

Dr inż. Magdalena Maria Miszczyk

Opiekunowie pracy: **Prof. dr hab. inż. Henryk Paul oraz Prof. Julian H. Driver, Dr Claire Maurice**

Tytuł pracy w języku polskim: **Zmiany mikrostruktury i tekstury podczas wyżarzania odkształconych metali o sieci rsc.**

Tytuł pracy w języku angielskim (oryginalny): **Microstructure and texture evolution during annealing of plane strain compressed fcc metals.**

Słowa kluczowe w języku polskim: **zarodkowanie i rekrytalizacja, mikrostruktura, tekstura, monokryształy, płaski stan odkształcenia, mapy orientacji**

Słowa kluczowe w języku angielskim: **nucleation and recrystallization, microstructure, texture, single crystals, plane strain, orientation mapping**

Charakterystyka pracy w języku polskim:

Możliwość przewidywania zmian teksturowych podczas wyżarzania jest przedmiotem intensywnych badań prowadzonych przez wiele ośrodków badawczych na całym świecie. W przypadku (pół)wyrobów płaskich wykonanych z metali i stopów o strukturze sieci regularnie ściennie centrowanej, tekstura krystalograficzna jest jednym z najważniejszych parametrów wpływających na anizotropowe właściwości materiału. Parametr ten opisuje przydatność blach do kształtowania w procesach głębokiego tłoczenia. Jednakże proces przemiany tekstury stanu zdeformowanego w teksturę stanu zrekrytalizowanego nadal jest zagadnieniem silnie nierozpoznanym.

Niniejszy program badawczy jest próbą wyjaśnienia mechanizmów transformacyjnych kontrolujących przemianę tekstury, jaka dokonuje się w technologicznych operacjach wyżarzania. Badania doświadczalne przeprowadzono na próbkach monokrystalicznych, o tzw. orientacjach stabilnych, tj. Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ i 'brass' $\{110\}\langle 112\rangle$, deformowanych do zakresu dużych stopni odkształcenia w próbie nieswobodnego ściskania, modelującej proces walcowania. Następnie próbki poddawano procesowi wyżarzania w zakresie rekrytalizacji pierwotnej. Analizę zmian krystalograficznych prowadzono na metalach reprezentujących szerokie spektrum energii błędu ułożenia (EBU): 'małej' - Cu-2%Al, 'średniej' - Cu i Ni oraz 'dużej' - Al i Al-1%Mn. W pracy analizowano mechanizmy kontrolujące początkowe stadia procesu rekrytalizacji, a zwłaszcza: mechanizmy odpowiedzialne za uformowanie się orientacji początkowego zarodka oraz ich związek z aktywnymi w procesie odkształcenia systemami poślizgu, rolę granic małego kąta w tym procesie, proces bliźniakowania rekrytalizującego, etc.

Wyjaśnienie powyższych problemów opierało się głównie na pomiarach orientacji lokalnych w skaningowym i transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Szczegółowa analiza dezorientacji poprzez front rekrytalizacji wyraźnie pokazała, że orientacje początkowych ziaren nie są przypadkowe. Osie dezorientacji w relacji orientacji poprzez front rekrytalizacji leżały w pobliżu normalnych do płaszczyzn $\{111\}$, lecz jedynie sporadycznie pokrywały się z kierunkiem $\langle 111\rangle$. Szczególnie silnie reprezentowane były osie położone w pobliżu normalnych do płaszczyzn silnie uprzywilejowanych w procesie odkształcenia. Dystrybucja kąta obrotu w relacji orientacji poprzez front rekrytalizacji wykazywała preferencje do formowania dwóch maksimów: w pobliżu wartości 30° i 45-55°. W metalach o 'średniej' i 'małej' EBU, wyjaśniono rolę mechanizmu bliźniakowania w formowaniu się tekstury rekrytalizacji. W większości analizowanych przypadków, normalna do płaszczyzny zbliźniczenia leżała w pobliżu osi dezorientacji 'definiującej' oś obrotu w relacji orientacji pomiędzy stanem zdeformowanym a zrekrytalizowanym.

Charakterystyka pracy w języku angielskim:

In the case of flat semi-products made of face-centered cubic (fcc) metals and alloys, one of the important parameters affecting the anisotropic material properties is its crystallographic texture. This parameter describes the suitability of sheets for plastic shaping during deep drawing. Despite much experimental research performed to explain the mechanisms controlling the transformation of as-deformed state texture components into recrystallized ones this process still remains unclear. The present research program is a renewed attempt at explaining the transformation mechanisms.

The following series of experimental investigations has focused on a model analysis of transformations which occur in single crystals, with stable orientations, i.e. Goss $\{110\}\langle 001\rangle$ and 'brass' $\{110\}\langle 112\rangle$, of several fcc metals with different stacking fault energies. The deformation is carried out by channel-die compression to simulate the rolling process of thin sheets. This approach to analyzing the problem makes its description simpler and clearer since the stability of the orientation during deformation enables one to precisely define the orientation relationship which appears when the 'primary nucleus' is formed. Another important aspect is that the deformation of stable orientation crystallites (up to large deformations) practically does not lead to the appearance of many high-angle boundaries; even if they appear it is in limited numbers. In the absence of high-angle boundaries, the conventional mechanism of primary nucleation, based on the presence of pre-existing nuclei in the deformed structure, cannot be accepted as valid for explaining texture change during recrystallization. The research program carried out in this study aims at not only defining preferences in the selection of new grain orientations and the determination of disorientation relationship dominating between recrystallized and deformed phases, but also 'associating' this relation to possible dislocation mechanisms (thermally induced dislocation motion). The interest in the above topic originated in the fact that current theories to describe the processes of texture transformation are inconsistent. The most conspicuous case regards the 'classical' disorientation relation of $40^\circ\langle 111\rangle$ type across the migrating recrystallization front.

The present work is mostly based on local orientation measurement by means of high-resolution scanning electron microscopy, together with some complementary measurements performed by means of transmission electron microscopy.

The recrystallization process is closely related to the preceding straining process during which numerous crystal defects are generated. Thermally activated displacement of dislocations inside the dislocation cells and the migration of dislocation small-angle boundaries imply a change of orientation of the area where these processes occur. The classical orientation

relation for fcc metals between the deformed matrix and the recrystallized grain, described as $40^\circ\langle 111 \rangle$, was only rarely found.

A detailed analysis of all the disorientations in different directions across the recrystallization front clearly shows the occurrence of α orientation relation. In the case of high SFE metals, the decisive role is played by axes close to the poles of the most active $\{111\}$ planes during deformation. The disorientation axes lie close to the normal of (111) plane but only rarely coincide with them. In 'medium-low' SFE metals, growth occurs by both boundary migration and twinning (from the initial nucleus orientation) on different $\{111\}$ twinning planes followed by growth of the twinned areas. In most cases the normal of the twinning plane lies very close to the rotation axis.

Regardless of the initial crystal orientation, there is a strong relation of the as-deformed orientations with the orientations of new grains at the initial stages of recrystallization. For the metals studied here and both initial orientations at the initial stages of recrystallization, the appearance of a specific number of new orientation groups of new grains was demonstrated. The orientation relation across the recrystallization front 'defines' the final rotation by angles in the range 25-45° around axes mostly grouped about the $\langle 122 \rangle$, $\langle 012 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ and $\langle 111 \rangle$ directions. In the case of 'high' SFE metals, the decisive role is played by axes close to the poles of the most active $\{111\}$ planes during deformation. In the case of metals with 'medium' and 'low' SFE (i.e. undergoing twinning in recrystallized grains) these were the axes grouped around the normals of all four $\{111\}$ planes. But also in this case, one clearly observes a preferential grouping of disorientation axes around the poles of the most active planes during deformation. (Although the rotation axes approach the normal vector of the active slip planes during deformation, they only rarely coincide with the exact location of the $\langle 111 \rangle$ direction.)

A large fraction of new grains, regardless of the metal, are characterized by a strongly elongated shape. It probably results from the thermally activated movement of selected dislocation families, travelling in pairs on one of the most active during deformation planes.

Opis bibliograficzny:

1.

M. Miszczyk, H. Paul, J. H. Driver, C. Maurice, New orientation formation and grain growth during primary recrystallization in stable single crystals of three face-centred cubic metals, *Acta Materialia*, 83 (2015) 120-136.

2.

M. M. Miszczyk, H. Paul, Recrystallization behavior of plane strain deformed Al-Mn-Mg-S-cZr alloy, *Solid State Phenomena* 231 (2015) 1-10.

3.

M. M. Miszczyk, H. Paul, J. H. Driver, C. Maurice, Crystallographic aspects of nucleation and grain growth during recrystallization of high stacking fault energy metals as characterized on model Al-1%at.Mn alloy crystals - in press *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (MSE)* (2015)

4.

M. Miszczyk, H. Paul, J. H. Driver, C. Maurice, Disorientation relations during the early stages of recrystallization in medium and low SFE fcc metals, *Materials Science Forum*, 783-786 (2014) 2585-2590.

5.

M. M. Miszczyk, H. Paul, J. H. Driver, C. Maurice, Relacje dezorientacji w początkowych stadiach rekrystalizacji metali o sieci rsc o średniej i małej energii błędu ułożenia, *Rudy i Metale Nieżelazne*, 57 (5) (2013), 312-318.

6.

H. Paul, P. Uliasz, **M. Miszczyk**, W. Skuza, T. Knych, An SEM/EBSD study of shear bands formation in Al-0.23%wt.Zr alloy deformed in plane strain compression, *Archives of Metallurgy and Materials*, 58 (2013) 145-150.

7.

W. Wajda, Ł. Madej, H. Paul, R. Gołąb, **M. Miszczyk**, Validation of texture evolution model for polycrystalline aluminum on the basis of 3D digital microstructures, *Metal Forming*, (2012) 1111-1114.

8.

M. Miszczyk, H. Paul, J.H. Driver, Cl. Maurice, Microstructure and texture evolution during annealing of plane strain compressed Al and Al-1%Mn alloy single crystals, Archives of Metallurgy and Materials, 56 (4) (2011), 933-938.

9.

H. Paul, M. Darrieulat, N. Vanderesse, L. Lityńska, **M. Miszczyk**, Microstructure of warm worked Zircalloy-4, Archives of Metallurgy and Materials, 55 (4) (2010), 1007-1019.

10.

H. Paul, **M. Miszczyk**, Wpływ bimodalnej struktury wydzielań fazowych na ewolucję mikrostruktury i tekstury stopu AA3104, Materiały Konferencji Sprawozdawczej Komitetu Metalurgii PAN - Krynica 2010, Polska Metalurgia w latach 2006-2010 pod red. K. Świątkowskiego, AGH Kraków, ISBN 978-83-60958-64-3, (2010) 768-776.

11.

H. Paul, Ł. Madej, M. Bijak, Ł. Rauch, **M. Miszczyk**, Modelowanie rozwoju mikrostruktury stopu AA1050 wyciskanego w procesie ECAP, Materiały Konferencji Sprawozdawczej Komitetu Metalurgii PAN - Krynica 2010, Polska Metalurgia w latach 2006-2010 pod red. K. Świątkowskiego, AGH Kraków, ISBN 978-83-60958-64-3, (2010) 632-640.

12.

H. Paul, Cl. Maurice, J. Driver, **M. Miszczyk**, Application of orientation imagining to the study of substructural development in cold rolled deformed Al-0.3%Mn single crystals of {110}<112> orientation, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 7 (2010) 1-10.

13.

H. Paul, T. Baudin, A. Tarasek, **M. Miszczyk**, Effect of strain path on microstructure and texture development in ECAP processed AA 3104 alloy, Solid State Phenomena, 160 (2010) 265-272.

14.

H. Paul, J. Driver, Cl. Maurice, **M. Miszczyk**, D. Piot, Deformation microstructure and texture evolution of {110}<112> Al-0.3%Mn single crystals compressed in channel-die, Archives of

Metallurgy and Materials, 54 (1) (2009) 66-74.

15.

A. Tarasek, H. Paul, R. Bański, A. Piątkowski, **M. Miszczyk**, Rozwój mikrostruktury i tekstury stopu aluminium AA 3104 odkształconego metodą wyciskania w kanale kątowym, XXXVII Szkoła Inżynierii Materiałowej, Kraków -Krynica, 29 IX-02 X 2009, (2009) 418-423.