen af messing tekturen. Der er en vis tendens, som dog ikke er særlig klar, til at korn uden tvillinger samler sig i visse områder af orienteringsrummet. Samlingen af korn er heller ikke så tæt korelleret med de hvide og meget hvide områder (Figur 11.6.6 og Tabel 11.6-1).

Men alt i alt er der korn i messing med en given krystallografisk orientering foretrukket præferencer for en bestemt mikrostruktur. Sammenhængen mellem typen af mikrostruktur og krystallografisk orientering er ikke uden tvetydigheder –hvilket in-

dikerer at korn-korn vekselvirkninger også er af betydning i messing. I evalueringen af overensstemmelsen eller manglen på samme mellem de eksperimentelle data og de teoretiske fordelinger, må man huske på, at den valgte teoretiske fordeling kun er en af særdeles mange mulige og sandsynligvis ikke den bedste. På den anden side er der så meget overlap mellem sorte og hvide punkter at man aldrig vil komme til en perfekt overensstemmelse mellem den eksperimentelle fordeling og en teoretisk fordeling.

I en betragtelig del af kornene observerede vi en HWD-struktur som ligner den vi ser i kobber, navnlig i kornene uden tvillinger. Det er ikke overraskende at der sådanne ligheder mellem ikke-tvillinge dannende korn i messing (som deformerer ved multipelt slip Leffers og Bilde-Sørensen 1990) og nogen korn i kobber. Det er mere overraskende, at dette ikke er observeret før. Vi formoder at dette skyldes folie tykkelseeffekter som først blev rapporteret af Baker og Martin (1983) Vi har ganske bevidst arbejdet med ganske tykke folier (som før nævnt ved 200 kV). Dette er sandsynligvis også årsagen til, at HWD-strukturen i kobber først blev observeret så sent som 1981.

Observationerne af orienteringsafhængigheden i dette kapitel kan sammenlignes med tidligere kvalitative observationer af Duggan og Lee (1978) og Leffers og Bilde-Sørensen 1990 (og kvantitative observationer af Leffers og Ananthan (1991)), som alle refererer til noget højere reduktioner. I disse undersøgelser blev det fundet, at Goss orienteringen og messing orienteringen (henholdsvis  $\{110\}\langle 001\rangle$  og  $\{110\}\langle 112\rangle$ ) normalt var uden tvillinger –med tilføjelsen at tvillinger aldrig var observeret i Goss orienteringen, hvorimod spredte tvillinger af og til kunne ses i messingorienteringen. Dette er i overensstemmelse med Figur 11.5.3 og Figur 11.7.1 Der er kun hvide punkter (uden tvillinger) i nærheden af Goss orienteringen og en majoritet af hvide punkter tæt på messing orienteringen. Ved sammenligning af Figur 11.5.3 og Figur 11.7.1 ser man også at Goss orienteringen er i det meget hvide område (eller tæt på grænsen til et hvidt område) Det var pointeret af (Duggan og Lee 1989 og Leffers og Ananthan 1991) at kobber orienteringen var særligt tilbøjelig til at danne tvillinger med det forbehold at nogle korn i denne orientering ikke havde nogen tvillinger. Igen er dette i overensstemmelse med Figur 11.5.3 og Figur 11.7.1: De fleste af punkterne tæt på den ideale kobber orientering er sorte (med tvillinger), mens nogle få er hvide.

### **11.8 Opsummering**

#### **Kobber**

Der er en svag sammenhæng mellem mikrostrukturtypen ( HWD eller LWD) og den krystallografiske orientering (position i Eulerrummet) som vi ikke kan associere med nogen model. For en mindre del af mikrostrukturen (*Cube*-strukturen) er der en klar korrelation mellem krystallografi og mikrostruktur. Der er klar men ikke utvetydig sammenhæng mellem kornstørrelse og mikrostrukturtype. De største korn har en præference for HWD-strukturen. Vi fortolker resultaterne som en kraftig effekt af korn-korn vekselvirkning og vi mener derfor at 1-punkt modellerne som Taylormodellen er et utilstrækkeligt grundlag for beskrivelsen af den mikrostrukturelle udvikling under plastisk deformation af kobber.

#### **Messing**

## Mikrostruktur og krystallografisk orientering

I messing har korn med tvillinger en klar præference for visse områder af orienteringsrummet –områder med et højt forhold mellem den højest opløste forskydningsspænding på et tvillinge system og den opløste forskydningsspænding på et slip system. Der er imidlertid ingen skarp grænse mellem områder i orienteringsrummet mellem korn med og uden tvillinger. En oplagt fortolkning er, at korn-korn vekselvirkningen også er vigtig i messing, men den kan ikke på samme måde som i kobber undertrykke effekten af kornenes krystallografiske orientering.



## 12. Sammenfatning

I kapitel 3 opridses en række debatpunkter om OD-mikrostrukturer som eksisterer i litteraturen og vi vil her se hvor meget længere vi er kommet til i dette projekt.

### Krystallografi og dislokationsvægge i HWD-strukturen

Her er vores svar klart: Dislokationsvæggene er generelt ikke parallelle med sporene af {111}-planerne. Fordelingen af vinklerne mellem {111}-spor i Cu valset 11% og en makroskopisk orientering på  $41^\circ$  stemmer godt overens med de eksperimentelle resultater.

Dislokationsvægge er derfor makroskopisk orienterede, og vi har vist at orienteringen af dislokationsvæggene ændres langt mindre med øget tøjning end man skulle forvente ud fra simple geometriske argumenter.

### Krystallografi og OD-mikrostrukturer

I valset kobber har det ikke været muligt at finde en entydig sammenhæng mellem HWD / LWD-strukturer og den krystallografisk orientering af kornet. Der synes at være en tendens til at de forskellige typer "klumper" i områder af orienteringsrummet, men det har ikke været muligt at skabe nogen teoretisk sammenhænge. For en speciel type *Cube*-strukturen har det været muligt at korrelere krystallografi og mikrostruktur, men den er sjældent forekommende og vore observationer gælder kun en vej. Når vi ser strukturen er kornet i en orientering tæt på *Cube*, men alle observationer i énkrytaller tyder på at *Cube*-kornet kan udvise andre typer af OD-mikrostrukturer.

Messing giver derimod et klart resultat. Korn med tvillinger og korn uden fordeler sig i forskellige områder af orienteringsrummet. Resultaterne er ikke helt entydige -der er overlap mellem de to fordelinger, men resultaterne kan korreleres til en teoretisk fordeling.

### Kornstørrelse og OD-mikrostrukturer

Vi har vist en vis sammenhæng mellem kornstørrelse OD-mikrostruktur. Navnlig store korn foretrak HWD-strukturer. Dette blev bekræftet af et undersøgelse af et grovkornet materiale hvor vi fandt 70% HWD og 30% LWD.

### Mikrobånd i kobber

Vi har sandsynliggjort at væggene i MB2'er består af dislokationer ved at betragte LWD-korn i tværplanet. I længdeplaner er vores observationer i af "uldne" bånd i overensstemmelse med tidligere observationer.

Vi har observeret "mikrobånd" i valseplanet -se nedenstående:

### Den rumlige struktur af HWD

Vi har opstillet en simpel geometrisk model af HWD-strukturen som forklarer en lang række observationer gjort i forskellige planer. Forekomsten af "mikrobånd" ved lave tøjninger er sammen med rombestrukturen nogen af de klare konsekvenser af denne model. Det har ikke været muligt at forene alle observationer i alle planer. Den "rodede struktur" og forekomsten af to sæt dislokationsvægge i valseplanet er ikke uforenelige med strukturer i andre planer, men den præcise sammenhæng er ikke forstået.

### Dannelsen af HWD

Vi har vist en række observationer af tidlige stadier af HWD-strukturen. Kun få ting kan konkluderes, men det meget sandsynligt at udviklingen af en HWD-struktur kan følge flere veje: Dannelse af enkelte firkanter eller dannelse af to sæt dislokationsvægge, hvilket medfører en stige struktur. Langt de fleste HWD-strukturer ved lave deformationer er dog karakteriseret ved en symmetrisk udvikling af de to sæt dislokationsvægge.

### Udviklingen af HWD

Opsplitning af dislokationsvægge er på de senere stadier et vigtigt element i forfinelsen af HWD-strukturen. Udviklingen af HWD-strukturen går fra et system af to ligeværdige sæt dislokationsvægge til ved højere deformationer en båndinddeling med et sæt dominerende vægge og et sæt korte tværgående vægge. HWD og LWD kan udskilles som selvstændige struktur typer op til 50% reduktion. Ved 60% reduktion kan dele af strukturerne stadig genkendes, men andre strukturelementer så som f.eks. S-bånd og *shear bands* får større og større andel.

### Syntese

De tidlige stadier af HWD-strukturen synes at bestå af "cigarer" som i grove træk er parallelle med tværretningen. Det er ikke muligt at formulere *relaxed constraints* for en "cigar"-geometri. Derfor kan den tidlige HWD-struktur ikke repræsentere en opdeling af kornet med forskellige tøjninger. For den senere udviklede båndstruktur er det muligt at opstille *relaxed constraints* og derfor kan denne struktur betyde opdelingen af kornet i områder med forskellige tøjninger.

### 13. Referencer

- Aernoudt, E., Gil-Sevillano, J. and Van Houtte, P. (1987). Structural background of yield and flow. In: *Constitutive Relations and Their Physical Basis*. Edited by S.I Andersen *et al.* (Risø National Laboratory, Roskilde) 1-38.
- Aernoudt, E. and Gil-Sevillano, J. (1991). Strength and structure of the heavily cold worked polycrystal. In: *Strength of Metals and Alloys*. Edited by D.G. Brandon *et al.* (Freund Publishing House, London) 83-100.
- Aernoudt, E., Van Houtte, P. and Leffers, T. (1993). Deformation and textures of metals at large Strain. In: *Materials Science and Technology*. Edited by R.W Cahn *et al.* (VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim) **6**, 89-136
- Ananthan, V.S., Leffers T., og Hansen N. (1991a ). Cell and band structures in cold-rolled polycrystalline copper. *Mater. Sci. Techn.* **7**, 1069-1075
- Ananthan, V.S., Leffers T., og Hansen N. (1991b). Characteristics of second generation microbands in cold-rolled copper. *Scripta metall. mater.* **25**, 137-142
- Baker, I. og Martin, J.W. (1983). Effect of fine second phase particles on deformation structure in cold rolled copper single crystals. *Metal Sci.* **17**, 459-466.
- Bauer, R.E., Mecking H. og Lücke, K. (1977).Textures of copper single crystals after rolling at room temperature. *Mater. Sci. Eng.* **27**, 163-180.
- Bay, B. Hansen, H., Hughes, D.A., Kuhlmann-Wilsdorf, D.(1992). Evolution of F.C.C deformation structures in polyslip. *Acta.Metall.* **40**, 205-219
- Bay, B., Hansen, N. and Kuhlmann-Wilsdorf, D. (1989). Deformation structures of lightly rolled pure aluminium. *Mater. Sci. Eng.* **A113**, 385-397.
- Bay, B., Hansen, N. and Kuhlmann-Wilsdorf, D. (1992). Microstructural evolution in rolled aluminium. *Mater. Sci. Eng.* **A158**, 139-146
- Bilde-Sørensen, J.B. (1986). Deformation bands in  $\langle 120 \rangle$  grains in coarse-grained aluminium. *Mater. Sci. Eng.* **81**, 211-216.
- Bourelier, F. et Hérecy, J. (1963). Étude par microscope électronique en transmission des structures de laminage de cuivres de différentes puretés In: *Écrouissage, restauration, recristallisation*. Editors. M Salesseet et M. Chaudron (Presses Universitaire de France) 33-39.
- Christodoulou, N., Woo, O.T. and MacEwen, S.R. (1986). Effect of stress reversals on the workhardening behaviour of polycrystalline copper. *Acta Metall.* **34**, 1553-1562.

## Referencer

- Christoffersen, H. og Leffers, T. (1994). The microstructure of rolled copper. In: *Strength of materials*. Edited af Oikawa *et al.* (The Japan Institute of Metals) 243-246.
- Dawson, P.R., Beaudoin, A.J., and Mathur, K.K. (1994). Finite element modelling of polycrystalline solids. In: *Numerical Predictions of Deformation Processes and the Behaviour of Real Materials*. Edited by S.I Andersen *et al.* (Risø National Laboratory, Roskilde) 33-44
- Duggan, B.J., Hatherly, M., Hutchinson, W.B. og Wakefield, P.T. (1978). Deformations structures in cold-rolled 70:30 brass. *Mater. Sci.* **12**, 343.
- Duggan, B.J., og Lee C.S. (1989). Crystallography and shear band formation in straight and cross-rolled  $\alpha$ -brass. In: *Materials Architecture* Edited by J.B. Bilde-Sørensen *et al.*,. (Risø National Laboratory, Roskilde) 325-329
- Falk, J. Bay; B. og Hansen N.(1995). Deformation microstructures in aluminium characterized by the channelling contrast technique. In: *Microstructural and Crystallographic Aspects of Recrystallization* Edited by N. Hansen *et al.* (Risø National Laboratory, Roskilde) 351-357.
- Fernandes, J.V., Gracio, J.J. og Schmitt, J.H. (1991). Grain size effect on the microstructural evolution of copper deformed in rolling-tension. In : MECAMAT'91: *Large Plastic Deformations*. Edited af C. Teodosiu *et al.* 219-228
- Fernandes, J.V., Gracio, J.J. og Schmitt, J.H. (1993). Development and persistence of microbands in copper deformed under complex strain paths. *Scripta metall. mater.* **28**, 1335-1340.
- Gil Sevillano, J. og Torrealdea, F.J. (1981). On athermal contributions to dynamic substructural evolution during large plastic strains of polycrystals. In: *Deformations of Polycrystals: Mechanisms and microstructures*. Edited af N.Hansen *et al.* (Risø National Laboratory, Roskilde) 185-190.
- Gracio., J.J., Fernandes, J.V. og Schmitt, J.H. (1989) Effect of grain size on substructural evolution and plastic behaviour of copper. *Mater. Sci. Eng.* **A118**, 97-105.
- Gracio., J.J (1995). The effect of grain size on the microstructural evolution of copper deformed in rolling. *Mater. Sci. Eng.* **A196**, 97-104.
- Hansen J., Pospiech, J. og Lücke K. (1978). Tables for texture analysis for cubic crystals. Springer-Verlag, Berlin
- Hansen, N., and Juul Jensen, D. (1987). Relations between texture and flow stress in commercially pure aluminium. In: *Constitutive Relations and Their Physical Basis*. Edited af S.I Andersen *et al.* (Risø National Laboratory, Roskilde) 353-360.
- Hansen, N.(1990). Cold deformation microstructures. *Mater. Sci. Techn.* **6**, 1039-1047.

## Referencer

- Hansen, N., Juul Jensen, D. (1992) Flow stress anisotropy caused by geometrically necessary boundaries. *Acta metall. mater.* **40**, 3265-3275.
- Hatherly, M. og Malin, A.S. (1979) Deformation of copper and low stacking-fault energy copperbase alloys. *Metals Techn.* **6**, 308-319
- Honeycombe, R.W.K. (1968) *The Plastic Deformation of Metals*, Edward Arnold (publishers).
- Hosford, W.F. (1993) *The Mechanics of Crystals and Textured Polycrystals*. Oxford University Press, Oxford.
- Hu H., (1969) Reorientation in recrystallization. In: *Textures in research and practice*. Edited af J. Grewen and G. Wassermann (Springer-Verlag, Berlin) 200-226.
- Huang, X. (1995) Intern note om valsning.
- Hughes, D.A. and Hansen, N. (1993). Microstructural evolution in nickel during rolling from intermediate to large strain, *Metall. Trans.* **24A**, 2021-2037.
- Hull, D. og Bacon, D.J. (1984) *Introduction to Dislocations* (Pergamon Press, Oxford)
- Ikeda, S. (1972) Continous observation of cell-formation in iron foils extended in an electron microscope. *Jap. J. Appl. Phys.* **11**, 1273.
- Juul Jensen, D. Hansen, N. Kjems, J. and Leffers T. (1984) In-situ texture measurements by neutron diffraction used in a study of recrystallization kinetics. In: *Microstructural Characterization of Materials by Non-Microscical Techniques*. Edited by Hessel Andersen *et al.* (Risø National Laboratory, Roskilde) 325-323
- Kallend, J.S. og Davies, G.J.(1972) A simulation of texture development i F.C.C metals. *Phil Mag.* **25**, 471-490.
- Kawasaki, Y. (1979). Correspondence between layered cell structures and slip lines in deformed copper single crystals. *Jpn. J. Appl. Phys.* **18**, 1429-1438.
- Kawasaki, Y. og Takeuchi, T. (1980). Cell structures in copper single crystals deformed in the [001] and [111] axes. *Scripta metall.* **14**, 183-188.
- Kawasaki, Y. (1994). Relationship between deviations from slip planes and slip systems of layered dislocation structures in deformed copper single crystals. In: *Strength of materials*. Edited by Oikawa *et al.* (The Japan Institute of Metals).187-190.
- Kocks, U.F. and Canova, G.R. (1981) How many slip systems and which? In: *Deformation of polycrystals*. Edited af N. Hansen *et al.* (Risø National Laboratory, Roskilde) 35-44.

## Referencer

- Kocks, U.F. Stout, M.G. and Rollet, A.D. (1988) The influence of texture on strain hardening. In: *Strength of metals and alloys*. Edited by P.O Kettunen *et al.* (Pergamon Press, Oxford)
- Krieger Lassen, N.C. (1995). Computerized analysis of Kikuchi patterns. In: *Microstructural and Crystallographic Aspects of Recrystallization..* (Risø National Laboratory, Roskilde) 405-411.
- Kröner, E. (1961). Zur plastischen verformung des veilkristalls. *Acta metall.* **9**, 155-161.
- Köhlhoff, G.D., Krentscher, B., Lücke K. (1984) Texture development in a cube oriented single crystal. In: *Seventh International Conference on Textures of Materials*. Ed. af C.M. Brakman, P.Jongenburger og E.J. Mittemeijer (Netherlands Society for Materials Science) 95-100.
- Köhlhoff, G.D., Malin A.S, Lücke K., and Hatherly M. Microstructure and Texture of Rolled {112}<111> Copper Single Crystals. (1988) *Acta. Metall.* **36** 2841-2847.
- Lee., C.S., Duggan, B.J. og Smallman R.E.(1993a) A theory of deformation banding in cold rolling. *Acta metall. mater.* **41**, 2265-2270.
- Lee., C.S. og Duggan, B.J. (1993b). Deformation banding and copper-type rolling textures. *Acta metall. mater.* **41**, 2691-2699.
- Lee., C.S., Duggan, B.J. og Smallman R.E.(1993c) Deformation banding in copper. *Phil.Mag.* **68**, 185-190.
- Leffers, T. (1968) Computer Simulation of the Plastic Deformation in Face-Centred Cubic Polycrystals and the Rolling Texture Derived. I: *Risø rapport no. 184*. Risø National Laboratory, Roskilde).
- Leffers, T. og Juul Jensen, D. (1986) Evaluation of the effect of initial texture on the development of deformation texture. *Textures and Microstructures* **6**, 231-264.
- Leffers, T og Van Houtte, P. (1989) Calculated and experimental orientation distributions of twin lammellae in rolled brass. *Acta metall.* **37**, 1191-1198.
- Leffers, T. og Hansen, N. (1989). Structural and tekstural development during deformation. In: *Materials Architecture*. Edited by J.B Bilde-Sørensen *et al.* (Risø National Laboratory, Roskilde) 127-152.
- Leffers, T. og Juul Jensen, D. (1990). The Effect of Bending and Straightening on Rolling Texture and Microstructure in Brass. *Scripta metall. mater.* **24**, 2431-2435.
- Leffers, T. og Bilde-Sørensen, J.B. (1990). Intra- and intergranular heterogenities in the plastic deformation of brass during rolling. *Acta Metall. Mater.* **38**, 1917-1926.

## Referencer

- Leffers, T., Ananthan, V.S. and Hansen, N. (1991). Microbands in cold rolled polycrystalline copper: In: *Strength of Metals and Alloys*. Edited af D.G. Brandon *et al.* (Freund Publishin House, London) 615-622.
- Leffers, T., og Ananthan, V.S.(1991) Plastic instability in copper and brass and its relation to microstructure and texture. *Textures and Microstructures* **14-18**, 971-976
- Leffers, T. og Hansen, N. (1992). Texture, anisotropy, microstructure and models. In: *Modelling of Plastic Deformation and Its Engineering Applications*. Edited af S.I. Andersen *et al.* (Risø National Laboratory, Roskilde) 57-75.
- Leffers, T. (1994). Variations in the modelling of plastic deformation with grain subdivision. In: *Strength of materials*. Edited af Oikawa *et al.* (The Japan Institute of Metals) 235-238.
- Leffers, T. (1995). Long-range stresses associated with boundaries in deformed materials. *Phys. stat. sol. (a)* **149**, 69-84.
- Leffers, T. (1996) Privat kommunikation.
- Liu, Q., og Hansen, N. (1995). Deformation microstructure and orientation of crystals. *Phys. stat. sol. (a)* **149**, 187-199.
- Malin, A.S and Hatherly, M. (1979) . Microstructure of rolled copper. *Metal. Sci.* **13**, 463-472.
- Malin, A., Huber J., Hatherly M. (1981). The microstructure of rolled copper single crystals. *Z. Metallkd.*, **72**, 310-372
- Molinari, A. Canova, G.R., og Ahzi, S. (1987) A selfconsistent approach of the large deformation polycrystal viscoplasticity. *Acta metall.* **35**, 2983-2994.
- Pedersen, O.B og Leffers, T. (1987). Modelling of plastic heterogeneity in deformation of single-phase materials. In: *Constitutive relations*. Edited af S.I. Andersen *et al.*(Risø National Laboratory, Roskilde) 147-161.
- Piercy, G. R., Cahn, R.W., og Cottrell, A. H.(1955). A study of primary and conjugate slip in crystals of alpha-brass. *Acta metall.* **3**, 331-338.
- Rosen, G.I., Juul Jensen, D., Hughes, D.A and Hansen, N. (1994). Microstructure and Local Crystallography of Cold Rolled Aluminium. *Acta Metall. Mater.* **43**, 2563-2579.
- Sachs, G.(1928). Zur Ableitung einer Fliessbedingug. *Z. verin deut.* **72**, 734-736.
- Solomon, R.G., Malin, A.S and Hatherly, M. Microstructure and Texture of Heavily Deformed Copper. In: *Strength of Metals and Alloys*. Edited by R.C. Gifkins (Pergamon Press, Oxford) 541-546.

## Referencer

- Taylor, G.I (1938). Plastic strain in metals. *J. Inst. Met.* **62**, 307-324
- Tiem, S., Berveiller, M. and Canova, G.R. (1986). Grain shape effects on the slip system activity and on the lattice rotations. *Acta Metall.* **34**, 2139-2149.
- Torrealdea, F.J. og Gil Sevillano, J. (1982). "Microbands" in cold worked metals. In: *Strength of Metals and Alloys*. Edited by R.C. Gifkins (Pergamon Press, Oxford) 547-552.
- Van Houtte, P. (1978). Simulation of the rolling and shear texture of brass by the Taylor theory adapted for mechanical twinning. *Acta metall.* **26**, 591-604.
- Wassermann, G. (1963) Der einfluss mechanischer Zwillingsbildung auf die Entstehung der Walztexturen kubisch flächenzentrierter Metalle. *Z. Metallkunde* **54**, 61-65.
- Wenk, H.R, Bunge H.J., Kallend; J.S., Lücke, K., Matthies, S., Pospiech, J. og Van Houtte, P.(1988) Orientation Distributions: Representation and Determination. In: *Textures of Materials (ICOTOM 8)*, Edited by J.S. Kallend and G. Gottstein (The Metallurgical Society, Pennsylvania) 17-30
- Wert, J.A., Liu., Q., og Hansen, N. (1995). Dislocation boundaries and active slip systems. *Acta metall. mater.* **43**, 4153-4163.
- Wróbel, M., Dymek S., Blicharski, M. og Gorzyca, S. (1988). Microstructure and texture of rolled (110)[001] copper single crystals. *Textures and Microstructures* **10**, 9-19.
- Wróbel, M., Dymek S., Blicharski, M. og Gorzyca, S. (1988). The development of dislocation structure and texture in rolled copper (001)[110] single crystals. *Textures and Microstructures* **10**, 67-76.
- Wróbel, M., Dymek S., Blicharski, M. og Gorzyca, S. (1994). Dislocation microstructure and texture development in rolled copper single crystals. *Z. Metallkd.* **85**, 415-425.
- Zauter, R., Petry, F., Bayerlein, M., Sommer, C., Christ, H.-J. og Mughrabi, H. (1992) Electron Channelling contrast as a supplementary method for microstructural investigations in deformed metals. *Phil. Mag.* **A66**, 425-436.



## 14. Appendiks: Mikrostrukturer i deformerede kobber énkrystaller

*Dette er en kort opremsning over de mikrostrukturer i deformerede kobber énkrystaller, der er rapporteret (og navnlig illustreret) i litteraturen. Resultaterne er fra krystaller i træk og i valsning. Brugen af tekst indrammet af {} betyder at udsagnet er forfatterens fortolkning.*

### 14.1 Valsning

#### 14.1.1 (110)[001] (Goss) énkrystal, stabil

Wróbel *et al.* (1988)

Ved 20% reduktion, længdeplanet : Celler med enkelte spredte dislokationsvægge  $\pm 35^\circ$  til valseretningen.

Ved 40% reduktion, længdeplanet: dislokationsvægge  $\pm 35^\circ$  til valseretningen (parallelt med de aktive slipplaner) i baggrund af celler.

Ved 60% reduktion, længdeplanet : dislokationsbånd

Ved 95% reduktion, længdeplanet : Ikke færdigdannet lamelstruktur.

#### 14.1.2 (110)[1-1 2] (messing) énkrystal, stabil

Malin *et al.* (1981)

Mikrobånd formes ca.  $\pm 35^\circ$  til valseretningen. Disse roteres under den efterfølgende valsning til mikrobånd parallelt med valseretningen {En lamel struktur}.

Wróbel *et al.* (1994)

Ved 40%, 60% reduktion, længdeplanet: dislokationsbånd  $\pm 30^\circ$  til valseretningen (parallelt med de aktive slipplaner).

#### 14.1.3 (100)[010] (kub) énkrystal ustabil, danner deformationsbånd

Malin *et al.* (1981) NB! dette er resultater opnået ved plan tøjning, ikke valsning.

Ved 2% reduktion er strukturen celle-struktur med enkelte mikrobånd {LWD-struktur med MB2'er}.

Ved 30% reduktion typisk to sæt mikrobånd.

Ved 50% reduktion bundtning af mikrobånd.

Ved 80% reduktion bundter af mikrobånd  $\pm 15^\circ$  til valseretningen. Iøvrigt cellstruktur og enkelte shearbånd.

Wróbel *et al.* (1994)

Ved 40%, 60% reduktion, længdeplanet: dislokationsvægge parallelle med valseretningen og normalretningen (dvs forskellige  $\langle 100 \rangle$ -retninger.)

Dislokationsvæggene parallelt med normalretningen forsvinder efterhånden.

I den centrale del af krystallen bevares strukturen med dislokationsvægge parallelt med valseretningen helt op til 95% reduktion.

Denne observation er iøvrigt i overensstemmelse med Köhlhoff *et al.* (1984), der viser at orienteringen af en kube-énkrystal er stabil i det centrale område under valsning.

#### **14.1.4 (100)[011] énkrystal, ustabil, danner deformationsbånd**

Wróbel *et al.* (1994)

Ved 40% reduktion, længdeplanet: dislokationsbåndene er parallelle med det aktive slipsystem, såfremt der kun opererer et system i området.

Systemer af overgangsbånd-transitionsbånd mellem forskelligt deformerende områder.

Ved 60% reduktion, længdeplanet: Sporene af dislokationsbåndene ligger imellem de aktive slipsystemer.

Systemer af overgangsbånd-transitionsband mellem forskelligt deformerende områder

Ved 80% reduktion, længdeplanet : Shearbånd  $\pm 38^\circ$  til valseretningen.

#### **14.1.5 (-1 1 3) [ 741] énkrystal,ustabil, deformationsbånd**

Wróbel *et al.* (1994)

Ved 40% reduktion, længdeplanet: dislokationsvæggene er parallelle med det aktive slipsystem, såfremt der kun opererer et system i området.

Systemer af overgangsbånd-*transitionsbands* mellem forskelligt deformerende områder.

Ved 60% reduktion, længdeplanet: Sporene af dislokationsbåndene ligger imellem de aktive slipsystemer.

Systemer af overgangsbånd-transitionsband mellem forskelligt deformerende områder.

Ved 80% reduktion, dannelse af shearbånd  $\pm 40^\circ$  til valseretningen. Denne vinkel formindskes ved øget reduktion men altid indenfor shearbånd  $\pm 25-40^\circ$  til valseretningen.

#### **14.1.6 {112}<111> (Kobber) énkrystal, stabil**

Köhlhoff *et al.*(1988)

Stuetemperatur

Ved 16% reduktion, længdeplanet består strukturen af celler med enkelte mikrobånd {LWD med anden generationsmikrobånd.}

Ved højere deformation optræder der enten områder med et sæt af mikrobånd {andengenerations mikrobånd} omend de er smallere. I andre områder optræder der to sæt mikrobånd {andengenerations mikrobånd}

Ved 56% reduktion, længdeplanet ses der ansamlinger af mikrobånd ca.  $8\mu\text{m}$  brede i en baggrund af celler. Desuden ses der enkelte deformationstvillinger.

Ved 76% reduktion, længdeplanet samme struktur som ved 56%, bortset fra at der er flere og større ansamlinger af mikrobånd og nogen flere deformationstvillinger.

#### **14.1.7 (111)[1-1 0] énkrystal, længderetning**

Malin *et al.* (1981), Baker og Martin (1983)

Ved 10% reduktion, længdeplanet ses en cellestruktur {LWD-struktur.}

Ved 18% reduktion ses det at cellerne i {LWD-strukturen} er blevet mere firkantede og at nogen af væggene er parallelle med {111}-planerne. Enkelte mikrobånd {MB<sub>2</sub>'er ses også}.

Ved 40% reduktion er der de fleste steder i krystallen to familier af mikrobånd {MB<sub>2</sub>'ere.}

Ved 50% reduktion er der mange mikrobånd og der er begyndede tendens til at de samler sig.

Ved 65% reduktion er mikrobåndene samlede i bundter og er i store træk parallelle med valse retningen, men bugter sig meget.

Ved 85% reduktion er strukturen forvirret og inhomogen. Der observeres enkelte små shearbånd.

### 14.2 Træk

#### 14.2.1 [100] -énkrystal Set i {100} planerne

Kawasaki and Takeuchi (1980)

Deformationstemperatur (-196- 600 °C)

Gældende for alle temperaturer er at :

Planet vinkelret på trækretningen: Celler. {LWD}

Plan parallelt med trækretningen : Aflange celler.

#### 14.2.2 [111]-énkrystal set i (111), (-12-1) og (-101) planerne

Kawasaki and Takeuchi (1980)

Deformationstemperatur 200°C.

(111) planet: Plane cellevægge set i dette plan er arrangeret på en kompliceret måde, men sammen holdt med to andre planer er der klart tale om plan- strukturer

(-1 0 1) planet: Plane cellevægge {To familier af dislokationsvægge/ HWD}: Væggene afviger ca 14° fra de aktive slipplaner.

(-1 2 -1) planet: Plane cellevægge {To familier af dislokationsvægge/ HWD}. Væggene afviger ca. 29° fra de aktive slipplaner.

#### 14.2.3 [112] -énkrystal set i (-1-11), (1 -1 0), (001) og (-1-1 0) planerne.

Kawasaki (1979): Disse observationer gælder i grove træk også for [415]-énkrystaller

(1-1 0) planet: *Layered cell structures* {to familier af dislokationsvægge/ HWD}. Gennemsnitlige afvigelser op til 20°.

(11-1) planet: *Layered cell structures* {to familier af dislokationsvægge/ HWD}. Gennemsnitlige afvigelser mellem dislokationsvæggene og de aktive slipplaner på op til 10°.

(001) planet: *Layered cell structures* {to familier af dislokationsvægge/ HWD}. Gennemsnitlige afvigelser på op til 15° mellem dislokationsvæggene og de aktive slipplaner.

(-1-1 0) planet: *Layered cell structures* {to familier af dislokationsvægge/ HWD}. Lille eller ingen afvigelse fra de aktive slipplaner.

Den gennemsnitlige afvigelse mellem dislokationsvægge og aktive slipplaner bliver mindre efterhånden som tøjningen øges.

#### **14.2.4 [114], [223] og [334] énkrystaller set i (-1 -1 0), (-1-1 1) og (1 -1 0) planerne.**

Kawasaki (1994)

Strukturen er ens for alle tre énkrystaller. Den præcise vægorientering i forhold til slipplanerne afhænger trækaksen.

(-1 -1 0) planet: *Dislokation cell structures* {To familier af dislokationsvægge/ HWD}

(-1-1 1) planet: *Dislokation cell structures* {To familier af dislokationsvægge/ HWD}

(1 -1 0) planet: *Dislokation cell structures* {Cellestruktur: Aflange celler bestående af dislokationsvægge}.

#### **14.2.5 [414], [212] og [545] énkrystaller set i (-1 01) og (121) planerne.**

Kawasaki (1994)

Strukturen er ens for alle tre énkrystaller. Den præcise vægorientering i forhold til slipplanerne afhænger trækaksen.

[414] énkryстал set i (-1 0 1) planet: *Dislokation cell structures* {Et sæt af dislokationsvægge.}

[212] énkryстал:

set i (121) planet: *Dislokation cell structures* {Et sæt af skarpe dislokationsvægge.}

set i (-1 0 1) planet: *Dislokation cell structures* {Cellestrukturer blandet med skarpe dislokationsvægge.}

[545] énkryстал har samme struktur som [212].

En analyse i sammenhængen mellem dislokationsvægge og afvigelsen fra de aktive slipplaner på baggrund af Schmid faktorer er foretaget af Liu og Hansen 1995.