

Mechanisms of Time Dependent Plasticity in Ultra-Fine Grained Copper after Severe Plastic Deformation

Jörn Leuthold

- 2016 -

Institut für Materialphysik

Mechanisms of Time Dependent Plasticity in Ultra-Fine Grained Copper after Severe Plastic Deformation

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Naturwissenschaften im Fachbereich Physik
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster

vorgelegt von
Jörn Leuthold
aus Münster
- 2016 -

Dekan: Prof. Dr. Christian Weinheimer
Erster Gutachter: Prof. Dr. Gerhard Wilde
Zweiter Gutachter: PD Dr. Sergiy V. Divinski
Tag der mündlichen Prüfung:
Tag der Promotion:

Contents

Contents	iv
Abbreviations	ix
1 Introduction	1
2 Methods of severe plastic deformation	3
2.1 Severe plastic deformation techniques	3
2.1.1 High pressure torsion	3
2.1.2 Equal channel angular pressing	6
3 Microstructural evolution during SPD	9
3.1 Fundamental concepts of crystallography in fcc metals	9
3.1.1 The face centered cubic crystal lattice	9
3.1.2 Definition and representation of crystallographic orientation and misorientation	10
3.1.3 Vacancies, dislocations and grain boundaries	12
3.2 Grain boundaries in polycrystals	12
3.2.1 Low angle grain boundaries	13
3.2.2 High angle grain boundaries	14
3.2.2.1 Coincidence site lattice (CSL) and O-lattice	14
3.2.2.2 Displacement shift complete (DSC) lattice, O2-lattice and grain boundary dislocations	16
3.2.2.3 Texture	16
3.3 Microstructural characterization of HPT processed copper	20
3.3.1 Electron backscatter diffraction	20
3.3.1.1 Grain size	22
3.3.1.2 Grain boundary misorientation distribution	22
3.3.1.3 Grain average misorientation distribution	22
3.3.1.4 Grain orientation spread, local orientation spread and orientation deviation mapping	22
3.4 Initial material	24
3.5 Development of the microstructure at different stages of high pressure torsion	24
3.5.1 Results and Discussion	26
3.5.1.1 Shear strain $\gamma = 0$	26
3.5.1.2 Shear strain in the range of $\gamma = 5 - 10$	27

3.5.1.3	Shear strain $\gamma = 15$	27
3.5.1.4	Shear strain in the range of $\gamma = 20$ to $\gamma = 80$	28
3.5.1.5	Twin boundaries in the deformed microstructure	29
3.5.2	Discussion of the mechanisms of grain refinement	31
3.6	Texture of HPT Samples	33
4	Recrystallization of SPD-processed fcc metals	35
4.1	Recrystallization kinetics	35
4.2	Thermal stability of ufg Cu	37
4.2.1	Texture development during recrystallization	38
4.2.2	Grain boundaries in annealed HPT Cu	39
4.2.3	Distribution of $\Sigma 3$ and $\Sigma 9$ boundaries after annealing	40
4.3	Grain boundary engineering in ufg copper	43
4.4	Strain localization in ECAP deformed nickel	46
4.4.1	Analysis by grain size and grain orientation spread	48
4.4.2	Comparative analysis of the development of texture components associated with ECAP	49
4.4.3	Spatial distribution of orientations of the ideal fibers	51
4.4.4	Microstructural properties of the initial state and after annealing	53
4.4.5	Discussion	54
4.5	Texture microstructure correlation in HPT Cu	55
5	Plastic properties of HPT-processed Cu	59
5.1	Fundamentals of plasticity	59
5.1.1	Elastic deformation	59
5.1.1.1	The stress-strain curve	61
5.1.1.2	Mechanisms of plastic deformation	62
5.1.1.3	The critical shear stress	63
5.1.1.4	Work hardening	64
5.1.1.5	Mechanical twinning	65
5.1.1.6	Plastic deformation of polycrystals	65
5.1.2	Hall-Petch equation	67
5.1.3	Crossslide of screw dislocations	67
5.2	Nanoindentation testing of HPT deformed Cu	68
5.2.1	Experimental setup	70
5.2.2	Nanoindentation mapping	70
5.2.3	Nanoindentation measurements on HPT-Cu	71
5.2.4	Load relaxation nanoindentation tests	72
5.3	Tensile Experiments	75
5.3.1	Experimental setup	75
5.3.2	Results and discussion of tensile experiments of HPT Cu	77
5.3.2.1	Texture hardening in HPT Cu	78
6	Creep experiments on HPT-processed Cu	83
6.1	The theory and mechanisms of creep deformation	83
6.1.1	Power law creep and strain rate sensitivity	83
6.1.2	On the power law description of low-stress uni-axial steady-state high-homologous-temperature deformation	84

6.1.3	Mechanisms of creep	85
6.1.3.1	Dislocation creep	85
6.1.3.2	Nabarro-Herring creep	87
6.1.3.3	Coble creep	88
6.1.3.4	Grain boundary sliding	88
6.2	Tensile creep tests of ufg copper	89
6.2.1	Experimental	89
6.2.2	Results	90
6.2.3	Discussion	91
6.2.4	Discussion	93
6.3	Diffusion in HPT Cu	94
6.3.1	Fundamentals of bulk and grain boundary diffusion	94
6.4	Results of ⁶³ Ni radio tracer experiments of HPT Cu	96
6.5	Microstructural characterization after creep	97
6.6	Digital image correlation	101
6.6.1	The application UTAMs for marking of the surface	103
6.6.2	Analysis of the local strain field	104
6.6.3	Results of DIC of creep deformed ufg copper	106
6.7	Results and discussion	108
7	Summary	113
8	Zusammenfassung	115
	Bibliography	117
	Lebenslauf	127
	Publikationen	129
	Danksagung	131
	Erklärung	133

Chapter 7

Summary

In this work the mechanisms of time dependent plastic deformation in an ufg-microstructure after severe plastic deformation were investigated. It has been observed that dynamic recrystallization has a strong influence on the evolution of the microstructure during HPT deformation. It was confirmed experimentally that a correlation between the evolution of the components of texture and the local distribution of stored energy in the form of defects, which strongly affect the recrystallization kinetics, exists in the microstructure. This was attributed to a localisation of shear strain during SPD processing. In preceding studies it was observed that after SPD a hierarchic microstructure is present, in which high energy grain boundaries are associated with enhanced diffusion kinetics. By the use of a specifically designed miniature tensile testing machine it was demonstrated that at high strain rates plastic deformation is carried by slip of dislocations. However, in creep measurements in the temperature range of 293K to 423K a time dependent straining of the sample, which, based on the determined activation energy, is associated with a grain boundary mediated process. Due to application of an advanced analysis by digital image correlation, in which a high density of markers on the surface was achieved by utilization of a porous ultra thin alumina membrane, a localization of shear strain in mesoscopic shear bands was found. The result indicates that rate controlling mechanism of grain boundary sliding, which potentially is correlated, based on the observation of a similar scale dependence, with the inhomogeneous distribution of defects and, therefore, the stored energy. The accommodation mechanism necessary to compensate for the misfit is highly temperature dependent due to the onset of recrystallisation in the microstructure. In this context the unexpectedly high stress exponent was discussed, which potentially is explained by the rotation of the preferred orientation of high energy boundaries, a dislocation creep by grain boundary associated dislocation or may also be combination of both processes. In this work starting points for further research on the mechanism of creep in ufg-materials after SPD have been identified.

Chapter 8

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden die Mechanismen der zeitabhängigen plastischen Verformung in einer ultrafeinkörnigen Mikrostruktur nach schwerer plastischer Deformation untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass die dynamische Rekristallisation während der HPT-Verformung einen erheblichen Einfluss auf die sich ausbildende Mikrostruktur des Materials hat. Es wurde experimentell nachgewiesen, dass es dabei einen Zusammenhang zwischen dem Auftreten bestimmter Komponenten der Textur und der lokalen Energieverteilung in Form von Defekten in der Mikrostruktur, die die Rekristallisationskinetik stark beeinflussen, besteht. Dies wurde auf eine Lokalisation der Scherdehnung während der SPD-Behandlung zurückgeführt. In vorausgegangenen Arbeiten wurde festgestellt, dass nach SPD eine hierarchische Mikrostruktur vorliegt, in der Hochenergie-Korngrenzen eine beschleunigte Diffusionskinetik bewirken. Mit Hilfe einer speziell konzipierten Miniatur-Zugmaschine wurde experimentell gezeigt, dass die Plastizität bei hohen Dehnraten durch das Gleiten von Versetzungen getragen ist. Hingegen ist bei Kriechmessungen im Temperaturbereich von 293K bis 423K eine zeitabhängige Dehnung festgestellt worden, die aufgrund ihrer Aktivierungsenergie mit einem Korngrenzen basierten Prozess in Verbindung gebracht werden konnte. Durch Anwendung einer weiterentwickelten Methode der digitalen Bildkorrelation, in der durch Verwendung einer porösen ultradünnen Aluminiumoxid Membran eine sehr hohe Dichte an Markierungspunkten erzeugt werden konnte, konnte eine Lokalisation der Dehnung in mesoskopischen Scherbändern festgestellt werden. Dieses Ergebnis deutet auf einen ratenkontrollierenden Mechanismus des Korngrenzengleitens hin, der aufgrund der gleichen Skalenabhängigkeit mit der inhomogenen Defektverteilung, und damit der gespeicherten Energie, in Verbindung zu stehen scheint. Der Akkommodationsprozess, der bei Korngrenzengleiten notwendig ist, um die entstehende Fehlpassung auszugleichen, ist aufgrund der eintretenden Rekristallisation der Mikrostruktur stark temperaturabhängig. In diesem Zusammenhang wurde der unerwartet hohe Spannungsexponent diskutiert, der möglicherweise mit einer Rotation der Vorzugsrichtung der hochenergetischen Korngrenzen oder einem durch Korngrenzendiffusion getragenen Versetzungskriechen oder auch einer Kombination dieser beiden Prozesse

erklärt werden kann. In dieser Arbeit wurden Ansatzpunkte aufgezeigt um den genauen Mechanismus des Kriechens in ultrafeinkörnigen Materialien genauer zu erforschen.