

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
імені В. Н. КАРАЗІНА

*Кваліфікаційна наукова  
праця на правах рукопису*

**Зєтова Тетяна Расімовна**

УДК 538.911; 539.3/.4

**СУБСТРУКТУРНІ ТА ОРІЄНТАЦІЙНІ ЗМІНИ, ЩО  
ЗДІЙСНЮЮТЬСЯ В ХОДІ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ  
ДВОВИМІРНИХ ПОЛКРИСТАЛІВ АЛЮМІНІЮ І МІДІ ПРИ  
КІМНАТНІЙ ТЕМПЕРАТУРІ**

01.04.07 – фізика твердого тіла

**ДИСЕРТАЦІЯ**

на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей, результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

Науковий керівник –  
кандидат фіз.-мат. наук, проф.  
Бадіян Євген Юхимович

---

(підпис, ініціали та прізвище здобувача)

## АНОТАЦІЯ

**Зстова Т.Р. Субструктурні та орієнтаційні зміни, що здійснюються в ході пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію і міді при кімнатній температурі. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.**

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико – математичних наук (доктора філософії) за спеціальністю 01.04.07 – фізика твердого тіла. – Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна, Харків, 2017.

Дисертаційна робота присвячена розв'язанню наукового завдання, яке полягає у встановленні фізичних закономірностей та механізмів, субструктурних і орієнтаційних змін, що здійснюються в ході пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію і міді при кімнатній температурі.

Проблема дослідження субструктури і визначення її характеристик (розмір субзерен і їх кристалографічна орієнтація) *in situ* в процесі деформування полікристалічних зразків є найважливішою при визначенні механізмів узгодження пластичної деформації зерен. Необхідною вимогою до методики, яка застосовується до таких досліджень, є високе лінійне і кутове розділення, а також неперервність у часі отримання інформації про структурні зміни від усієї поверхні робочої частини зразка.

Відомі різні дифракційні методи визначення структурних і субструктурних характеристик в кристалічних зразках. Але всі вони не в повній мірі підходять для встановлення закономірностей еволюції і механізмів самоузгоджених змін структури і субструктури для всього досліджуваного полікристалічного зразка *in situ* в процесі його деформування. Для цього повинні бути розроблені та апробовані нові дифракційні методики, які дають можливість отримати експериментальні дані про субструктурні та орієнтаційні зміни, що здійснюються в ході пластичної деформації на різних структурних рівнях у всіх ділянках поверхні робочої частини полікристалічних зразків у процесі їх деформування.

Внаслідок проведення дослідження за темою дисертаційної роботи одержані такі наукові результати:

1. Вперше виявлений ефект субструктурних та орієнтаційних змін, які відбуваються на початкових етапах пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію як спосіб релаксації напруженого стану зразка.

2. Візуалізація зміни субзеренної структури у процесі деформування двовимірного зразка полікристалічного алюмінію дозволила вперше виявити ефект "розсипання" границь зерен та встановити можливий механізм цього явища.

3. Вперше виявлено аномально високу локальну деформацію ( $\epsilon = 40\%$ ) ділянки двовимірного зразка алюмінію з "крупнозернистою" структурою, яка містить границю зерен загального типу, що призводить до її "розпушування" та утворення у приграничній області границі тріщини, подальше поширення якої відбувається у тілі зерна.

4. Експериментально показано, що дрібні субзерна (1-5 мкм) з широким спектром дезорієнтацій, який змінюється у процесі деформування зразка, виявлені поблизу границі, відіграють акомодативну роль на границі зерна при його деформації.

5. Показано, що різноманіття вихідної мікроструктури двовимірних полікристалів міді приводить до різних способів релаксації напруженого стану в ході їх деформації і, нарешті, до зміни механічних характеристик зразків. Так, уперше експериментально показано, що в двовимірних полікристалічних зразках міді, що містять тільки двійникові границі, які перетинають всю поверхню зразка, у процесі їх пластичної деформації при кімнатній температурі поблизу двійникових границь виникають екструзії і інтрузії, як способи релаксації напруженого стану.

6. Встановлено, що у зразках міді, які містять двійники, що відрізняються за формою, розмірами та орієнтацією, а також границі зерен спеціального та загального типу, у процесі їх пластичної деформації

виникають різноманітні ротаційні структури та проявляється ефект прозорості двійникових границь для дислокацій.

7. Встановлено, що у зразках міді з умовно "дрібнозернистою" мікроструктурою з границями зерен загального типу та наявністю всередині цих зерен великої кількості двійників при їх деформації у тілі кожного із зерен здійснюється інтенсивне дислокаційне ковзання, розвиваються ротаційні ефекти. Показники пластичності таких зразків зростають одночасно зі збільшенням їх границі міцності.

Основні результати досліджень можуть бути використані при розробці полікристалічних матеріалів з ГЦК структурою з прогнозованими механічними характеристиками. Розроблені оригінальні методи та методики можуть бути використані при виконанні науково-дослідних робіт. Виявлені механізми аномально високої локальної пластичної деформації окремих зерен полікристалічних зразків та механізми виникнення та розвитку тріщин можуть бути використані при створенні теорії міцності та пластичності полікристалічних матеріалів. Отримані результати можуть бути застосовані для прогнозування та поліпшення механічних властивостей конструкційних та функціональних матеріалів, що використовуються у вигляді фольг, стрічок, тонких плівок. Методики визначення кристалографічної орієнтації зерен на поверхні полікристалічного зразка і візуалізації орієнтаційної неоднорідності та морфології поверхні монокристала або окремих зерен полікристала, які розроблені та апробовані у ході виконання досліджень за темою дисертації, захищені патентами на винахід.

За темою дисертації здобувачкою у співавторстві опубліковано 22 наукові праці. Серед них 9 статей у наукових журналах, 2 патенти на винахід та 11 тез доповідей на наукових конференціях.

Дисертаційна робота складається з вступу, 4 розділів, висновків, примітки, списку використаних джерел та 1 додатку. Зміст досліджень викладено на 110 сторінках, включаючи 62 рисунка (на 1 окремій сторінці), 5

таблиць. Список використаних джерел, викладений на 13 стор. містить 123 бібліографічних найменування.

**Ключові слова:** двовимірні полікристали, квазіперіодична структура, пластична деформація, кристалографічна орієнтація, дезорієнтація, колірні орієнтаційні карти, візуалізація, субструктурні та орієнтаційні зміни, розсіпання границі зерна.

### **СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ**

1. Бадиян Е.Е. Оптическая методика исследования *in situ* ориентационных и структурных изменений, сопровождающих пластическую деформацию поликристаллических образцов / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2010. – Т. 76, № 8. – С. 34 – 38.
2. Badiyan E.E. Optical Technique for the In Situ Study of Orientation and Structure Changes Accompanied the Plastic Deformation of Polycrystalline Specimens of Aluminum / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O. V., Shurinov R. V., **Zetova T.R.** // Inorganic Materials. – 2011, №15. – P. 1663 – 1666.
3. Бадиян Е.Е. Визуализация субструктурной и ориентационной неоднородности в отдельных зернах поликристаллических образцов / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.**, Казачкова Е.С. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2014. – Т.80, № 8. – С. 37 – 40.
4. Badiyan E.E. Determination of Characteristics of Substructure and Orientation Inhomogeneity in Polycrystalline Specimens / Badiyan E. E., Tonkopryad A. G., Shekhovtsov O. V., Shurinov R. V., **Zetova T. R.**, Kazachkova K. S. // Functional Materials. – 2014. – V. 21, № 3. – P. 307 – 312.
5. Badiyan E.E. Investigation of origination and development of the surface deformation relief of crystalline materials by laser radiation / Badiyan E.E.,

Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., **Zetova T. R.**, Kazachkova K. S // Functional Materials. – 2015. – V. 22, № 3. – P. 396 – 400.

6. **Zetova T.R.** Computer indexing Laue diffraction pattern, the determination of the crystallographic orientation of the grains relative to the main directions in the crystal and the Schmid factor for all slip systems / **Zetova T. R.**, Ftemov E.V., Tonkopryad A.G., Badiyan E.E. // Вісник ХНУ. – № 1158. – серія «Фізика». – Вип. 22. – 2015. – С. 31 – 34.

7. **Zetova T.R.** Extrusion and intrusion in plastically deformed copper foils / **Zetova T. R.**, Badiyan E.E. // Вісник ХНУ. – серія «Фізика». – Вип. 23. – 2015. – С 39 – 42.

8. Badiyan E.E. Features of structure of copper two-dimensional polycrystals obtained by recrystallization method and nature of its changes in process of plastic deformation / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shurinov R.V., **Zetova T. R.**, Talakh S.V., Dergacheva A.V. // ISSN 1562-6016. PAST. – 2016. – №1 (101). –P. 88 – 91.

9. E.E.Badiyan. Substructure and orientation heterogeneity of polycrystalline aluminum and its changes during plastic deformation / E.E.Badiyan, A.G.Tonkopryad, O.V.Shekhovtsov, R.V.Shurinov, **T.R.Zetova** // Functional Materials. 23 – 2016, № 4. – P. 561 – 569.

10. Шеховцов О.В. Влияние размера зерен и типа межзеренных границ на характер разрушения двумерных поликристаллов алюминия / Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., Осташко Е.В., **Зетова Т.Р.** // VII Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 15 – 14 грудня 2005 р., Україна: Матеріали конференції – Харків: Вид-во ХНУ імені В. Н. Каразіна. – 2005. – С. 68.

11. Шеховцов О.В. Кристаллографические особенности разрушения двумерных поликристаллов алюминия / Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // VIII Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах” 11 – 13 грудня 2007 р., Україна: Матеріали конференції – Харків: Вид-во ХНУ імені В. Н. Каразіна. – 2007. – С. 108.

12. Шеховцов О.В. Исследование кинетики развития трещин в процессе пластической деформации двумерных поликристаллов алюминия / Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // VIII Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 11 – 13 грудня 2007 р., Україна: Матеріали конференції – Харків: Вид-во ХНУ імені В.Н. Каразіна. – 2007. – С.109.
13. Бадиян Е.Е. Влияние микродефектной структуры и ориентационных факторов на разрушение поликристаллических фольг алюминия / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // 47 Международная конференция "Актуальные проблемы прочности". Материалы конф., 1 – 5 июля 2008 г. – Нижний Новгород. – 2008. – С. 234 – 236.
14. Бадиян Е.Е. Оптические методики для исследования *in situ* ориентационных и структурных изменений, сопровождающих пластическую деформацию поликристаллических образцов / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // IX Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 1 – 4 грудня 2009 р., Україна: Матер. конф. – Харків: ХНУ імені В.Н. Каразіна. – 2009. – С. 127
15. Бадиян Е.Е. Влияние упрочняющих покрытий из нитрида титана на развитие пластической деформации и механические свойства двумерных поликристаллов алюминия / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // IX Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 1 – 4 грудня 2009 р., Україна: Матер. конф. – Харків: ХНУ імені В.Н. Каразіна. – 2009. – С. 53.
16. Бадиян Е.Е. Оптическая методика определения структурных характеристик поликристаллических образцов и их изменения в процессе пластической деформации / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // 52-я Международная научная конференция “Актуальные проблема прочности”: сборник тезисов докладов. 4 – 8 июня 2012 года. г. Уфа, Россия. – Уфа: РИЦ БашГУ. – 2012. – С. 45.

17. Бадиян Е.Е. Исследование механизмов пластической деформации и характера разрушения поликристаллических образцов алюминия в широком температурном интервале / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // 18-я Международная конференция “Физика прочности и пластичности материалов”: сборник тезисов докладов. 2 – 4 июля 2012 года, г. Самара, Россия. – Самара: Самарский гос. тех. ун-т. – 2012. – С. 85.
18. Бадиян Е.Е. Микроскопические механизмы пластической деформации и разрушения двумерных поликристаллов алюминия / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // VII Международная конференция «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений» (MPFP-2013) 17-23 июня 2013 года, г. Тамбов. Вестник ТГУ, серия "Естественные и технические науки". – 2013. – Т. 18. – Вып. 4. – С. 84.
19. Бадиян Е.Е. Исследование *in situ* дислокационного скольжения при пластической деформации фольг Al с помощью лазерного излучения / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.**, Казачкова Е.С // Международная конференция "Физика прочности и пластичности материалов". Сб. тез., 8 – 11 июня 2015г. – Самара. – 2015. С. 136.
20. **Зетова Т.Р.** Субструктурные и ориентационные изменения в поликристаллических образцах алюминия в процессе их деформирования / **Зетова Т.Р.** // IX Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 1 – 4 грудня 2015 р.: Матер. конф. – Харків: ХНУ імені В.Н. Каразіна. –2015. – С. 53.
21. Патент 93021 Україна, МПК G01N 21/00, G01N 21/17, G01N 33/20. Спосіб визначення кристалографічної орієнтації зерен на поверхні полікристалічного зразка / Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.**; Заяв. і патентовласник ХНУ імені В.Н. Каразіна. – № а 2010 02923; заявл. 15.03.10; опубл. 27.12.10. – Бюл. №24.



22. Патент 104249 Україна, МПК (2013.01), G01N 21/00, G01N 33/20 (2006.1).  
Спосіб візуалізації орієнтаційної неоднорідності та морфології поверхні  
монокристала або окремих зерен полікристала / Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г.,  
Шеховцов О.В., Шурінов Р.В., **Зетова Т.Р.**, Казачкова К.С. Заяв. і  
патентовласник ХНУ імені В.Н. Каразіна. – № а 2012 14845; заявл. 24.12.12.;  
опубл. 10.01.14. – Бюл. №1.

### ABSTRACT

***Zetova T. R. Substructural and orientation changes which are carried out during a flowage two-dimensional polycrystalline aluminium and copper at a room temperature. – Manuscript.***

Substructural and orientational changes carried out during the plastic deformation of two-dimensional polycrystals of aluminum and copper at room temperature. - Qualification scientific work as a manuscript.

Dissertation for scientific degree of candidate of physical - mathematical sciences (PhD) in the specialty 01.04.07 - physics solid. - Kharkiv National University named after VN Karazin, Kharkov, 2017.

Thesis of research devoted to solving the problem, which is to establish the physical regularities and mechanisms, and substructural orientational changes made during the plastic deformation of two-dimensional polycrystalline aluminum and copper at room temperature.

Problem substructure study and determine its characteristics (subgrains size and crystallographic orientation) in situ during the deformation of polycrystalline samples is crucial in determining the mechanisms to coordinate the plastic deformation of the grains. A necessary requirement for the methodology that is applied to such studies is a high linear and angular resolution, as well as continuity in the time of obtaining information about structural changes from the entire surface of the working part of the sample.

Various diffraction methods for determining the structural and substructure characteristics in crystalline samples are known. But all of them are not fully

suitable for establishing the laws of evolution and mechanisms of self-consistency of the changes in the structure and substructure for the entire polycrystalline sample under study in situ during its deformation. For this to be developed and tested new diffraction techniques, which make it possible to obtain experimental data on the substructure and orientation changes occurring during plastic deformation at different structural levels in all parts of the surface of the working part of polycrystalline samples in the process of deformation.

As a result of the research on the theme of the thesis, the following scientific results were obtained:

1. For the first time, the effect of substructural and orientational changes that occur at the initial stages of plastic deformation of two-dimensional aluminum polycrystals as a way of relaxation of the stress state of a sample was observed.
2. The visualization of the change in the subgrain structure in the process of deformation of a two-dimensional sample of polycrystalline aluminum made it possible for the first time to reveal the effect of the "scattering" of grain boundaries and to establish a possible mechanism for this phenomenon.
3. First detected anomalously high local deformation ( $\epsilon = 40\%$ ) portion of a two-dimensional aluminum sample with the "coarse-grained" structure containing the border general type grains, which leads to its "loosening" and the formation of a boundary region crack boundary further spread which occurs in the body of grains .
4. It is shown experimentally that the fine subgrains (1-5 microns) with a broad spectrum of disorientation, which varies during the deformation of the sample found near the boundary, play accommodative role at the grain boundary during its deformation.
5. It is shown that a variety of two-dimensional initial microstructure polycrystalline copper leads to different methods of relaxation stress state during their deformation and, finally, to change the mechanical characteristics of the samples. Thus, first experimentally it is shown that in

two-dimensional polycrystalline copper samples containing only the twin boundaries, which intersect the entire surface of the sample, in the process of plastic deformation at ambient temperatures occur near boundaries of twin extrusion and intrusion, as methods relaxation stress.

6. Thus, for the first time it has been shown experimentally that in two-dimensional polycrystalline copper samples containing only twin boundaries that cross the entire surface of the sample, extrusions and intrusions arise as a means of stress relaxation during the plastic deformation at room temperature near the twin boundaries.
7. It is established that in the copper samples containing twins differing in shape, size and orientation, as well as grain boundaries of a special and general type, different rotary structures arise in the process of their plastic deformation and the transparency effect of the twin boundaries for dislocations.
8. It is established that in the samples of copper with a conventionally "fine-grained" microstructure with grain boundaries of a general type and the presence of a large number of twins within these grains, when deformed in the body of each of the grains, intense dislocation sliding occurs, and rotary effects develop. The plasticity indices of such samples grow simultaneously with the increase in their ultimate strength. (Ductility indices such specimens grow simultaneously with an increase in the limit of their strength.)

The main results of the research can be used in the development of polycrystalline materials with a fcc structure with predicted mechanical characteristics. The developed original methods and techniques can be used in the performance of scientific research. The mechanisms of anomalously high local plastic deformation of individual grains of polycrystalline samples and the mechanisms of occurrence and development of cracks can be used to create the theory of strength and plasticity of polycrystalline materials. The results obtained can be used to predict and improve the mechanical properties of structural and

functional materials used in the form of foils, tapes, thin films. Methods for determining the crystallographic orientation in the grain on the surface of a polycrystalline sample and visualization of the orientation heterogeneity and morphology of the surface of a single crystal or individual polycrystalline grains, developed and approved in the course of research on the topic of the thesis, are protected by patents for invention.

On the subject of the thesis by the applicant, 22 research papers have been published in co-authorship. Among them 9 articles in scientific journals, 2 patents for invention and 11 thesis at scientific conferences.

The thesis consists of an introduction, four sections, conclusions and a list of sources of literature used. The volume of the thesis is 110 pages of printed text, including 62 drawings, 5 tables. The list of used sources of literature consists of 123 titles.

**Keywords:** two-dimensional polycrystals, a quasiperiodic relief, plastic deformation, color orientation maps, visualization, substructural and orientational changes, dispersal grain boundary.

## **LIST OF PUBLISHED WORKS ON THE TOPIC OF THE DISSERTATION**

1. Badiyan E.E. Opticheskaya metodika issledovaniya in situ oriyentatsionnykh i strukturnykh izmeneniy, soprovozhdayushchikh plasticheskuyu deformatsiyu polikristallicheskich obraztsov / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R. // Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov. – 2010. – T. 76, № 8. – S. 34 – 38.
2. Badiyan E.E. Optical Technique for the In Situ Study of Orientation and Structure Changes Accompanied the Plastic Deformation of Polycrystalline Specimens of Aluminum / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O. V., Shurinov R. V., **Zetova T.R.** // Inorganic Materials. – 2011, №15. – P. 1663 – 1666.

3. Badiyan E.E. Visualization of the structural and orientational heterogeneity in individual grains of polycrystalline samples / Badiyan EE, Tonkopryad AG, Shekhovtsov OV, Shurinov RV, Zetova TR, Kazachkova ES // The factory laboratory. Diagnosis of materials. - 2014. - Т.80, No. 8. - P. 37 - 40.
4. Badiyan E.E. Determination of Characteristics of Substructure and Orientation Inhomogeneity in Polycrystalline Specimens / Badiyan E. E., Tonkopryad A. G., Shekhovtsov O. V., Shurinov R. V., **Zetova T. R.**, Kazachkova K. S. // Functional Materials. – 2014. – V. 21, № 3. – P. 307 – 312.
5. Badiyan E.E. Investigation of origination and development of the surface deformation relief of crystalline materials by laser radiation / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., **Zetova T. R.**, Kazachkova K. S // Functional Materials. – 2015. – V. 22, № 3. – P. 396 – 400.
6. **Zetova T.R.** Computer indexing Laue diffraction pattern, the determination of the crystallographic orientation of the grains relative to the main directions in the crystal and the Schmid factor for all slip systems / **Zetova T. R.**, Ftemov E.V., Tonkopryad A.G., Badiyan E.E. // Вісник ХНУ. – № 1158. – серія «Фізика». – Вип. 22. – 2015. – С. 31 – 34.
7. **Zetova T.R.** Extrusion and intrusion in plastically deformed copper foils / **Zetova T. R.**, Badiyan E.E. // Вісник ХНУ. – серія «Фізика». – Вип. 23. – 2015. – С 39 – 42.
8. Badiyan E.E. Features of structure of copper two-dimensional polycrystals obtained by recrystallization method and nature of its changes in process of plastic deformation / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shurinov R.V., **Zetova T. R.**, Talakh S.V., Dergacheva A.V. // ISSN 1562-6016. PAST. – 2016. – №1 (101). –P. 88 – 91.
9. E.E.Badiyan. Substructure and orientation heterogeneity of polycrystalline aluminum and its changes during plastic deformation / E.E.Badiyan, A.G.Tonkopryad, O.V.Shekhovtsov, R.V.Shurinov, **T.R.Zetova** // Functional Materials. 23 – 2016, № 4. – P. 561 – 569.

10. Shekhovtsov O.V. Vliyaniye razmera zeren i tipa mezhzerennykh granits na kharakter razrusheniya dvumernykh polikristallov alyuminiya / Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Ostashko Ye.V., Zetova T.R. // VII Mízhnarodna naukova konferentsíya “Fízichní yavishcha v tverdikh tílakh”, 15 – 14 grudnya 2005 r., Ukraïna: Materíali konferentsíï – Kharkív: Vid-vo KHNU ímení V. N. Karazína. – 2005. – S. 68.
11. Shekhovtsov O.V. Kristallograficheskiye osobennosti razrusheniya dvumernykh polikristallov alyuminiya / Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R. // VIII Mízhnarodna naukova konferentsíya “Fízichní yavishcha v tverdikh tílakh” 11 – 13 grudnya 2007 r., Ukraïna: Materíali konferentsíï – Kharkív: Vid-vo KHNU ímení V. N. Karazína. – 2007. – S. 108.
12. Shekhovtsov O.V. Issledovaniye kinetiki razvitiya treshchin v protsesse plasticheskoy deformatsii dvumernykh polikristallov alyuminiya / Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R. // VIII Mízhnarodna naukova konferentsíya “Fízichní yavishcha v tverdikh tílakh”, 11 – 13 grudnya 2007 r., Ukraïna: Materíali konferentsíï – Kharkív: Vid-vo KHNU ímení V.N. Karazína. – 2007. – S.109.
13. Badiyan E.E. Vliyaniye mikrodefektnoy struktury i oriyentatsionnykh faktorov na razrusheniye polikristallicheskikh fol'g alyuminiya / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R. // 47 Mezhdunarodnaya konferentsiya "Aktual'nyye problemy prochnosti". Materialy konf., 1 – 5 iyulya 2008 g. – Nizhniy Novgorod. – 2008. – S. 234 – 236.
14. Badiyan E.E. Opticheskiye metodiki dlya issledovaniya in situ oriyentatsionnykh i strukturnykh izmeneniy, soprovozhdayushchikh plasticheskuyu deformatsiyu polikristallicheskikh obraztsov / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R. // IX Mízhnarodna naukova konferentsíya “Fízichní yavishcha v tverdikh tílakh”, 1 – 4 grudnya 2009 r., Ukraïna: Mater. konf. – Kharkív: KHNU ímení V.N. Karazína. – 2009. – S. 127
15. Badiyan E.E. Vliyaniye uprochnyayushchikh pokritiy iz nitrida titana na razvitiye plasticheskoy deformatsii i mekhanicheskiye svoystva dvumernykh

polikristallov alyuminiya / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R. // IX Mízhnarodna naukova konferentsiýa “Fízichní yavishcha v tverdikh tilakh”, 1 – 4 grudnya 2009 r., Ukraína: Mater. konf. – Kharkív: KHNU ímení V.N. Karazína. – 2009. – S. 53.

16. Badiyan E.E. Opticheskaya metodika opredeleniya strukturnykh kharakteristik polikristallicheskikh obraztsov i ikh izmeneniya v protsesse plasticheskoy deformatsii / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R. // 52-ya Mezhdunarodnaya nauchnaya konferentsiya “Aktual'nyye problema prochnosti”: sbornik tezisov dokladov. 4 – 8 iyunya 2012 goda. g. Ufa, Rossiya. – Ufa: RITS BashGU. – 2012. – S. 45.

17. Badiyan E.E. Issledovaniye mekhanizmov plasticheskoy deformatsii i kharaktera razrusheniya polikristallicheskikh obraztsov alyuminiya v shirokom temperaturnom intervale / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R. // 18-ya Mezhdunarodnaya konferentsiya “Fizika prochnosti i plastichnosti materialov”: sbornik tezisov dokladov. 2 – 4 iyulya 2012 goda, g. Samara, Rossiya. – Samara: Samarskiy gos. tekh. un-t. – 2012. – S. 85.

18. Badiyan E.E. Mikroskopicheskiye mekhanizmy plasticheskoy deformatsii i razrusheniya dvumernykh polikristallov alyuminiya / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R. // VII Mezhdunarodnaya konferentsiya «Mikromekhanizmy plastichnosti, razrusheniya i soputstvuyushchikh yavleniy» (MPFP-2013) 17-23 iyunya 2013 goda, g. Tambov. Vestnik TGU, seriya "Yestestvennyye i tekhnicheskiye nauki". – 2013. – T. 18. – Vyp. 4. – S. 84.

19. Badiyan E.E. Issledovaniye in situ dislokatsionnogo skol'zheniya pri plasticheskoy deformatsii fol'g Al s pomoshch'yu lazernogo izlucheniya / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R., Kazachkova E.S // Mezhdunarodnaya konferentsiya "Fizika prochnosti i plastichnosti materialov". Sb. tez., 8 – 11 iyunya 2015g. – Samara. – 2015. S. 136.

20. Zetova T.R. Substrukturnyye i oriyentatsionnyye izmeneniya v polikristallicheskikh obraztsakh alyuminiya v protsesse ikh deformirovaniya /

Zetova T.R. // IX Mízhnarodna naukova konferentsiia "Fízichní yavishcha v tverdikh tílakh", 1 – 4 grudnya 2015 r.: Mater. konf. – Kharkív: KHNU ímení V.N. Karazína. –2015. – S. 53.

21. Patent 93021 Ukrayina, MPK G01N 21/00, G01N 21/17, G01N 33/20. Sposib vyznachennya krystalohrafichnoyi oriyentatsiyi zeren na poverkhni polikrystalichnoho zrazka / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zyetova T.R.; Zayav. i patentovlasnyk KHNU imeni V.N. Karazina. –№ a 2010 02923; zayavl. 15.03.10; opubl. 27.12.10. – Byul. №24.

22. Patent 104249 Ukrayina, MPK (2013.01), G01N 21/00, G01N 33/20 (2006.1). Sposib vizualizatsiyi oriyentatsiynoyi neodnorodnosti ta morfolohiyi poverkhni monokrystala abo okremykh zeren polikrystala / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., Zetova T.R., Kazachkova K.S. Zayav. i patentovlasnyk KHNU imeni V.N. Karazina. – № a 2012 14845; zayavl. 24.12.12.; opubl. 10.01.14. – Byul. №1.



## ЗМІСТ

	.стр.
СПИСОК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ І СКОРОЧЕНЬ.....	5
ВСТУП.....	7
РОЗДІЛ 1 ПЛАСТИЧНА ДЕФОРМАЦІЯ, СУБСТРУКТУРНІ ТА ОРІЄНТАЦІЙНІ ЗМІНИ ЯК СПОСІБ РЕЛАКСАЦІЇ НАПРУЖЕНОГО СТАНУ В КРИСТАЛІЧНИХ ТІЛАХ (ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ).....	15
1.1 Трансляційна та ротаційна моди пластичної деформації кристалічних матеріалів.....	15
1.1.1 Дислокації та дислокаційне ковзання. Системи ковзання. Фактор Шміда.....	16
1.1.2 Дисклінації та ротаційна мода пластичної деформації.....	23
1.2 Особливості пластичної деформації полікристалів .....	32
1.2.1 Механізми узгодження пластичної деформації в сусідніх зернах полікристалічних зразків .....	33
1.2.2 Роль границь зерен при пластичній деформації кристалічних зразків. Закон Холла-Петча .....	35
1.3 Сучасні уявлення про стадії пластичної деформації.....	41
1.4 Постановка завдання до дисертаційної роботи .....	45
РОЗДІЛ 2 ОБ'ЄКТИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТА МЕТОДИКИ ПРОВЕДЕННЯ ЕКСПЕРИМЕНТІВ.....	48
2.1 Зразки для досліджень .....	48
2.1.1 Приготування зразків алюмінію .....	49
2.1.2 Приготування зразків міді .....	50
2.2 Методики експериментальних досліджень .....	52
2.2.1 Методика деформування зразків і реєстрації деформаційної кривої.....	52
2.2.2 Методика дослідження субструктурної та орієнтаційної	

неоднорідності та її зміни <i>in situ</i> у процесі пластичної деформації шляхом аналізу колірних орієнтаційних карт.....	53
2.2.3 Методика візуалізації субструктурної та орієнтаційної неоднорідності в окремих зернах полікристалічних зразків .....	57
2.2.4 Комп'ютерна методика автоматичного визначення кристалографічної орієнтації всіх зерен полікристалічного зразка, фактора Шміда для всіх систем ковзання та повної атестації всіх границь зерен .....	65
Висновки до розділу 2.....	73
РОЗДІЛ 3 СУБСТРУКТУРНА ТА ОРІЄНТАЦІЙНА НЕОДНОРІДНІСТЬ ДВОВИМІРНИХ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ ЗРАЗКІВ АЛЮМІНІЮ І ЇЇ ЗМІНА У ПРОЦЕСІ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ....	74
3.1 Субзерена та орієнтаційна неоднорідність різних зерен досліджуваних двовимірних полікристалів до їх деформування .....	74
3.2 Хаотична зміна розмірів, орієнтації субзерен і форми субзерених границь та субструктурні зміни на ранній стадії пластичної деформації полікристалічних зразків .....	75
3.3 Фрагментація субзеренної структури окремих зерен двовимірного полікристалічного зразка алюмінію у процесі пластичної деформації ....	79
3.4 Вплив субструктурних змін, які відбуваються у ході пластичної деформації полікристалічних зразків алюмінію, на форму деформаційної кривої .....	81
3.5 Субструктурна, орієнтаційна неоднорідність та тріщини.....	83
3.6 Розвороти зерен і субзерен, що відбуваються в процесі пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію.....	86
Висновки до розділу 3.....	92
РОЗДІЛ 4 СТРУКТУРНІ ТА СУБСТРУКТУРНІ ЗМІНИ, ЩО ЗДІЙСНЮЮТЬСЯ У ПРОЦЕСІ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ В ДВОВИМІРНИХ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ ЗРАЗКАХ МІДІ .....	94

4.1 Особливості структури двовимірних полікристалів міді, які отримані методом рекристалізації, і характер її зміни в процесі пластичної деформації.....	94
4.2 Утворення екструзій та інтрузій в ході пластичної деформації двовимірних полікристалів міді при кімнатній температурі.....	100
Висновки до розділу 4.....	105
ВИСНОВКИ.....	107
ПРИМІТКА.....	111
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....	112
Додаток А.....	126

## СПИСОК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ І СКОРОЧЕНЬ

ГЦК – гранецентрована кубічна ґратка;

$m$  – фактор Шміда;

$\boxed{\updownarrow \sigma}$  – напрямок осі розтягування зразка;

$\varepsilon$  – ступінь відносної пластичної деформації;

$k$  – коефіцієнт Холла-Петча;

$\theta$  – коефіцієнт деформаційного зміцнення;

$\bar{m}$  – орієнтаційний фактор Тейлора;

$\bar{d}$  – середній розмір зерен;

$G$  – модуль зсуву;

$\mathbf{b}$  – вектор Бюргерса;

GB – границя зерна;

FR – джерело дислокацій Франка-Ріда;

$\sigma_y$  – границя плинності;

СТ – границі зерен спеціального типу;

ОТ – границі зерен загального типу;

МУГ – малокутові границі зерен;

EBSD – дифракція зворотнорозсіянних електронів;

ЕДУ – енергія дефекта упаковки;

ДСС – дислокаційні субструктури;

ДДСС – дислокаційно-дисклінаційні субструктури;

КОК – колірні орієнтаційні карти;

HEDS – високоенергетична послідовність субструктурних перетворень;

LEDS – низькоенергетична послідовність субструктурних перетворень;

$hkl$  – індекси Міллера;

$\vec{P}_{hkl}$  – одиничні радіус-вектори для площин з невідомими індексами;

$\vec{P}_n$  – одиничні радіус-вектори нормалей для досліджуваних

кристалографічних площин;

RGB – абривіатура англійських слів red, green, blue – червоний, зелений, синій, адитивна модель кольорів, що, як правило, описує спосіб кодування кольору для кольорового відтворення;

МІІ-4 – Мікроінтерферометр Лінника.

## ВСТУП

### **Актуальність теми дисертації.**

Відомо, що здатність до пластичного деформування полікристалічних металевих матеріалів визначається характеристиками їх мікроструктури. Для прогнозування механічної поведінки матеріалів, які перебувають під дією механічних напружень, необхідно отримати дані про їх вихідний структурний стан і встановити механізми структурних змін, що здійснюються в них в ході пластичної деформації, які призводять до утворення субзеренної структури.

Проблема дослідження субструктури і визначення її характеристик (розмір субзерен і їх кристалографічна орієнтація) *in situ* в процесі деформування полікристалічних зразків є найважливішою при визначенні механізмів узгодження пластичної деформації зерен. Необхідною вимогою до методики, яка застосовується до таких досліджень, є високе лінійне і кутове розділення, а також неперервність у часі отримання інформації про структурні зміни від усієї поверхні робочої частини зразка.

Відомі різні дифракційні методи визначення структурних і субструктурних характеристик в кристалічних зразках. До них слід віднести методи, які засновані на дифракції рентгенівських променів (РСА), просвічуючу (ПЕМ) та растрову (РЕМ) електронну мікроскопію. Метод ПЕМ тонких зразків є одним з найбільш інформативних при дослідженні дислокацій проте він дуже локальний, оскільки один знімок дає інформацію про характеристику субзеренної структури на площі в кілька мікрометрів. Фольги, які використовуються для дослідження дислокаційної структури з використанням ПЕМ, повинні бути дуже тонкими та прозорими для електронів, що впливає на здійснення пластичного плину зразків, які деформовані безпосередньо в колоні електронного мікроскопа, і не дозволяє використовувати отримані результати для пояснення механізмів пластичної деформації масивних зразків. Останнім часом активно використовується

методика визначення спектру дезорієнтацій зерен за допомогою приставок до PEM для автоматичної реєстрації картин дифракції зворотнорозсіяних електронів (EBSD) і їх аналізу та обробки за допомогою комп'ютера. До переваг методу EBSD можна віднести визначення кристалографічної орієнтації в різних точках зразка, що дозволяє виявити границі зерен і визначити спектр дезорієнтацій останніх. Інформація про спектр дезорієнтацій зерен є найважливішою для полікристалічних зразків. При області дослідження, яка не перевищує кілька квадратних міліметрів, і зерен мікронного розміру, дослідженню піддаються десятки тисяч зерен, що дозволяє зробити статистичну обробку отриманих результатів. Недоліками методу EBSD є: локальність дослідження, велика похибка у визначенні дезорієнтації, і, найголовніше, неможливість використання цього методу для досліджень зміни дезорієнтацій окремих ділянок для всього зразка в процесі впливу на нього зовнішніх чинників, а також для проведення експериментів *in situ*.

Таким чином, методики PEM і EBSD не в повній мірі підходять для встановлення закономірностей еволюції і механізмів самоузгоджених змін структури і субструктури для всього досліджуваного полікристалічного зразка *in situ* в процесі його деформування. Для цього повинні бути розроблені та апробовані нові дифракційні методики, які дають можливість отримати експериментальні дані про субструктурні та орієнтаційні зміни, що здійснюються в ході пластичної деформації на різних структурних рівнях у всіх ділянках поверхні робочої частини полікристалічних зразків у процесі їх деформування.

У зв'язку з цим, тема дисертаційної роботи, в якій проведено дослідження, що спрямовані на встановлення фізичних закономірностей і механізмів субструктурних та орієнтаційних змін, що здійснюються в ході пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію і міді при кімнатній температурі з використанням методики отримання колірних

орієнтаційних карт, яка заснована на використанні ефекту дифракції білого світла на квазіперіодичній структурі поверхні зразка, є **актуальною**.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Робота виконана на кафедрі фізики твердого тіла Харківського національного університету імені В. Н. Каразіна в рамках держбюджетної НДР: №0112U005922 "Нелінійні оптичні властивості, спектроскопія фоточутливих і комплексних діелектричних тонкоплівкових систем, оптоелектронні дослідження". Здобувачка брала участь у виконанні зазначеної НДР як виконавець – аспірантка кафедри.

**Мета і завдання дослідження.** Метою дисертаційної роботи є вирішення наукового завдання, яке полягає у встановленні фізичних закономірностей та механізмів, субструктурних і орієнтаційних змін що здійснюються в ході пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію і міді при кімнатній температурі.

Для досягнення поставленої мети було необхідно:

1. Виготовити двовимірні полікристалічні зразки алюмінію і міді;
2. Розробити комп'ютерну методику автоматичного визначення кристалографічної орієнтації всіх зерен зразка, фактора Шміда для всіх систем ковзання і атестації границь зерен;
3. Вивчити механізми релаксації напруженого стану, що здійснюються в двовимірних полікристалічних зразках алюмінію на всіх стадіях пластичної деформації розтягуванням в умовах активного одноосьового навантаження із постійною швидкістю деформації при кімнатній температурі;
4. Встановити характер субструктурних та орієнтаційних змін, що відбуваються в окремих зернах двовимірних полікристалічних зразків міді і алюмінію *in situ* у процесі їх деформування;
5. Дослідити вплив субструктурних змін, які здійснюються у ході пластичної деформації двовимірних полікристалічних зразків алюмінію, на форму деформаційної кривої;



6. Встановити закономірність субструктурних та орієнтаційних змін, що призводять до виникнення у зразках тріщин, та визначити можливі механізми їх утворення.

**Об'єктом дослідження** були полікристалічні фольги алюмінію та міді, що містять наскрізні границі зерен (двовимірні полікристали).

**Предмет дослідження** - субструктурні та орієнтаційні зміни, що здійснюються у процесі пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію та міді, продеформованих розтягуванням в умовах активного одноосьового навантаження з постійною швидкістю деформування при кімнатній температурі.

**Методи досліджень.** Зеренну структуру у зразках формували з використанням методів термомеханічної обробки. Була сформована структура двох типів: умовно "крупнозернисті" та умовно "дрібнозернисті" зразки.

Мікроструктуру зразків виявляли хімічним травленням. Перед деформацією поверхню всіх зразків ретельно шліфували та полірували. Усі зразки деформували розтягуванням в умовах активного навантаження з постійною швидкістю деформації  $\dot{\epsilon} \approx 5 \cdot 10^{-5} \text{с}^{-1}$  при температурі  $T = 293 \text{ К}$ . Дослідження структури поверхні зразків до та після їх деформації проводили методом оптичної мікроскопії. При дослідженні поверхні двовимірних полікристалічних зразків використовували інтерферометр МП-4М.

Для дослідження субструктурних та орієнтаційних змін, що здійснюються в ході пластичної деформації двовимірних полікристалічних зразків алюмінію та міді, була використана методика отримання кольірних орієнтаційних карт, основою якої є виявлений авторами ефект дифракції білого світла на квазіперіодичній структурі поверхні зразка. З метою збільшення лінійного та кутового розділення цієї методики було розроблено метод візуалізації візуально невиразних відтінків кольору на кольірних орієнтаційних картах (КОК).

Для визначення кристалографічної орієнтації зерен використовували рентгенографічний метод Лауе. Розроблено комп'ютерну методику автоматичного визначення кристалографічної орієнтації всіх зерен зразка, фактора Шміда для всіх систем ковзання та атестації границь зерен. Основним алгоритмом застосування цієї методики є визначення та побудова системи одиничних радіус-векторів нормалей до відбивальних площин (за даними лауєграми), системи аналогічних векторів для кристала з відомою орієнтацією та їх поєднання.

### **Наукова новизна отриманих результатів.**

Наукова новизна дисертаційної роботи полягає у тому, що в ній:

1. Уперше виявлений ефект субструктурних та орієнтаційних змін, які відбуваються на початкових етапах пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію як спосіб релаксації напруженого стану зразка.

2. Візуалізація зміни субзеренної структури у процесі деформування двовимірного зразка полікристалічного алюмінію дала можливість вперше виявити ефект "розсипання" границь зерен та встановити можливий механізм цього явища.

3. Уперше виявлено аномально високу локальну деформацію ( $\epsilon = 40\%$ ) ділянки двовимірного зразка алюмінію з "крупнозернистою" структурою, яка містить границю зерна загального типу, що призводить до її "розпушування" та утворення у приграничній області границі тріщини, подальше поширення якої відбувається у тілі зерна.

4. Експериментально показано, що дрібні субзерна (1-5 мкм) з широким спектром дезорієнтацій, який змінюється у процесі деформування зразка, виявлені поблизу границі, відіграють акомодативну роль на границі зерна при його деформації.

5. Показано, що різноманіття вихідної мікроструктури двовимірних полікристалів міді приводить до різних способів релаксації напруженого стану в ході їх деформації і, нарешті, до зміни механічних характеристик зразків. Так, уперше експериментально показано, що в двовимірних

полікристалічних зразках міді, що містять тільки двійникові границі, які перетинають всю поверхню зразка, у процесі їх пластичної деформації при кімнатній температурі поблизу двійникових границь виникають екструзії і інтрузії, як способи релаксації напруженого стану.

6. Встановлено, що у зразках міді, що містять двійники, які відрізняються за формою, розмірами та орієнтацією, а також границі зерен спеціального та загального типу, у процесі їх пластичної деформації виникають різноманітні ротаційні структури та проявляється ефект прозорості двійникових границь для дислокацій.

7. Встановлено, що у зразках міді з умовно "дрібнозернистою" мікроструктурою з границями зерен загального типу та наявністю всередині цих зерен великої кількості двійників при їх деформації у тілі кожного із зерен здійснюється інтенсивне дислокаційне ковзання, розвиваються ротаційні ефекти. Показники пластичності таких зразків зростають одночасно зі збільшенням їх границі міцності.

**Практичне значення отриманих результатів.** Основні результати досліджень можуть бути використані при розробці полікристалічних матеріалів з ГЦК структурою з прогнозованими механічними характеристиками. Розроблені оригінальні методи та методики можуть бути використані при виконанні науково-дослідних робіт. Виявлені механізми аномально високої локальної пластичної деформації окремих зерен полікристалічних зразків та механізми виникнення і розвитку тріщин можуть бути використані при створенні теорії міцності та пластичності полікристалічних матеріалів. Отримані результати можуть бути застосовані для прогнозування та поліпшення механічних властивостей конструкційних та функціональних матеріалів, що використовуються у вигляді фольг, стрічок, тонких плівок. Методики визначення кристалографічної орієнтації зерен на поверхні полікристалічного зразка і візуалізації орієнтаційної неоднорідності та морфології поверхні монокристала або окремих зерен

полікристала, які розроблені та апробовані у ході виконання досліджень за темою дисертації, захищені патентами на винахід.

**Особистий внесок здобувача.** Здобувачка брала безпосередню участь у постановці завдань дисертаційної роботи, розробці комп'ютерної методики автоматичного визначення кристалографічної орієнтації всіх зерен зразка, фактора Шміда для всіх систем ковзання та атестації границь зерен. Експериментальні дослідження субструктурних і орієнтаційних змін, які здійснюються у процесі пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію і міді (експерименти *in situ*), виконані здобувачкою особисто. Всі структурні дослідження проведені за безпосередньою участю здобувачки. При підготовці всіх публікацій за темою дисертаційної роботи здобувачка брала безпосередню участь в аналізі, систематизації та узагальненні отриманих результатів, на основі яких вона спільно з науковим керівником сформулювала висновки дисертаційної роботи.

Дисертації співавторів, у яких було використано результати спільних робіт:

1. Шеховцов О. В. Ротаційні ефекти при пластичній деформації двовимірних полікристалів із ГЦК-граткою: дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук: 01.04.07 / Шеховцов Олег Валерійович. – Харків, 2005. – 146 с.

2. Шурінов Р. В. Ориентационные изменения и закономерности возникновения и развития трещин в процессе пластической деформации двумерных поликристаллов алюминия при комнатной температуре: дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук: 01.04.07 / Шурінов Роман Володимирович. – Харків, 2008. – 131 с.

**Апробація результатів дисертації.** Матеріали дисертаційної роботи доповідалися та обговорювалися на міжнародних наукових конференціях: VII Міжнародній науковій конференції “Фізичні явища в твердих тілах”, 15 – 14 грудня 2005 р., Україна; VIII Міжнародній науковій конференції “Фізичні явища в твердих тілах” 11 – 13 грудня 2007 р., Україна, м. Харків, ХНУ імені

В. Н. Каразіна; 47 Міжнародній конференції "Актуальные проблемы прочности", 1 – 5 червня 2008 р., м. Нижній Новгород; IX Міжнародній науковій конференції "Фізичні явища в твердих тілах", 1 – 4 грудня 2009 р., Україна, м. Харків: ХНУ імені В.Н. Каразіна; IX Міжнародній науковій конференції "Фізичні явища в твердих тілах", 1 – 4 грудня 2009 р., Україна, м. Харків, ХНУ імені В.Н. Каразіна; 52-й Міжнародній конференції "Актуальные проблемы прочности", 4 – 8 червня 2012 р., м. Уфа, Росія; 18-й Міжнародній науковій конференції "Физика прочности и пластичности материалов", 2 – 4 червня 2012 р., м. Самара, Росія; 85. VII Міжнародній конференції «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений» (MPFP-2013) 17-23 липня 2013 р., м. Тамбов; XIX Міжнародній науковій конференції "Физика прочности и пластичности материалов", 8 –11 червня, 2015 р., м. Самара; Міжнародній науковій конференції "Фізичні явища в твердих тілах", м. Харків, 2015 р.

**Публікації.** За темою дисертації здобувачкою у співавторстві опубліковано 22 наукові праці. Серед них 9 статей у наукових журналах, 2 патенти на винахід та 11 тез доповідей на наукових конференціях.

**Структура та обсяг дисертації.** Дисертаційна робота складається з вступу, 4 розділів, висновків, примітки, списку використаних джерел та 1 додатку. Зміст досліджень викладено на 110 сторінках, включаючи 62 рисунка (на 1 окремій сторінці), 5 таблиць. Список використаних джерел, викладений на 13 стор. містить 123 бібліографічних найменування.

# РОЗДІЛ 1

## ПЛАСТИЧНА ДЕФОРМАЦІЯ, СУБСТРУКТУРНІ ТА ОРІЄНТАЦІЙНІ ЗМІНИ ЯК СПОСІБ РЕЛАКСАЦІЇ НАПРУЖЕНОГО СТАНУ В КРИСТАЛІЧНИХ ТІЛАХ (ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ)

### 1.1 Трансляційна та ротаційна моди пластичної деформації кристалічних матеріалів

У пластичній деформації основну роль відіграють дислокації, як лінійний дефект – носій трансляційної (зсувної) моди пластичної деформації. За наявності в зразку ізольованих дислокацій одного знаку пластична деформація зразка може бути представлена як результат незалежного ковзання окремих дислокацій. У процесі пластичної деформації збільшується число рухливих дислокацій, змінюється характер ковзання і відповідно ширина зони зсуву. Зміна числа рухливих дислокацій і збільшення діючих систем ковзання призводить до перебудови дислокаційної структури і появи ротаційних мод пластичної деформації, що спричиняють різноманітні субструктурні перетворення. Виникнення неоднорідного розподілу дислокацій в кристалічних зразках призводить до локалізації пластичної деформації на мезо -, мікро - і наномасштабному рівнях, і знаходить своє відображення на деформаційному рельєфі поверхні. Таким чином, вивчення рельєфу поверхні, що виникає при пластичному плинні зразків, дозволяє судити про виникнення та зміну механізмів пластичної деформації.

Слід зазначити, що така закономірність зміни механізмів пластичної деформації і, відповідно, характеру субструктурних змін описана в наукових працях [1-3].

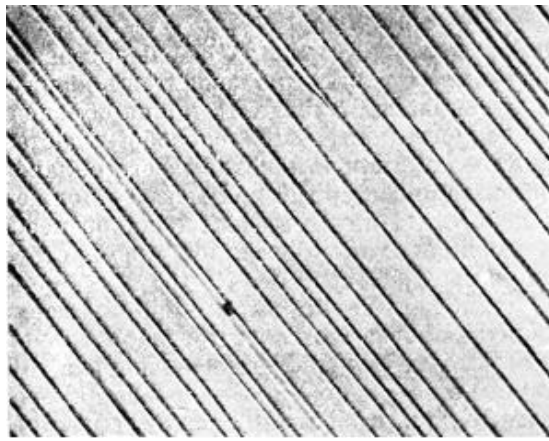
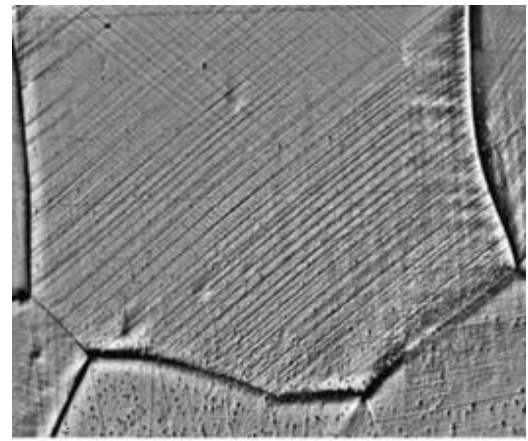
У [4] при дослідженні закономірностей зміни деформаційного рельєфу на поверхні двовимірних полікристалічних зразків алюмінію, покритих з обох сторін зміцнюючим покриттям товщиною  $\approx 3$  мкм, експериментально показано, що ротаційна мода пластичної деформації може виникнути і на

ранніх стадіях пластичного плину через блокування зміцнюючим покриттям з нітриду титану виходу дислокацій на поверхню зразка (рис.1.1).

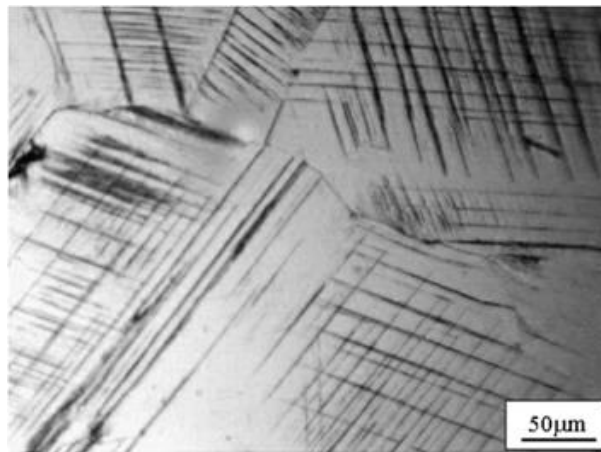


Рис.1.1. Ротаційна структура в двовимірному полікристалі алюмінію з покриттям із нітриду титану товщиною 3 мкм, яка виникає в процесі деформування зразка (фрагменти зйомки *in situ*,  $\epsilon = 12\%$ ) [4].

**1.1.1 Дислокації та дислокаційне ковзання. Системи ковзання. Фактор Шміда.** Добре відомо, що на полірованій поверхні монокристалічного зразка в процесі його деформування у місці виходу дислокацій утворюються мікроскопічні сходинки, так звані "смуги ковзання" [5]. Якщо діючою є одна система ковзання, то на поверхні зразка утворюється характерний рельєф з паралельних сходинок, які виникають в результаті зсуву однієї частини кристала відносно іншої. На рис. 1.2 (а, б, в) в якості прикладу наведено рельєф, що виникає на поверхні алюмінію і міді, якщо працює одна або дві системи ковзання [6-8].

*a*

5mm

*б*

50µm

*в*

Рис. 1.2. *a*) Смуги ковзання на поверхні монокристала алюмінію продеформованого при кімнатній температурі ( $\times 250$ ) [6]; *б*) Подвійне ковзання в одному із зерен після деформування полікристалічного зразка Al на 4% [7]; *в*) Сліди подвійного ковзання в міді [8].

При збільшенні ступеню деформації зразка і включенні інших систем ковзання рельєф ускладнюється, сходи стають грубими, а смуги ковзання хвилястими (рис. 1.3).



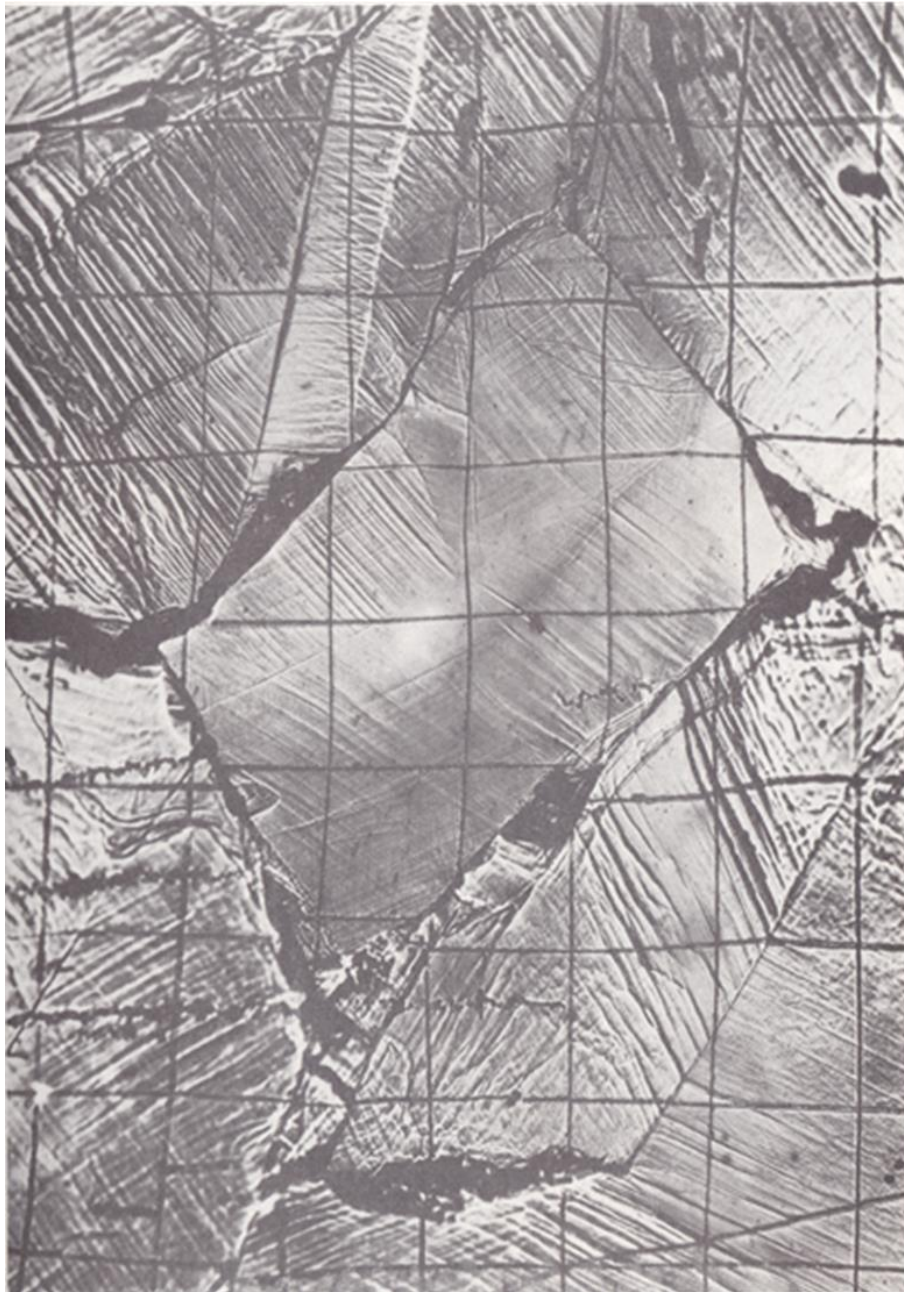


Рис.1.3. Лінії ковзання, що виникають на поверхні зерен сплаву Pb – 0,24 % Sb після його деформування ( $\times 280$ ) [9].

Прямі дослідження деформаційного рельєфу за допомогою оптичного мікроскопа, інтерферометра та електронного мікроскопа [10-12] показали, що процес утворення ліній ковзання носить ієрархічний характер і відбувається на різних масштабних рівнях від 10 нм до 100 мкм. Експериментально

встановлено зв'язок між процесом утворення сходинок на поверхні кристалічного зразка та процесами утворення і руху дислокацій [13].

Експериментально показано, що ковзання дислокацій, яке призводить до утворення на поверхні зразка сходинок, відбувається по певних кристалографічних площинах і напрямках, які залежать від типу кристалічної ґратки. Для більшості металів площинами, по яким відбувається ковзання дислокацій, як правило, є площини з найбільш щільною упаковкою атомів, а напрямок ковзання завжди збігається із найщільнішим напрямком упаковки атомів у цій площині.

Зразки з кубічною ґранецентрованою ґраткою деформуються за щільноупакованими октаедричними площинами  $\{111\}$  в напрямку  $\langle 110 \rangle$ . Оскільки існують чотири різних октаедричних площини, у кожній з яких проходять по три напрямки можливого ковзання, число можливих систем ковзання для ГЦК кристалів – дванадцять. Експериментально показано [14], що ковзання дислокацій, яке приводить до виникнення трансляційної моди пластичної деформації, починається в тій системі ковзання, де наведене напруження зсуву є максимальним. Таким чином, кристалографічна орієнтація монокристалічного зразка відносно осі розтягування є найважливішою характеристикою при його деформуванні. Вперше на це звернули увагу Шмід і Боас [15], які показали, що напруження течії монокристалічних зразків сильно залежить від кристалографічної орієнтації. Згідно з цим законом зразок починає деформуватися лише тоді, коли ззовні прикладене напруження досягне величини, при якій напруження зсуву в одній із систем ковзання досягне критичного значення для данного матеріалу (критичного зведеного напруження зсуву  $\tau_0$ ). Якщо монокристалічний зразок знаходиться під дією напруження  $\sigma$ , то величина  $\tau_0$  може бути отримана із співвідношення:  $\tau_0 = \cos\alpha \cdot \cos\beta \cdot \sigma$ , де  $\alpha$  – кут між напрямком ковзання і віссю розтягування, а  $\beta$  – кут між віссю розтягування та нормаллю до площини ковзання. Множник  $\cos\alpha \cdot \cos\beta$  називають орієнтаційним фактором Шміда. Експериментально показано, що закон Шміда досить добре виконується для

щільно упакованих гексагональних кристалів з  $\frac{c}{a} \geq 1,633$ , що мають тільки одну систему ковзання, і практично не виконується через велике число систем ковзання в монокристалах із ГЦК – граткою.

При дослідженні закономірностей розвитку ковзання монокристалічного зразка необхідною процедурою є визначення кристалографічної орієнтації осі розтягування та фактора Шміда для всіх систем ковзання. Зазвичай орієнтацію осі розтягування показують в межах стандартного стереографічного трикутника, вершинами якого є  $[100]$ ,  $[110]$  і  $[111]$ . При розгляді кристалографічної орієнтації осі розтягування в цьому стереографічному трикутнику фактор Шміда в системі ковзання  $(\bar{1}11)[101]$  завжди виявляється вище [16], ніж в інших системах ковзання. Розвиток ковзання спочатку завжди відбувається в цій системі, тому ця система називається первинною системою ковзання [16]; система ковзання  $(1\bar{1}1)[110]$  називається спряженою (або вторинною) системою ковзання, системи ковзання  $(111)[11\bar{1}]$  і  $(111)[101]$  називаються критичною і поперечною системами ковзання, відповідно. Можливі значення фактора Шміда для первинної системи ковзання залежно від кристалографічної орієнтації [16] наведено на рис. 1.4.

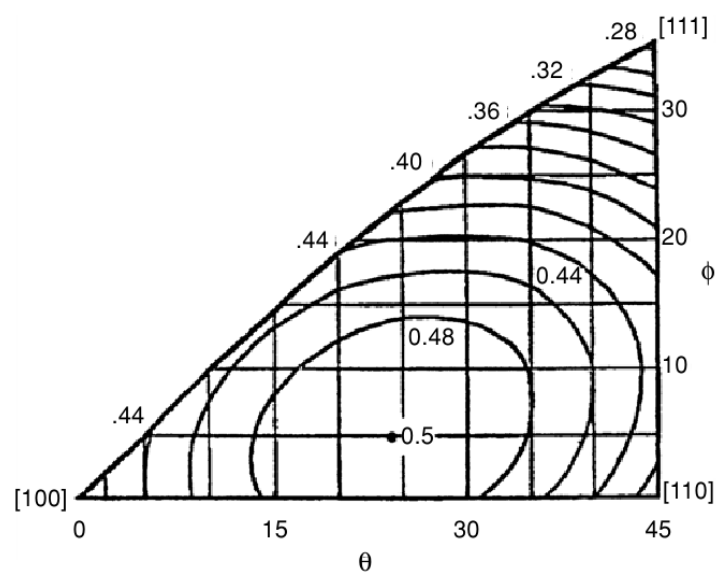


Рис.1.4. Можливі значення фактора Шміда для первинної системи ковзання залежно від кристалографічної орієнтації [16].

Максимальне значення фактора Шміда  $m = 0,5$  – (воно одне) досягається тоді, коли вісь розтягування знаходиться на великому колі стереографічної проекції між напрямками  $[101]$  і  $[11\bar{1}]$ , яка складає з ними кут  $45^\circ$  (рис.1.5), а мінімальне ( $m_{\min}=0,272$ ), коли вісь розтягування збігається з напрямком  $[111]$ .

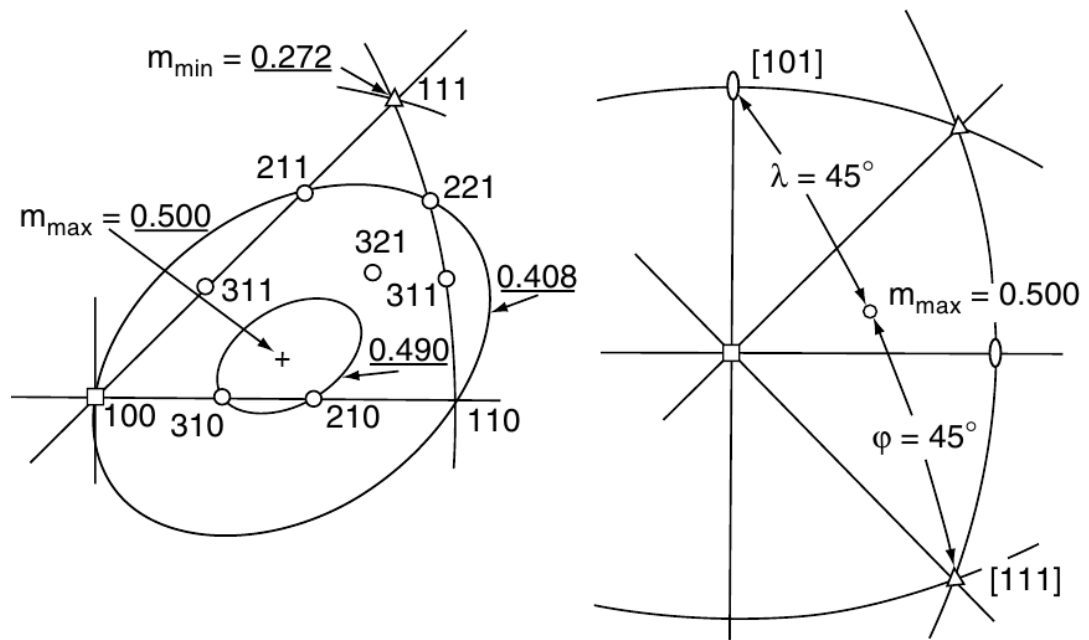


Рис. 1.5. Орієнтаційна залежність фактора Шміда ( $m$ ) для ГЦК – кристалів і схема визначення максимального значення фактора Шміда ( $m_{\max}$ ) [16].

У праці [17] проведені експериментальні дослідження ковзання в полікристалічних зразках сплавів  $Ni_3Fe$  і  $Cu_3Au$  за використанням методів оптичної, растрової та електронної мікроскопії. На рис.1.6 наведена мікрофотографія, яка отримана від поверхні одного з зерен зразка сплаву  $Ni_3Fe$  після його деформування.

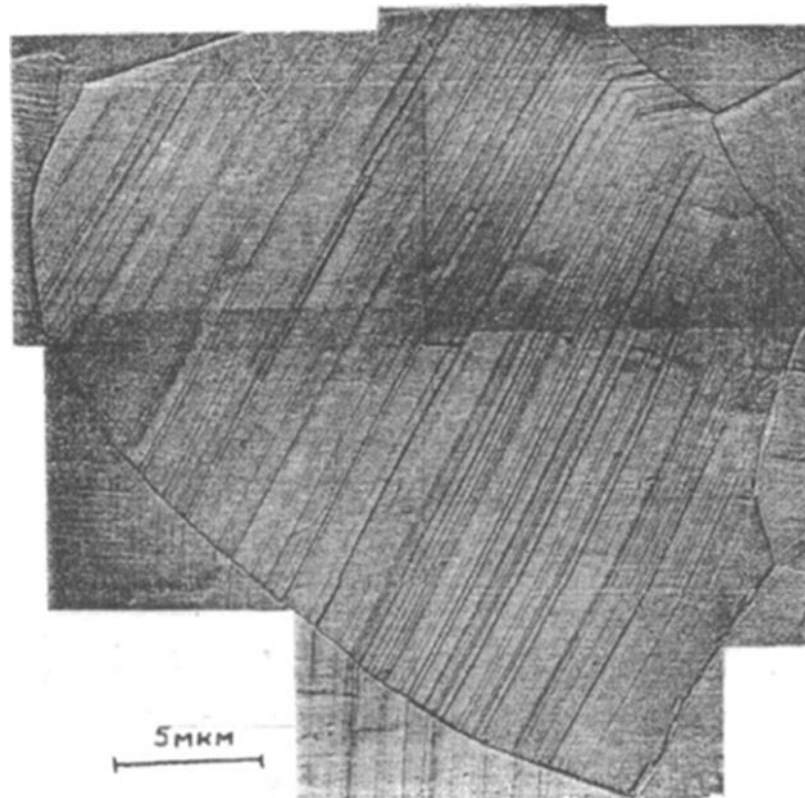


Рис. 1.6. Сліди ковзання в одному із зерен полікристалічного зразка Ni<sub>3</sub>Fe [17].

Експериментально показано, що в зернах досліджених полікристалів основний зсув здійснюється по первинній системі ковзання (рис. 1.6). Поблизу границь зерен діють акомодатійні системи ковзання, які відрізняються в залежності від вибраної ділянки зерна. Ділянка, в якій виникає і розвивається акомодатійне ковзання не перевищує 10 - 20% від розмірів усього зерна. Первинних систем ковзання може бути одна або декілька, найчастіше вони розвиваються неоднаково. Поперечні системи ковзання зустрічаються рідко, вони діють в центральній частині зерен. Визначення фактора Шміда для діючих систем ковзання [18] і одночасно величини зсуву в слідах ковзання дозволили виявити лінійну залежність між середньою величиною зсуву і фактором Шміда.

На підставі аналізу експериментальних результатів авторами [17] запропоновано наступну схему розвитку деформації в окремих зернах полікристалічного зразка. В межах всього зерна діють основні (первинні)

системи ковзання, які є максимально навантаженими. Величина відносного зсуву в таких системах прямо пропорційна фактору Шміда. Поблизу границь зерен в локальних ділянках діють акомодативні системи ковзання, що забезпечують збереження безперервності розвитку деформації через границі. Незважаючи на те, що поява акомодативних систем обумовлена контактними напруженнями, виникають вони в менш навантажених системах, у порівнянні з основними, завдяки дії тільки зовнішніх напружень. Середній зсув у системах ковзання пропорційний діючим у них напруженню зсуву.

У працях [19, 20] на підставі аналізу експериментальних даних вперше була запропонована подібна схема деформації зерен полікристалічного зразка. Теоретичне обґрунтування цієї схеми наведено в праці [21].

**1.1.2 Дисклінації та ротаційна мода пластичної деформації.** Пластична деформація кристалічних матеріалів завжди характеризується зсувом і ротаційним механізмом. У першому випадку процеси розглядаються на мікро-, або на атомному рівні в рамках класичної дислокаційної фізики пластичності кристалічних матеріалів, в іншому – мова йде про розгляд процесів пластичного течії на мезорівні – масштабах, що представляють собою цілі мікрообласті, які розвертаються як ціле [22-25]. Цей механізм завжди розглядається з залученням поняття про ротаційну моду пластичної деформації, яка характеризується втратою орієнтаційної стійкості. Втрата орієнтаційної стійкості, виникнення і розвиток ротаційної моди завжди відбувається в результаті послідовної та закономірної зміни субструктури продеформованих кристалічних зразків. У огляді праці [26] проаналізовано можливі механізми виникнення пластичних ротацій. Особливу увагу приділено розгляду пластичної деформації полікристалічних матеріалів на мезорівні та розглянуто акомодативні процеси, що забезпечують пластичну деформацію зразків. Носіями ротаційної пластичності є часткові дисклінації. Рухаючись по кристалу, часткова дисклінація залишає за собою межу

дезорієнтації. На рис.1.7 [27] схематично показано зв'язок між клиноподібною дисклінацією і обірваною дислокаційною стінкою.

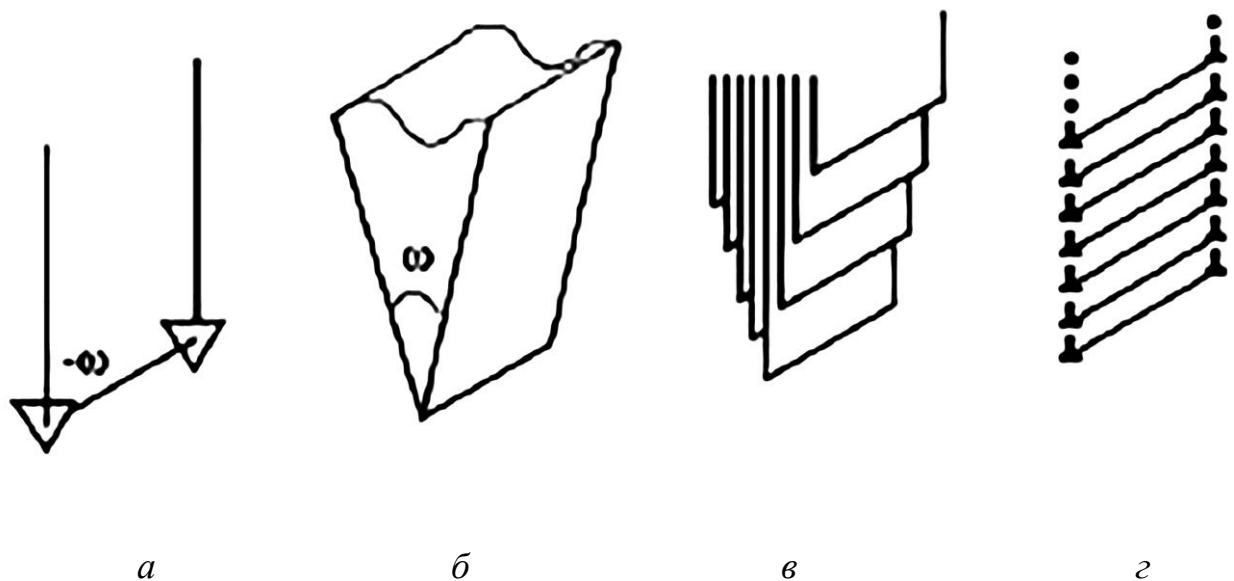


Рис. 1.7. Зв'язок між клиноподібною дисклінацією і обірваною крайовою дислокаційною стінкою: а) негативний клин дисклінації з вектором Франка -  $\omega$ ; б) клин кута  $\omega$ , який повинен бути вставлений, щоб створити дисклінацію; в) безліч півплощин моделювання клина; г) перехід в стінку рівновіддалених крайових дислокацій [27].

У праці [26] наведено класифікацію ротаційної структури:

1. За масштабом (розміром  $l_r$  переорієнтованих або розвернутих ділянок) можна виділити: а) мікроротації з  $l_r \approx b$  ( $b$  – міжатомна відстань); б) мезоскопічні ротації з  $l_r = 0,1 \div 2$  мкм; в) субструктурні та структурні ротації з  $l_r$  рівним розміру зерна або групи зерен; г) макроротації з  $l_r$ , рівним розміру групи зерен або всього тіла. Мікроротації для кристалів не типові. Інші масштаби ротацій зустрічаються в кристалах досить часто. Залежно від виду і ступеня деформації можуть спостерігатися як повороти на якомусь одному рівні, так і багатомасштабні сполучені ротації.

2. За величиною кута: а)  $\varphi < 1^\circ$  – малі; б)  $1^\circ \leq \varphi \leq 10^\circ$  – середні; в)  $\varphi > 10^\circ$  – великі ротації. Області з малими дезорієнтаціями поділяються зазвичай об'ємними дислокаційними структурами з надлишком дислокацій одного знака й високою густиною «сидячих» дислокацій (листи, стінки осередків, сплетіння тощо). Границями ділянок із середніми дезорієнтаціями є найчастіше дислокаційні стінки, а з великими – границі зерен.

3. За причинами виникнення слід розрізняти ротації, що з'явилися в результаті: а) релаксації внутрішніх моментів сил; б) роботи моментів прикладених напружень; в) дислокаційних нестійкостей; г) анізотропії пластичних властивостей матеріалу та неоднорідності пластичної деформації.

Причини, які можуть призводити до ротацій в твердих тілах, досить різноманітні. Повороти, як і трансляції, не можуть одночасно відбуватися в великих об'ємах зразка, спочатку вони зароджуються в мікроділянках. Після цього ділянка, яка охоплена поворотом, поширюється на увесь кристал.

У огляді [27] наведені результати останніх досягнень дослідження ролі дисклінацій при пластичній деформації кристалічних матеріалів. Розглянуті різні дисклінаційні моделі для процесів, що відбуваються в структурі пластично деформованих матеріалів. Показано, що утворення смуг переорієнтації кристалічної решітки в кристалічних зразках може бути описано рухом диполів часткових клиновидних дисклінацій. В [28] показано, що зародження і рух дисклінацій може призводити до виникнення в процесі пластичної деформації границь розділу.

На рис. 1.8 [27] наведена схема, яка ілюструє дисклінаційний внесок в пластичну деформацію.



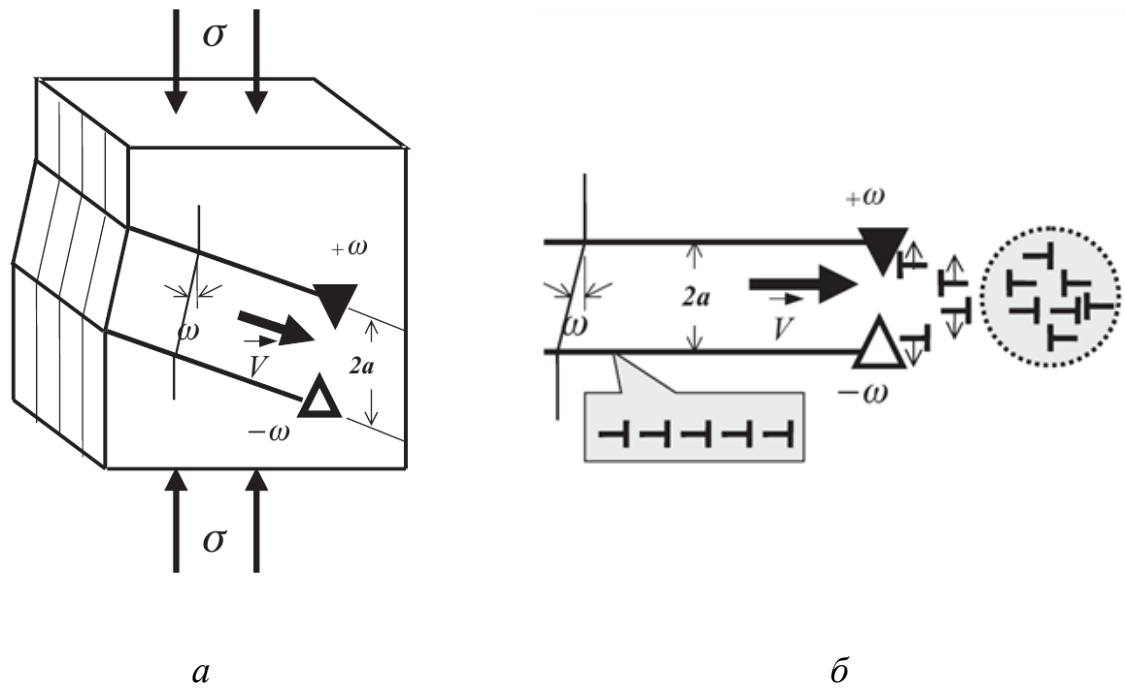


Рис. 1.8. Дисклінаційний внесок в пластичну деформацію: *а)* макроскопічні зміни форми зразка, що відбуваються за рахунок руху дисклінаційного диполя; *б)* мікроскопічний механізм дисклінаційного дипольного руху, який пов'язаний з перерозподілом дислокацій перед диполем [27].

Наведені результати [27] показують, що дисклінації є найважливішими елементами дефектної структури кристалічних матеріалів, які виникають в процесі їх деформування. За допомогою дисклінаційної структури [27] можна пояснити походження значних розворотів ґратки, описати кооперативне дислокаційне ковзання і проводити розгляд закономірностей розвитку пластичної деформації зразків на мікро- і мезорівні.

У праці [29] наведені результати експериментального дослідження виникнення і розвитку різноманітних ротаційних структур, що виникають в процесі пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію – алюмінієвих фольг, які містять тільки наскрізні границі зерен. Оригінальна методика, яка використана авторами в працях [30-32], дозволяла проводити дослідження виникнення і розвитку ротаційної структури *in situ* в процесі пластичної деформації визначати її характеристики – розміри субзерен і

зміну їх кристалографічної орієнтації з лінійним розділенням  $\sim 1$  мкм і кутовим  $\sim 1^\circ$ . Експериментально виявлено різноманіття ротаційної структури, яка відрізняється за формою, розмірами, кристалографічною орієнтацією, характером виникнення і розвитку. Виявлено обірвані (клиновидні і тупокутні), наскрізні та колективні смуги переорієнтації, а також вторинні смуги, що утворюються в смугах переорієнтації, які виникли раніше (рис. 1.9).

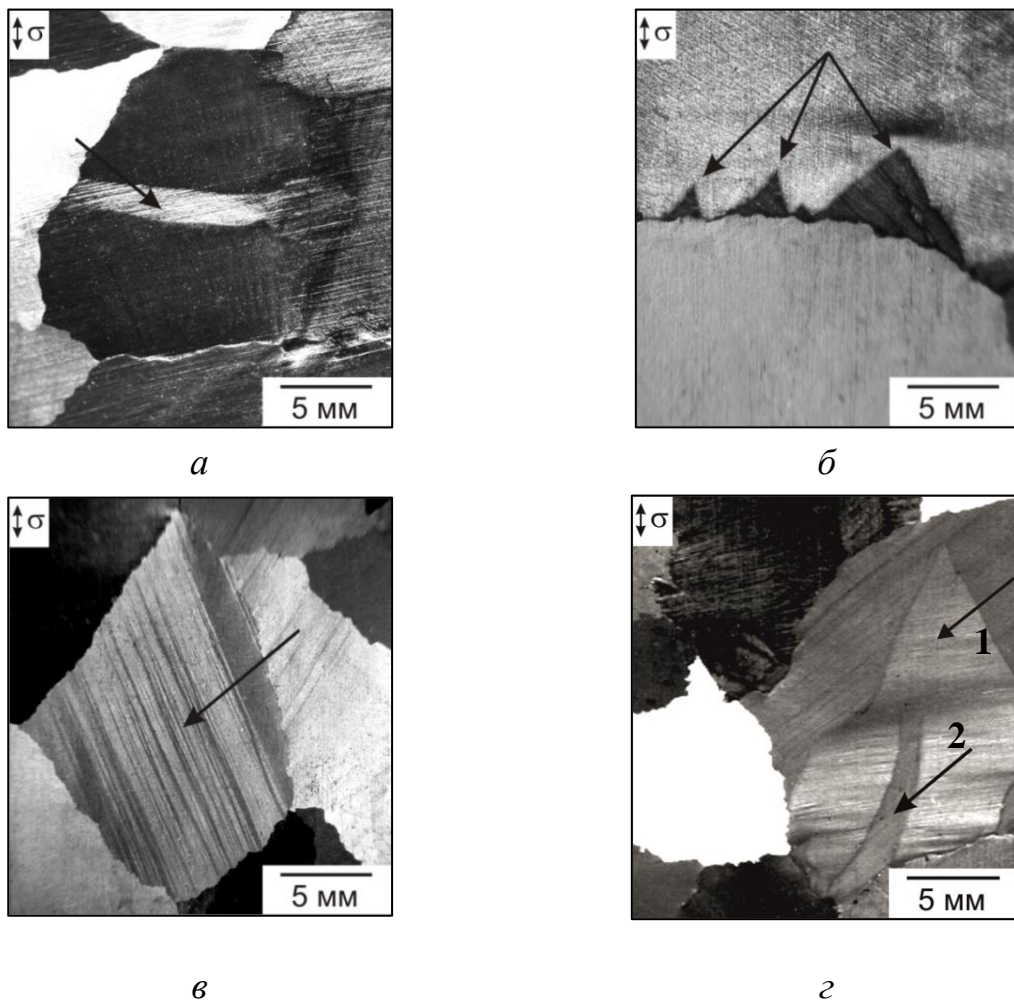


Рис.1.9. Основні види ротаційної структури, що виникають в процесі пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію [29]: *a* – наскрізні ротації, *б* – обірвані клиновидні ротації, *в* – колективні ротації, *г* – первинна ротація (1), вторинна ротація (2) з лініями ковзання в ній,  $\updownarrow \sigma$  – напрямок осі розтягування зразка.

Показано, що нова кристалографічна орієнтація останніх сприяє розвитку в них ковзання. Формування колективних і наскрізних смуг переорієнтації є багатостадійним процесом. Експериментально показано, що всі ротації, які виникають в межах одного і того ж зерна, мають однакову кристалографічну орієнтацію і зароджуються поблизу границі зерен.

Визначення кристалографічної орієнтації рентгенівським методом Лауе всіх зерен з яких складається зразок, і дослідження характеру виникнення і розвитку ротаційної структури показали, що характер останньої не залежить від кристалографічної орієнтації зерна. Визначення фактора Шміда для всіх дванадцяти систем ковзання показало, що характерним для досліджених зразків є відсутність максимально можливих значень фактора Шміда для чотирьох систем ковзання. Незважаючи на це в кожному із зерен досліджених полікристалічних фольг алюмінію, що містять тільки наскрізні границі зерен, коли виключена «робота» одночасно чотирьох систем ковзання [33], при деформації виникає ротаційна структура, яка проявляється яскраво і різноманітно; причому всі смуги переорієнтації є макроскопічними і перетинають усе зерно по його товщині. На рис. 1.10, як приклад, наведено експериментально виявлений механізм виникнення і розвитку ротаційної структури в одному із зерен продеформованого двовимірного полікристала. При досягненні деформації  $\approx 5\%$  поблизу протилежних границь зерна, орієнтованих уздовж осі розтягування, виявляються зародки ротацій витягнутої форми. На рисунку вони показані стрілками. У процесі деформування зразка зростає їх число, збільшуються їх розміри, і при досягненні ступеню деформації  $\approx 10\%$  вони зливаються, таким чином, розділяючи поверхню зерна на три ділянки. За кристалографічною орієнтацією центральна область (2) практично не відрізняється від кристалографічної орієнтації зерна до його деформування. Дві інші області (1 і 3) однаково орієнтовані, але їх орієнтація відрізняється від орієнтації центральної частини зерна.

Визначення кристалографічної орієнтації за методом Лауе, після деформування зразка, трьох ділянок, які виникли в зерні, показало, що центральна ділянка 2 практично не змінила своєї орієнтації, а ротації 1 і 3 мають одну і ту ж орієнтацію, яка істотно відрізняється від орієнтації ділянки 2.

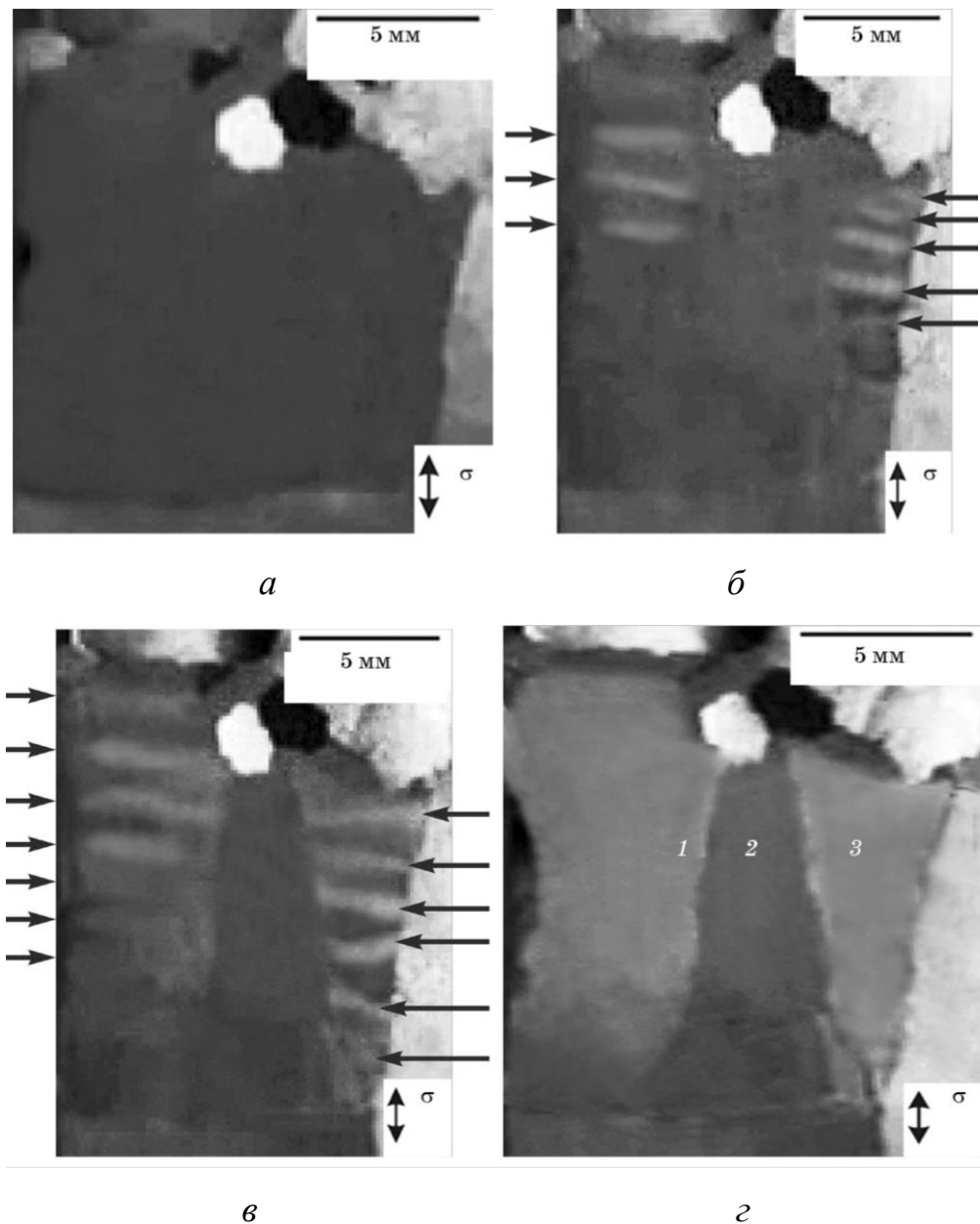


Рис. 1.10. Виникнення і розвиток ротаційної структури в одному із зерен дослідженого полікристала алюмінію в процесі пластичної деформації ( $\updownarrow \sigma$  – напрямок осі розтягування зразка,  $\varepsilon$  – ступінь відносної деформації зразка) [29]:  $a - \varepsilon = 0\%$ ,  $b - \varepsilon = 4,2\%$ ,  $v - \varepsilon = 7,6\%$ ,  $z - \varepsilon = 10,2\%$ .

У праці [34] аналогічні дослідження виникнення і розвитку ротаційної структури *in situ* в процесі деформування було проведено на двовимірних полікристалічних зразках міді і алюмінію. Проведена атестація всіх границь зерен в полікристалічних зразках міді і алюмінію показала, що в зразках алюмінію спеціальні границі зерен і близькі до них, з урахуванням критерію Брендона [35], складають не більше 20%, а в мідних полікристалах спеціальні та близькі до них границі зерен складають більше 85%. Експериментально показано, що така різниця в спектрі границь зерен (рис.1.11) призводить до різного характеру виникнення і розвитку ротаційної структури в мідних і алюмінієвих двовимірних полікристалах.

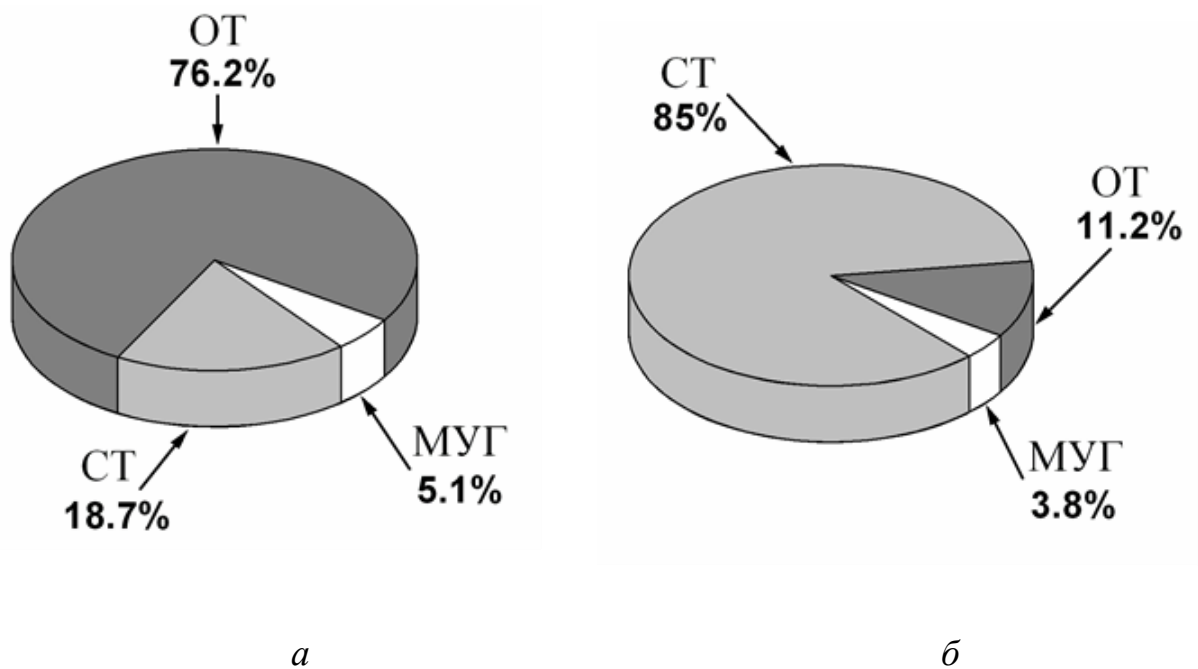


Рис. 1.11. Розподіл границь зерен за типами (СТ – спеціального типу, ОТ- загального типу, МУГ – малокутові) в недеформованих двовимірних полікристалах: а) алюмінію, б) міді [34].

Так, в мідних полікристалах ротаційна структура виявляється вже на ранніх стадіях пластичної деформації (рис.1.12) в окремих зернах.

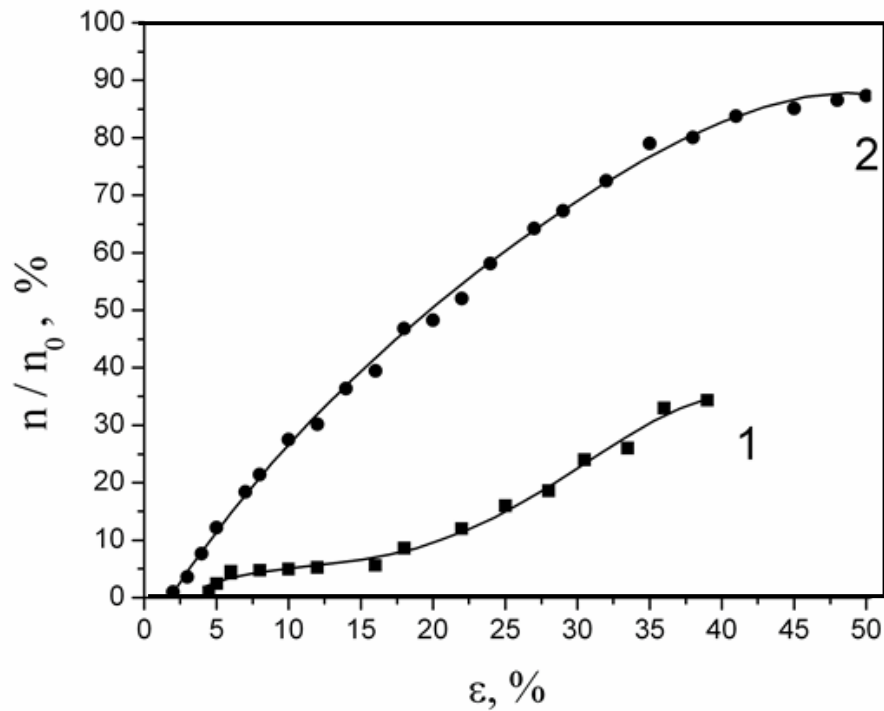


Рис. 1.12. Зміна відносної частки зерен ( $n/n_0$ ), в яких розвивалися ротаційні ефекти, в залежності від ступеню деформації зразків двовимірних полікристалів алюмінію (1) і міді (2) [34].

У процесі деформування зразків число зерен, в яких утворилась ротаційна структура, швидко зростає. Встановлено, що до моменту руйнування зразка практично в кожному зерні виявляється ротаційна структура.

Слід зазначити, що при такому характері розвитку ротаційної структури в двовимірних полікристалах міді, ступінь максимальної відносної деформації зразків до руйнування може досягати більше 50%. У полікристалічних зразках алюмінію, де ротаційна структура виникає на більш пізніх етапах пластичної деформації і не охоплює всі зерна зразка, границя пластичності для різних зразків, як правило, становить 25-35%. Слід зазначити, що на відміну від двовимірних полікристалів міді, де ротаційна структура представлена одним типом, в двовимірних полікристалах алюмінію вона досить різноманітна.

Таким чином, пластична деформація полікристалічних зразків міді і алюмінію, що містять наскрізні границі зерен, спектр яких істотно розрізняється, призводить до неоднакового характеру виникнення і розвитку ротаційної структури, що відрізняється різноманіттям, і різними значеннями границі пластичності.

## 1.2 Особливості пластичної деформації полікристалів

Основна особливість пластичної деформації полікристалічних зразків визначається наявністю в них, як правило, великого числа зерен, кожне з яких по – перше відрізняється кристаллографічною орієнтацією, по – друге різною субзеренною і дислокаційною структурою. Таким чином, через різне значення факторів Шміда і субструктури, характер і закономірність розвитку пластичної деформації в зернах не можуть бути однаковими і синхронними. Найважливішим елементом структури полікристалічних зразків є границі зерен, які розрізняються за типом і можуть служити, з одного боку, джерелами дислокацій, а з іншого – перешкодою для їх ковзання. Важливою характеристикою є і розмір зерен.

Відповідно до закону Шміда діючою системою ковзання є та з безлічі кристаллографічно еквівалентних, для якої наведене напруження є максимальним. На відміну від умови початку течії в монокристалах, де все визначається досягненням критичного дотичного напруження у відповідній системі ковзання, для полікристалів з хаотичним розподілом орієнтації сусідніх зерен, але з обмеженням їх "вільної" деформації умовою спільного плину із сусідніми зернами, останнє повинно бути записано із залученням деякого середнього фактора дезорієнтування – орієнтаційний фактор Тейлора [36]

$$\sigma_s = \tau_0 \bar{m}, \quad (1.1)$$

де  $\bar{m}$  – орієнтаційний фактор Тейлора.

Просте усереднення всіх можливих орієнтувань, яке фактично передбачає, що в кожному зерні діє одна система ковзання з максимальним значенням наведеного дотичного напруження  $\tau_0$ , дає для ГЦК – металів  $\bar{m} = 2,238$  [37]. Ці уявлення про незалежну деформацію кожного зерна суперечили самій суті полікристала, збереженню його суцільності під час деформації.

Припустивши, що критичне дотичне напруження  $\tau_0$  для всіх систем ковзання однакоє, Тейлор [36] отримав для  $\bar{m}$  значення 3,06, яке досить добре відповідає результатам експериментів, проведених на технічно чистому алюмінії. Однак теорія Тейлора не враховує взаємодії зерен уздовж спільної ганиці.

**1.2.1 Механізми узгодження пластичної деформації в сусідніх зернах полікристалічних зразків.** Проблема самоузгодження пластичної деформації в зернах полікристалічних зразків може бути розділена на ряд частин [17]: 1) спосіб здійснення пластичної деформації в окремих зернах полікристала; 2) роль текстури в механічних властивостях полікристалічних зразків; 3) вплив розміру зерен на пластичну деформацію та механічні властивості полікристалів і 4) роль границь зерен як джерел і бар'єрів для ковзання дислокацій і особливості приграничної дислокаційної структури.

Цей поділ проблеми самоузгодження пластичної деформації полікристалічних зразків є умовним у зв'язку з тим, що всі перераховані вище частини проблеми є взаємопов'язаними.

Систематичні дослідження характеру виникнення і розвитку ковзання в сусідніх зернах полікристалічних зразків дали можливість запропонувати низку можливих механізмів спільного деформування сусідніх зерен [38-42]. Найбільш відомі механізми спільної деформації зерен по Заксу [43], Кохендорферу [43] і Тейлору [40] (рис.1.13.).



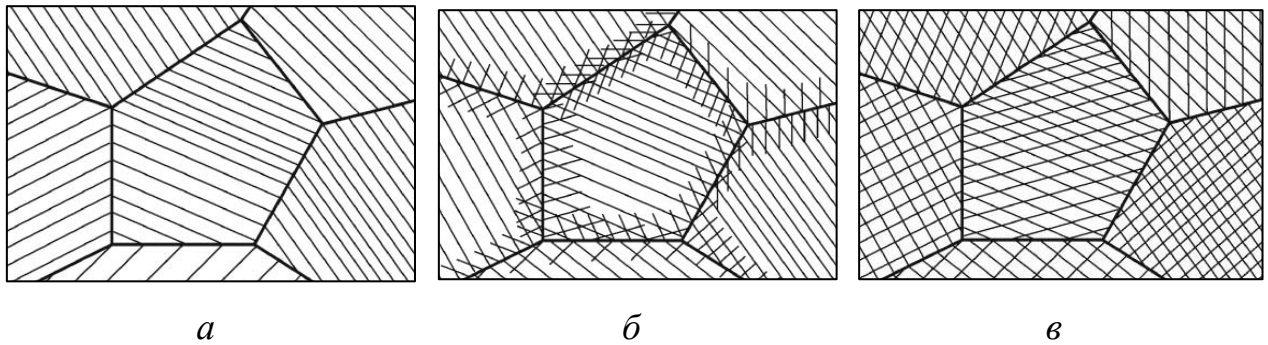


Рис.1.13. Схеми узгодження деформації зерен по Заксу (*a*), Кохендорферу (*б*), Тейлору (*в*) [38].

У схемі Закса (рис.1.13 *a*) передбачається незалежне ковзання в кожному із зерен полікристала з максимальним значенням фактора Шміда. У механізмі Кохендорфера [43] ковзання починається в зерні для системи ковзання з максимальним фактором Шміда, проходить через все зерно, а поблизу границі зерна починають діяти інші системи ковзання, які відіграють акомодативну роль (рис. 1.13 *б*). У праці [17] при вивченні закономірностей розвитку ковзання в зернах полікристалів з ГЦК – граткою показано, що найбільш імовірним є механізм узгодження ковзання зерен по Кохендорферу. У механізмі узгодження пластичної деформації в сусідніх зернах по Тейлору, або по близькому до нього механізмі Бішопа - Хілла [40-41], безперервність деформації в сусідніх зернах досягається одночасною дією в зернах п'яти активних систем ковзання. Така кількість необхідних систем ковзання може бути отримана з урахуванням симетрії тензора деформації і в припущенні, що деформація ковзанням відбувається без зміни об'єму [44]. У такому випадку виходить, що з дев'яти компонент тензора деформації лише п'ять є незалежними. Таким чином, для безперервності деформації на границі зерен в кожному з них необхідно мати п'ять діючих систем ковзання.

Можливі й інші умови узгодження ковзання в сусідніх зернах полікристалічного зразка. Так, в [45] при дослідженні закономірностей розвитку ковзання в сусідніх зернах полікристалів алюмінію з наскрізними границями зерен експериментально показано, що для розвитку

самоузгодженої деформації зерен досить наявності не п'яти, а трьох діючих систем ковзання. Це стає можливим через відсутність обмеженості при деформації зразків у напрямку, перпендикулярному поверхні зразка.

У праці [46] показано, що в одному із зерен двовимірного полікристала алюмінію в процесі його деформування в приграничній області відбувається виникнення ротації, в тілі якої виникає ковзання, що дозволяє узгоджувати пластичну деформацію ковзанням в двох зернах.

У праці [4] експериментально показано (рис.1.14.), що нанесення зміцнюючого покриття з нітриду титану на поверхню полікристала алюмінію, який деформують, призводить до узгодження на границі зерен грубого і тонкого ковзання.

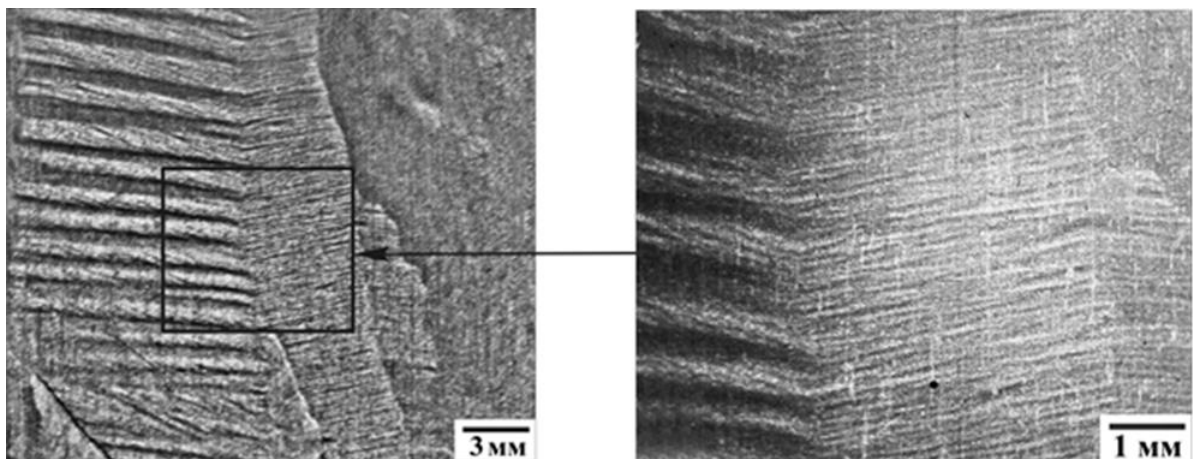


Рис.1.14. Узгодження грубого і тонкого ковзання на границі зерен в процесі деформування двовимірного полікристала алюмінію з покриттям з нітриду титану [4].

**1.2.2 Роль границь зерен при пластичній деформації кристалічних зразків. Закон Холла-Петча.** Добре відомо, що роль границь зерен при пластичній деформації полікристалічних зразків є неоднозначною. Взаємодія рухомих дислокацій з границею зерна досить складний процес [37, 47]. З одного боку дислокація повинна притягуватись границею, оскільки границя

зерна є дефектною структурою і при входженні дислокацій в границі зерна повинна бути зменшена пружна енергія зерна. З іншого боку між дислокацією і границею діють сили відштовхування, які викликані різною кристалографічною орієнтацією зерен з цією границею. Таким чином, дислокація в зерні утримується перед зерном на відстані  $S$ . Відстань  $S$  між дислокацією і границею у першому наближенні може бути отримана з формули [48]:

$$\sigma = \frac{G}{6\pi^2} \left( \frac{\beta}{S} \right)^4, \quad (1.2)$$

де  $\beta$  – за порядком величини можна порівняти з межатомною відстанню,  $\sigma$  – зсувне деформуюче напруження,  $G$  – модуль зсуву.

У праці [49] показано, що дислокація з енергетичних міркувань не може перейти з одного зерна в друге, так як напруження зсуву необхідне для здійснення цього переходу, виявляється одного порядку з теоретичним опором зсуву. Якщо в зерні працює джерело дислокацій, наприклад, джерело Франка-Ріда (FR), то поблизу границі зерна на ділянці довжиною  $L_p$  з'явиться група накопичених дислокацій (рис. 1.15 [50]), яка пов'язана з числом дислокацій  $n_p$  і зсувним напруженням  $\tau$  формулою:

$$L_p = \frac{n_p G b}{A \sigma}, \quad (1.3)$$

де  $G$  – модуль зсуву,  $b$  – вектор Бюргерса,  $A$  – константа,  $\sigma$  – зсувне напруження.

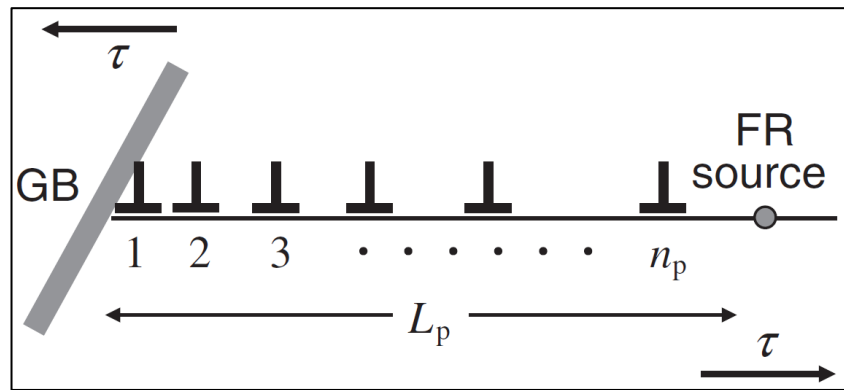


Рис. 1.15. Дислокації, які згенеровані джерелом Франка-Ріда (FR), накопичуються в границі зерна (GB) [50].

На рис. 1.16 *a, б, в* наведено результати експериментального виявлення дислокаційного скупчення біля границь зерен в зразках  $\alpha$ -латуні [51], LiF [52], нержавіючої сталі [53].



Рис. 1.16. Результати експериментального спостереження дислокаційного скупчення у границь зерен в зразках:  $\alpha$ -латуні (*a*), LiF (*б*), нержавіючої сталі (*в*) [51-53].

Розрахунки, які виконані в праці [54], показали, що у головній дислокації виникає концентрація напруження, яка пропорційна числу

дислокацій. Ця концентрація напруження може бути настільки великою [55], що може призвести до зародження дислокацій в сусідньому зерні. Таким чином відбувається естафетний механізм передачі ковзання з одного зерна в інше. Модель зернограничного джерела дислокацій запропонована в [56].

Численні теоретичні та експериментальні дослідження переконливо показують, що під час руху (ковзання) дислокацій границі зерен відіграють різко виражену бар'єрну роль, але це не означає, що дислокаційний зсув не може подолати границі зерен. Активна участь границь зерен в пластичній деформації може бути пов'язана з проходженням частини зсуву через границі зерен і організацією певного ковзання по границі зерна [47]. Подолання границь зерен зсувом і поширення частини зсуву з одного зерна в сусіднє відбувається кількома механізмами [47]. Перший з них – проходження декількох дислокацій через границю зерна. Процес цей не простий і іноді частина вектора Бюргерса залишається на границі зерна. Другий механізм – генерація дислокацій ділянкою границі зерна під дією поля напружень, що виникли в сусідньому зерні.

Ковзання вздовж границі зерна [47] також може відбуватися двома способами. Перший спосіб – ковзання повних або часткових дислокацій по границі зерен. Такий спосіб реалізується при низьких і кімнатних температурах, причому ковзання може відбуватися по досить досконалим границям зерен – спеціальним границям зерен з невеликою зворотною густиною співпадаючих вузлів  $\Sigma$  ( $\Sigma$  дорівнює або кратно 3). Другий спосіб здійснюється при підвищених температурах. Рух дислокацій по границям зерен в цьому випадку носить дифузійний або змішаний дифузійно-дислокаційний характер і, як правило, має місце для границь зерен загального типу. Використання естафетного механізму передачі ковзання від одного зерна до іншого дало можливість отримати співвідношення між границею плинності й середнім розміром зерен, так зване співвідношення або закон Холла-Петча (ХП) [57-58]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2}, \quad (1.4)$$

де  $\sigma_y$  – границя плинності,  $d$  – розмір зерна,  $k$  – коефіцієнт Холла – Петча, а  $\sigma_0$  – параметр, що характеризує напруження, яке необхідне для подолання сил тертя.

При естафетному механізмі передачі ковзання із зерна в зерно границі зерен виступають в якості нездоланих бар'єрів для рухомих дислокацій, і тому спричиняють концентрацію напруження біля границі і активізацію джерел дислокацій в сусідніх зернах. Таким чином, естафетний механізм передачі ковзання може бути використаний на початкових етапах пластичної деформації на рівні його границі плинності. Найчастіше в якості границі плинності вибирається умовна границя плинності  $\sigma_{0,2}$ , яка відповідає ступеню деформації  $\varepsilon = 0,2$  %. В [59-63] експериментально показано, що закон Холла-Петча виконується і при напруженнях, що перевищують границю плинності. При цьому встановлено, що значення коефіцієнта Холла-Петча не є константою, а зростає зі збільшенням деформації зразка [64]:

$$K_{H-P}(\varepsilon) = K_{max} [1 - \exp(-mk_a \varepsilon)]^{1/2}, \quad (1.5)$$

$$K_{max} = m\alpha G \left(\frac{\beta b}{k_a}\right)^{1/2},$$

де  $k_a$  – коефіцієнт аннігіляції гвинтових дислокацій,  $m$  – фактор Тейлора для полікристалів,  $G$  – модуль зсуву,  $b$  – вектор Бюргерса,  $\beta$  – коефіцієнт,  $\alpha$  – стала, що характеризує взаємодію дислокацій між собою,  $\varepsilon$  – ступінь деформації.

На рис. 1.17 наведені результати обробки співвідношень ХП  $\sigma = K_{H-P} d^{-1/2}$  для напружень плинності полікристалічного Al 99,98% [60] в інтервалі розмірів зерен 80-500 мкм при температурах експерименту 77, 200,

293 К. Рисунок демонструє, як змінюється в координатах  $K_{H-P} - \varepsilon^{1/2}$  коефіцієнт ХП в алюмінії з ростом ступеня пластичної деформації.

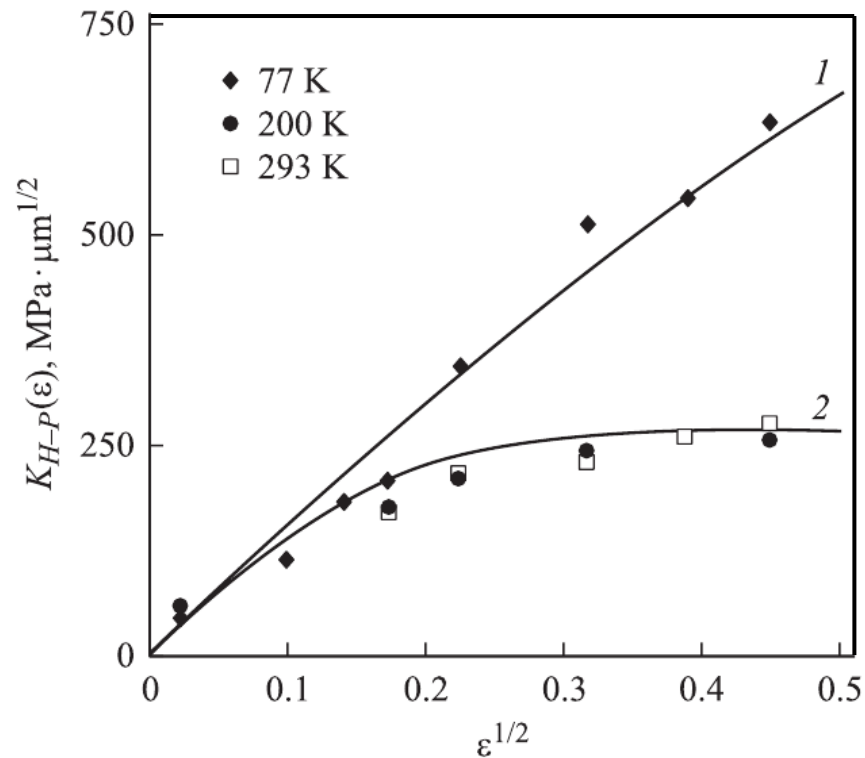


Рис.1.17. Залежність зміни коефіцієнта ХП для зразка полікристалічного Al 99,98% від ступеню деформації  $\varepsilon$  і температури  $T$  в координатах  $K_{H-P} - \varepsilon^{1/2}$ . Експериментальні точки – дані [60], криві 1 і 2 отримані відповідно до виразу (1.5).

Для пояснення цих експериментальних результатів був запропонований відмінний від естафетного фізичний механізм пояснення співвідношення Холла-Петча для напружень, які перевищують границю плинності. Відповідно до цього механізму в полікристалах при певному ступені деформації накопичується значно більше дислокацій, ніж в монокристалічних зразках, оскільки довжина вільного пробігу дислокацій в полікристалах обмежена розміром зерна. Крім того, як уже говорилося, границі зерен є джерелами дислокацій.

### 1.3 Сучасні уявлення про стадії пластичної деформації

Для пластичних металів і сплавів надійно встановлено, що залежності  $\sigma - \epsilon$  і  $\tau - \epsilon$  в області пластичної деформації мають стадії, що розрізняються інтенсивністю деформаційного зміцнення [1, 2]. Вивчення явища стадійності пластичної деформації має важливе значення для розуміння природи формування механічних властивостей кристалічних матеріалів. У даний час виявлено, що стадійність пластичної деформації обумовлена значною мірою еволюцією дефектної структури металів і сплавів [1, 2, 9, 65].

Стадійність пластичної деформації насамперед була виявлена на монокристалах [66]. У праці [67] було надійно встановлено чотирьохстадійну картину зміцнення для моно- і полікристалів ГЦК металів при розвитку в них множинного ковзання. Дана залежність  $\sigma = f(\epsilon)$  характерна для монокристалів і полікристалів у широкому інтервалі розмірів зерен. На рис.1.18 представлені перехідна стадія ( $\pi$ ), стадія II лінійного зміцнення з високим значенням  $\theta = d\sigma/d\epsilon$ , стадія III параболічного зміцнення і тривала стадія IV з лінійним зміцненням, як і стадія II, але з низьким значенням  $\theta$ .

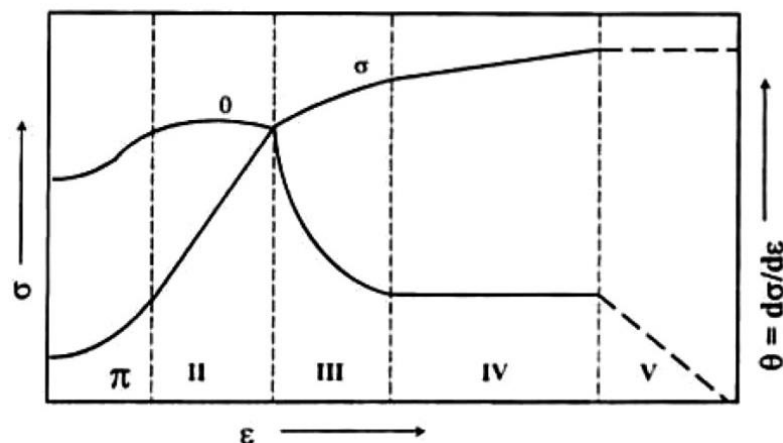


Рис. 1.18 Схематичне зображення кривої плинності ГЦК металів:  $\sigma$  – напруження плинності,  $\theta$  – коефіцієнт деформаційного зміцнення,  $\epsilon$  – дійсна деформація. Пунктирні лінії відокремлюють стадії деформації: перехідну ( $\pi$ ) та стадії II, III, IV і V [68].



У разі монокристалів, коли вісь розтягування яких розміщена в центрі стереографічного трикутника, перехідній стадії передують стадія легкого ковзання – стадія I [69]. В роботі [70] автор допускає, що на V стадії деформуюче напруження виходить на насичення.

Стадія IV є найбільш тривалою стадією деформаційної кривої [2]. І у зв'язку з цим на стадії IV дослідження механізмів деформації та еволюції структури є дуже важливими.

Природа зміни стадій у ході активного пластичного плину розглянута у низці наукових праць [3, 67]. У них автори підкреслюють різні сторони цього явища [3]:

1. Зміна характеру ковзання (від плоского до просторового) та, відповідно, розміру зони зсуву;
2. Зміна числа діючих систем ковзання;
3. Перехід від простого накопичення дислокацій до перебудови дислокаційної структури та зростання частки анігілюючих дислокацій;
4. Включення поворотних мод деформації, які передбачають розвиток безперервних та дискретних дезорієнтацій;
5. Субструктурні перетворення, зміна однієї субструктури іншою та пов'язані з цим різні механізми гальмування дислокацій.

При аналізі деформаційної кривої у координатах  $\sigma - \epsilon$  необхідно враховувати всі перераховані вище аспекти. Найбільш повним із них є п'ятий підхід, який фактично включає всі попередні. У більшості праць, присвячених природі стадійності, вивчається та розвивається саме цей підхід [67, 71-73].

На рис.1.18 схематично зображено послідовність перетворень дислокаційних субструктур та відповідні їм стадії пластичної деформації [74, 75]. Схема, яка представлена на цьому рисунку, стосується лише однофазних матеріалів та пластичної деформації, яка здійснюється завдяки ковзанню повних дислокацій. Двійникування та мартенситні перетворення знаходяться за межами цієї схеми.

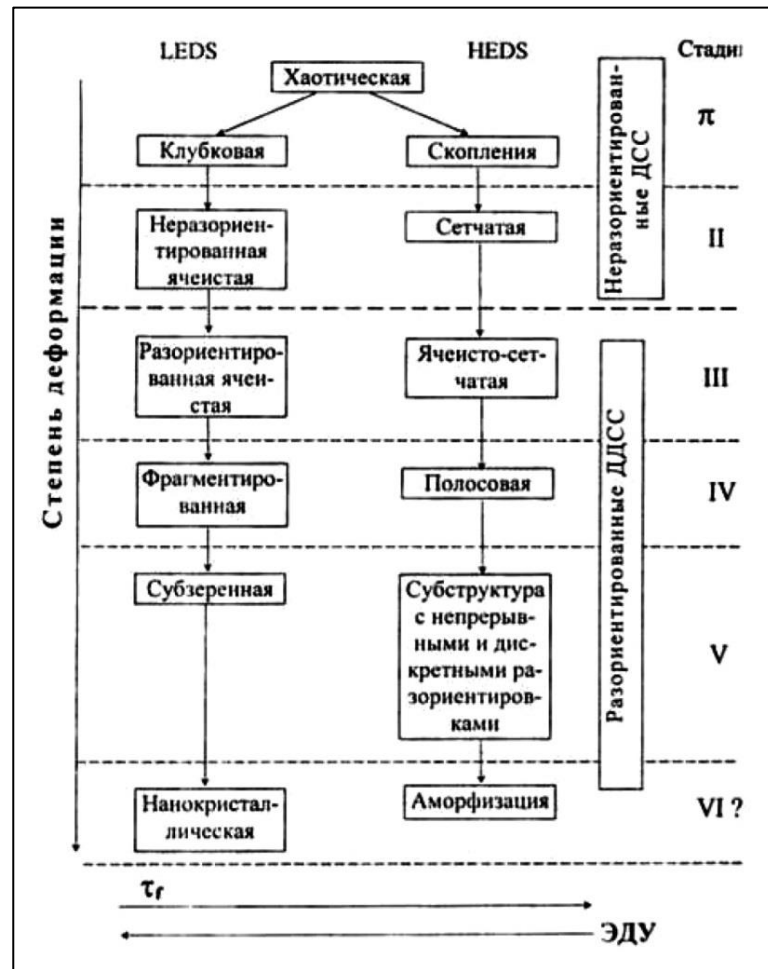


Рис. 1.18. Низкоенергетична (LEDS) та високоенергетична (HEDS) послідовності субструктурних перетворень, які спостерігаються у процесі пластичної деформації ГЦК матеріалів при помірних температурах [1, 67, 74, 75].

Встановлено існування двох послідовностей субструктурних перетворень: низкоенергетичної (LEDS) та високоенергетичної (HEDS) [67, 74, 75]. Перша послідовність типова для чистих металів, розбавлених твердих розчинів та добре впорядкованих сплавів з високим значенням енергії дефекту упаковки (ЕДУ) та низьким твердорозчинним зміцненням  $\tau_p$ . Друга послідовність типова для концентрованих твердих розчинів, матеріалів зі зниженою енергією дефекту упаковки та досить високим значенням  $\tau_p$ .

Перехідна стадія  $\pi$  та стадія II мають місце при недезорієнтованих субструктурах. Стадії III-IV здійснюються при формуванні дезорієнтованих субструктур. При цьому LEEDS-послідовності притаманні в основному деформаційні субграниці. HEEDS-послідовність формується завдяки співіснуванню безперервних та дискретних разорієнтацій. Поряд з дислокаційними механізмами формування субструктур вирішальну роль починають відігравати дисклінаційні. Найчастіше це – диполі часткових дисклінацій та дисклінаційні петлі [75].

Іншими важливими чинниками формування стадійності є зміна механізму деформації. Поряд з ковзанням повних ґраткових дислокацій у ГЦК матеріалах може мати місце двійникування, проковзування по границям зерен (ГЗ), деформаційні мартенситні перетворення типу  $\gamma \rightarrow \alpha$  і  $\gamma \rightarrow \epsilon$ . Приклади багатостадійних кривих при включенні нових механізмів деформації представлені на рис.1.19 а, б.

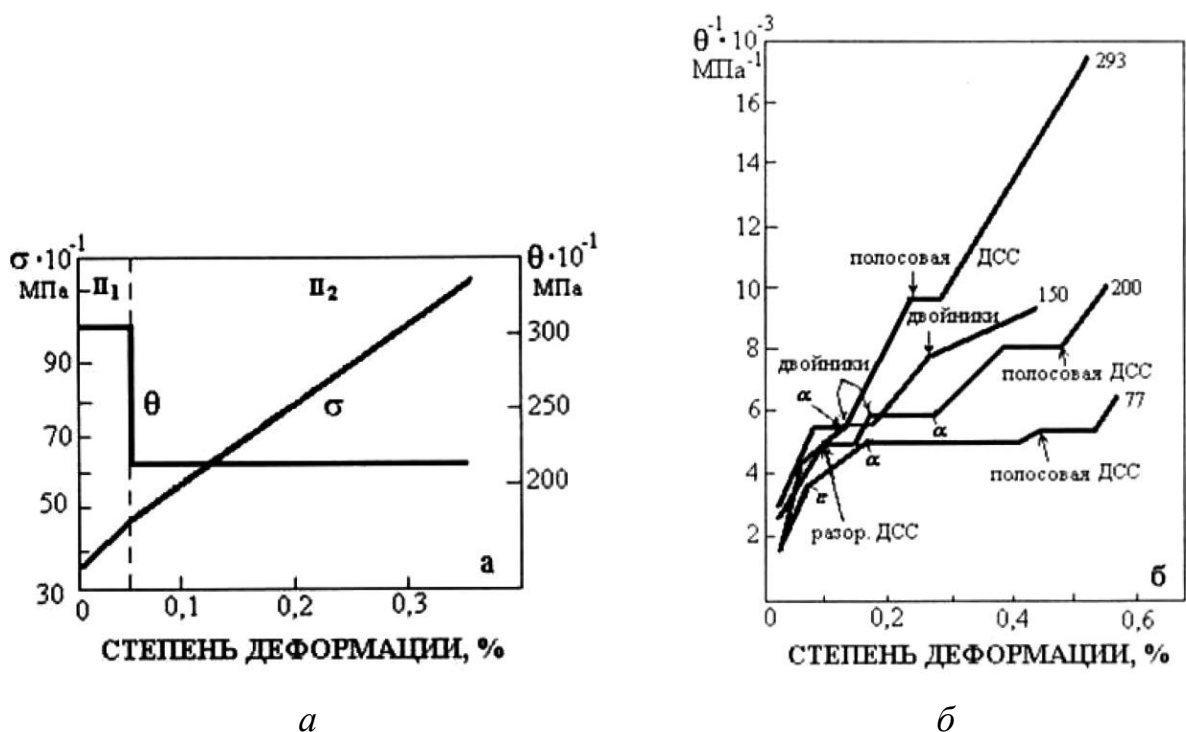


Рис.1.19. Стадії деформації при зміні механізму деформації у зразках з ГЦК структурою. ДСС – дислокаційні субструктури, ДДСС – дислокаційно-дисклінаційні субструктури [1].

На рис. 1.19 *а* поява нової стадії II (перехід від стадії II<sub>1</sub> до стадії II<sub>2</sub>) у полікристалах ГЦК зразків обумовлена включенням механізму двійникування. Рис. 1.19 *б* ілюструє послідовне включення кількох нових механізмів деформації з числа зазначених вище. Кожне таке включення означає появу нової стадії.

#### **1.4 Постановка завдання до дисертаційної роботи**

У першому розділі дисертації наведено аналіз відомих літературних даних, які показують, що пластична деформація полікристалічних матеріалів та, у кінцевому підсумку, їх механічні характеристики залежать не тільки від характеру субструктурних та орієнтаційних неоднорідностей у зразках до їх деформування, а й, більшою мірою, від закономірностей їх зміни у процесі деформування.

Даних про роль границь зерен у залежності від їх типу, форми та довжини недостатньо для визначення механізмів релаксаційних процесів за участю границь розділу при пластичній деформації полікристалічних зразків.

Відповідно до сучасних уявлень ротаційні ефекти, що виникають при пластичній деформації полікристалічних зразків, повинні відігравати не тільки акомодативну роль для узгодження деформації у різних частинах досліджуваного зразка, а й вносити самостійний внесок у пластичну деформацію зразка. На жаль, механізми акомодативних процесів, які пов'язані із здійсненням ротаційних ефектів, шляхом проведення експериментальних досліджень ще не визначено.

Огляд літературних джерел та їх обговорення показують, що для вирішення проблеми міцності та пластичності кристалічних матеріалів недостатньо дослідження субструктурних та орієнтаційних змін, що відбуваються у зразках на мікроскопічному рівні. Необхідні дослідження субструктурної неоднорідності та її зміни на мезоскопічному рівні, причому

ці дослідження повинні бути проведені *in situ* у процесі деформування зразка одночасно у всіх його частинах.

Оскільки зсувна та ротаційна складові пластичної деформації знаходять своє відображення на поверхні зразка у вигляді деформаційного рельєфу, необхідні методики дослідження цього рельєфу на всій робочій поверхні зразка у процесі деформування. Тільки такі дослідження можуть експериментально визначити механізми взаємодії зсувної та ротаційної моди пластичної деформації та вирішити проблему отримання конструкційних матеріалів із заданими механічними властивостями.

У зв'язку з вище зазначеним метою дисертаційної роботи є вирішення наукового завдання, яке полягає у встановленні фізичних закономірностей та механізмів, субструктурних і орієнтаційних змін що здійснюються в ході пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію і міді при кімнатній температурі.

Для досягнення поставленої мети було необхідно:

1. Виготовити двовимірні полікристалічні зразки алюмінію і міді;
2. Розробити комп'ютерну методику автоматичного визначення кристалографічної орієнтації всіх зерен зразка, фактора Шміда для всіх систем ковзання і атестації границь зерен;
3. Вивчити механізми релаксації напруженого стану, що виникають в двовимірних полікристалічних зразках алюмінію на всіх стадіях пластичної деформації розтягуванням в умовах активного одноосьового навантаження із постійною швидкістю деформації при кімнатній температурі;
4. Встановити характер субструктурних та орієнтаційних змін, що відбуваються в окремих зернах двовимірних полікристалічних зразків міді і алюмінію *in situ* у процесі їх деформування;
5. Дослідити вплив субструктурних змін, які здійснюються у ході пластичної деформації двовимірних полікристалічних зразків алюмінію, на форму деформаційної кривої;

6. Встановити закономірність субструктурних та орієнтаційних змін, що призводять до виникнення у зразках тріщин, та визначити можливі механізми їх утворення.

## РОЗДІЛ 2

### ОБ'ЄКТИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТА МЕТОДИКИ ПРОВЕДЕННЯ ЕКСПЕРИМЕНТІВ

#### 2.1 Зразки для досліджень

В якості зразків для дослідження були обрані полікристалічні фольги алюмінію і міді, що містять тільки наскрізні границі зерен. Такі зразки прийнято називати двовимірними полікристалами [34, 45]. Вибір зразків для дослідження не випадковий. З одного боку мідь і алюміній є характерними представниками ГЦК-кристалів, а з іншого боку через різні величини енергії дефекту упаковки (ЕДУ) у міді і алюмінію (у алюмінію ця величина дорівнює  $135 \text{ мДж/м}^2$ , а у міді –  $70 \text{ мДж/м}^2$  [76]) вони завжди відрізняються за типом границь зерен. У полікристалічних зразках алюмінію більша частина границь зерен – це границі загального типу. Мідні ж полікристали практично завжди містять значну кількість двійникових границь. Це дозволяє при дослідженні закономірностей пластичної деформації визначити роль різних за типом границь зерен у виникненні та розвитку зсувної й ротаційної моди, а також в субструктурних і орієнтаційних змінах у тілі зерна.

Вибір в якості зразків для дослідження двовимірних полікристалів обумовлений декількома факторами. По-перше, і це – основне, численні експериментальні дослідження [4, 45, 46, 77-80] закономірностей розвитку пластичної деформації в двовимірних полікристалах показали, що через відсутність обмеженості в напрямку, перпендикулярному до поверхні зразка, структурні і орієнтаційні ефекти проявляються найбільш яскраво і це дозволяє детально [76-80] простежити за їх виникненням і розвитком. По-друге, в зразках, що містять наскрізні границі зерна, нескладно за методом рекристалізації отримати розмір зерен у досить широкому інтервалі, що дозволяє провести дослідження впливу на субструктурі зміни розміру зерен [81-84]. І нарешті, останнє, полікристалічні фольги знаходять широке

застосування в різних галузях науки і техніки, тому вивчення механізмів пластичного плину цих об'єктів має практичне значення і становить інтерес для фахівців у галузі фізики міцності та пластичності.

**2.1.1 Приготування зразків алюмінію.** Вихідним матеріалом, що використовувався для виготовлення зразків, була фольга алюмінію, чистотою 99,96 %, завтовшки 0,15 мм, яка отримана прокаткою. Із цієї фольги вирізали зразки, розміри робочої частини яких склали  $100 \times 20 \times 0,15 \text{ мм}^3$ . Для отримання двовимірних полікристалів з необхідним розміром зерна ( $5 \div 20$  мм) був підібраний спеціальний режим термічної та механічної обробки, який полягає у такому.

Всі зразки відпалювали при температурі  $T=400^\circ\text{C}$  протягом двох годин для зняття вихідних спотворень. Після цього зразки деформували за умов одноосьового розтягу до ступеню деформації  $\varepsilon = 1 \div 3$  %. Подальший рекристалізаційний відпал при  $T=600^\circ\text{C}$  протягом п'яти годин дозволяв отримувати зразки з різним середнім розміром зерен, що залежить від ступеню попередньої деформації. Для виявлення границь зерен використовували стандартний травник Келлера, до складу якого входять такі компоненти: 30 мл HCl, 20 мл HNO<sub>3</sub>, 5 мл HF, 30 мл H<sub>2</sub>O. Травлення полікристалічних зразків алюмінію відбувалося при кімнатній температурі, тривалість травлення становила 15-20 секунд.

До і після деформування зразків визначалася за методом Лауе кристалографічна орієнтація усіх зерен, з яких складається зразок. Зйомка рентгенограм здійснювалася на установці УРС-55 у мідному випромінюванні при значеннях прискорюючої напруги 45 кВ, струму розжарення – 18 мА. Час експозиції складав 30-50 хвилин.

Перед деформацією поверхню усіх зразків ретельно шліфували і полірували. На ній за методом хімічного травлення створювали



квазіперіодичний рельєф (рис. 2.1), який є необхідним для отримання колірних орієнтаційних карт (КОК), про що описано у розділі 2.2.2.

На рис. 2.1 наведено типовий вид зеренної структури двовимірного полікристала алюмінію та квазіперіодичного рельєфу, який виникає на поверхні одного з зерен після його хімічного травлення.

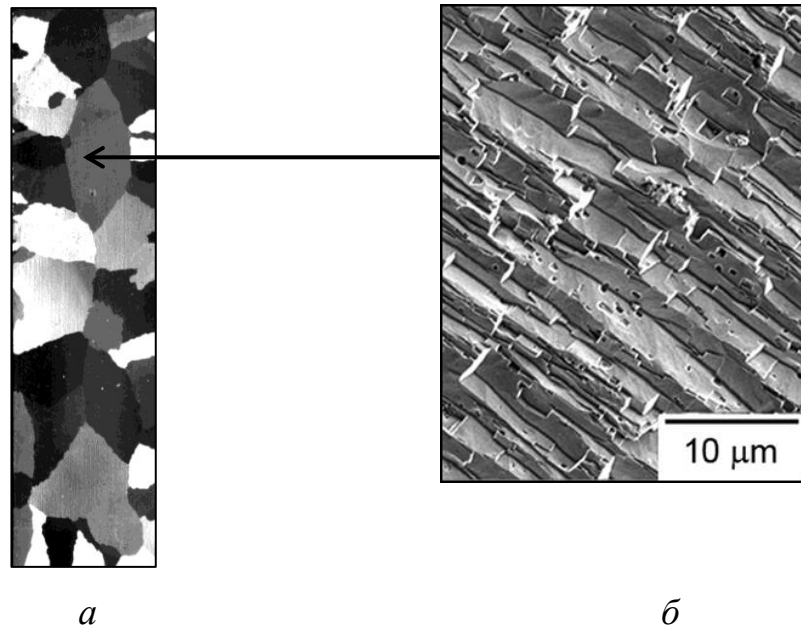


Рис. 2.1. Типовий вид зеренної структури двовимірного полікристалічного зразка алюмінію (*a*) і мікрофотографія квазіперіодичного рельєфу (*б*), який виникає на поверхні одного з зерен цього зразка після хімічного травлення.

**2.1.2 Приготування зразків міді.** Для приготування зразків двовимірних полікристалів міді використовували мідну фольгу товщиною 100, 200, 400 мкм, чистотою 99,97%. Із неї вирізали зразки з розмірами робочої частини  $70 \times 10$  мм<sup>2</sup>. Термомеханічна обробка зразків міді полягала в їх первинному відпалі при  $T = 700^\circ$  С протягом двох годин, попередньої деформації одноосним розтягом на величину  $\epsilon = 3 \div 7$  % і подальшим рекристалізаційним відпалом при  $T = 950^\circ$  С протягом трьох - шести годин. Усі відпали мідних зразків проводили у вакуумній установці, при остаточному тиску  $P \sim 10^{-2}$  Па. Зеренну структуру виявляли хімічним травленням за використанням концентрованого розчину азотної кислоти,

тривалість травлення становила кілька секунд. Завдяки зміні умов проведення рекристалізації були отримані зразки з розміром зерен в інтервалі від 1 до 10 мкм і різним вмістом спеціальних границь зерен.

На рис. 2.2. наведені мікрофотографії типової зеренної структури в різних зразках двовимірних полікристалів міді, які отримані рекристалізацією в залежності від ступеню попередньої деформації.

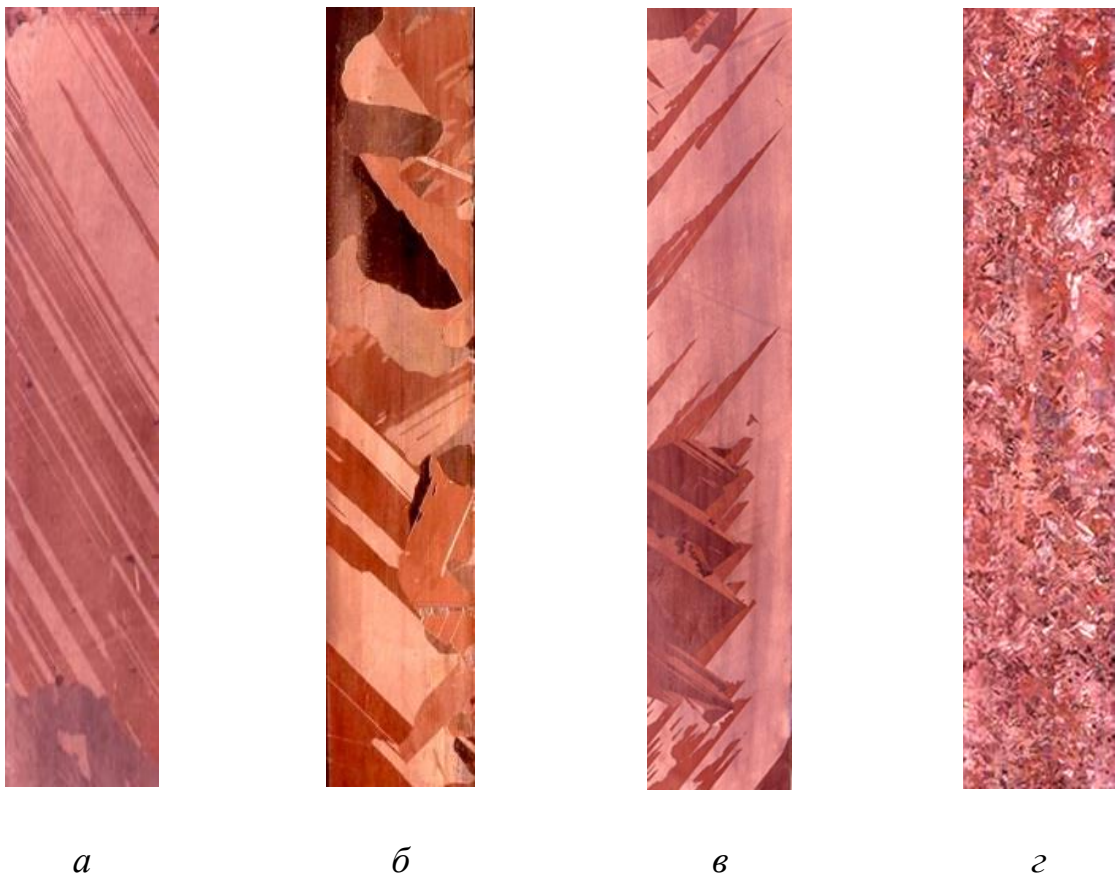


Рис. 2.2. Типова зеренна структура в різних зразках двовимірних полікристалів міді, яка була отримана рекристалізацією в залежності від ступеню попередньої деформації  $\varepsilon$ : а)  $\varepsilon = 4\%$ ; б, в)  $\varepsilon = 6 - 7\%$ ; з)  $\varepsilon = 2\%$ .

Так само, як і для зразків алюмінію, поверхню зразків міді ретельно шліфували та полірували. За методом хімічного травлення на ній створювався квазіперіодичний рельєф, необхідний для отримання кольорних орієнтаційних карт.

## 2.2 Методики експериментальних досліджень

**2.2.1 Методика деформування зразків і реєстрації деформаційної кривої.** Деформування усіх зразків двовимірних полікристалів алюмінію і міді проводили на спеціальній установці, схема якої наведена на рис. 2.3.

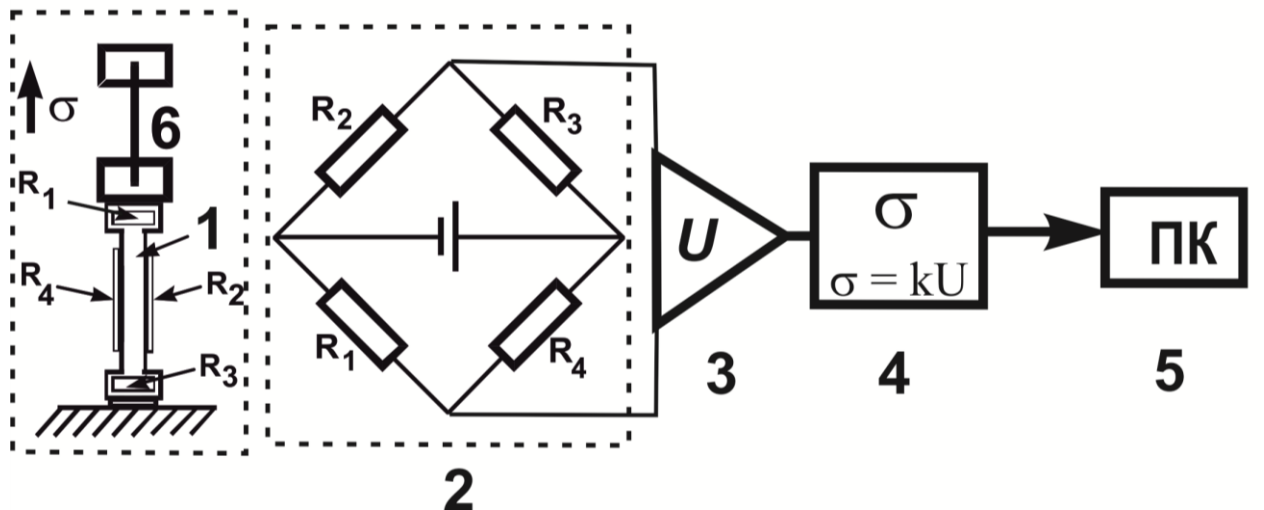


Рис. 2.3. Схема реєстрації деформаційної кривої і структурних змін на поверхні зразка безпосередньо в процесі пластичної деформації: 1 – пружний елемент; 2 – вимірювальний міст; 3 – підсилювач P341; 4 – цифровий мультиметр UT70D з інфрачервоним портом; 5 – програмний комплекс (ПК); 6 – зразок;  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_4$  – тензодатчики [81].

Усі випробування зразків проводили розтягом за умов активного навантаження з постійною швидкістю деформації  $\dot{\epsilon} \approx 5 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$  при кімнатній температурі ( $T = 293 \text{ K}$ ) з використанням спеціального деформуючого пристрою [81]. Для визначення деформуючого напруження був використаний пружний елемент (1) з наклеєними на нього тензодатчиками ( $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_4$ ), які включені за мостовою схемою (2). Сигнал, пропорційний величині деформуючого напруження, подається на вхід цифрового мультиметра UNI-T UT70D (4), з виходу якого за допомогою інфрачервоного порту надходить на

вхід комп'ютера (5). Таким чином, автоматично реєструється деформаційна крива в координатах "напруження – деформація". Одночасно з деформаційною кривою реєструються колірні орієнтаційні карти (КОК) для усієї поверхні зразка.

На рис. 2.4 наведена типова деформаційна крива для двовимірних полікристалів алюмінію.

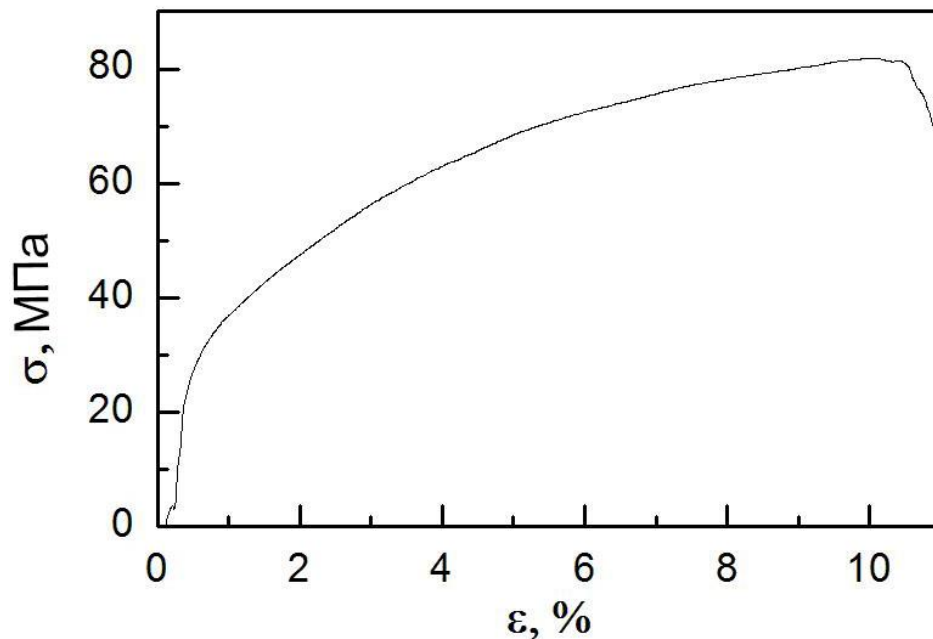


Рис. 2.4. Типова деформаційна крива для двовимірних полікристалів алюмінію.

**2.2.2 Методика дослідження субструктурної та орієнтаційної неоднорідності та її зміни *in situ* у процесі пластичної деформації шляхом аналізу колірних орієнтаційних карт.** Проблема дослідження субструктури і визначення її характеристик (розмір субзерен і їх кристалографічна орієнтація) *in situ* у процесі деформації є найважливішою при визначенні механізмів узгодження пластичної деформації зерен полікристалічних зразків. Необхідною умовою методики таких досліджень є високе лінійне та

кутове розділення і безперервне у часі отримання інформації для усієї робочої поверхні зразка.

У [85, 86] описано сучасний метод автоматичного аналізу картин дифракції зворотньорозсіяних електронів – electron backscatter diffraction (EBSD), що дозволяє визначати кристалографічну орієнтацію в різних точках металографічного шліфа. Площа зразка для дослідження за методом EBSD не перевищує декількох квадратних міліметрів. Просторове розділення EBSD немонотонно залежить від струму пучка електронів і прискорюючої напруги, і є функцією природи досліджуваного матеріалу [87]. Що стосується кутового розділення, то за звичайних умов зйомки воно складає  $\approx 2 - 5^\circ$ . Кутове розділення може досягати  $\approx 0,5^\circ$  при визначенні разорієнтацій шляхом безпосереднього порівняння двох суміжних електронограм за допомогою виміру взаємного розвороту ліній Кікучі [88].

Таким чином, метод EBSD має бути використаний при дослідженні спектру дезорієнтацій в кристалічних зразках, але не може бути використаний для вирішення проблеми, яка поставлена в дисертаційній роботі, з таких причин: по-перше, ця методика не дозволяє визначати спектр разорієнтацій одночасно для всіх точок робочої поверхні зразка і простежити за його зміною у процесі деформації зразка, і, по-друге, кутове розділення методу EBSD є недостатнім для виявлення субзеренних границь.

У працях [31, 32, 89-94] наведено опис оптичного методу дослідження *in situ* орієнтаційних, структурних і субструктурних змін, які супроводжують пластичну деформацію полікристалічних зразків. Цей метод ґрунтується на ефекті дифракції білого світла на квазіперіодичній структурі поверхні зразка.

Відомо, що техніка металографічного виявлення структури полікристала зазвичай полягає в хімічному травленні. При травленні полікристалічного зразка можна виявити не лише границі зерен у вигляді тонкої лінії, але й на поверхні зерен, які орієнтовані по-різному, анізотропний квазіперіодичний рельєф у вигляді канавок травлення, характер якого визначається кристалографічною орієнтацією зерна. У данній дисертаційній

роботі показано, що взаємодія білого світла з цим рельєфом призводить до його анізотропного розсіювання і при певному виборі та взаємному розташуванні зразка, джерела світла, реєструючого пристрою, яким є WEB-камера, поєднана з комп'ютером, можна отримати колірне зображення поверхні зерен, де кожний колір визначається кристалографічною орієнтацією зерна. Колірне зображення реєструється цифровим пристроєм на основі світлочутливої матриці, поєднаним з комп'ютером. При цьому інформація про колір тієї або іншої ділянки поверхні зразка представляється у вигляді тризначного коду цього кольору, який визначається в колірному просторі RGB. Якщо в процесі пластичної деформації відбуваються орієнтаційні зміни окремих зерен або їх частин і, отже, зміна орієнтації рельєфу, який виникає на поверхні в результаті хімічного травлення, відносно пучка світла і реєструючого пристрою, то це призводить до зміни колірного зображення цих ділянок. Це дозволяє *in situ* у процесі пластичної деформації простежити не лише за зміною орієнтації зерен, як цілого, але і за орієнтаційними змінами в межах кожного зерна одночасно для усього зразка.

Метод дозволяє автоматично отримувати колірні орієнтаційні карти для усього зразка з розмірами робочої поверхні  $100 \times 20 \text{ мм}^2$  у процесі його деформації з періодом від 0,03 до 0,01 секунди залежно від WEB-камери, що використовується.

Схема реєстрації орієнтаційних, структурних і субструктурних змін *in situ* наведена на рис. 2.5.

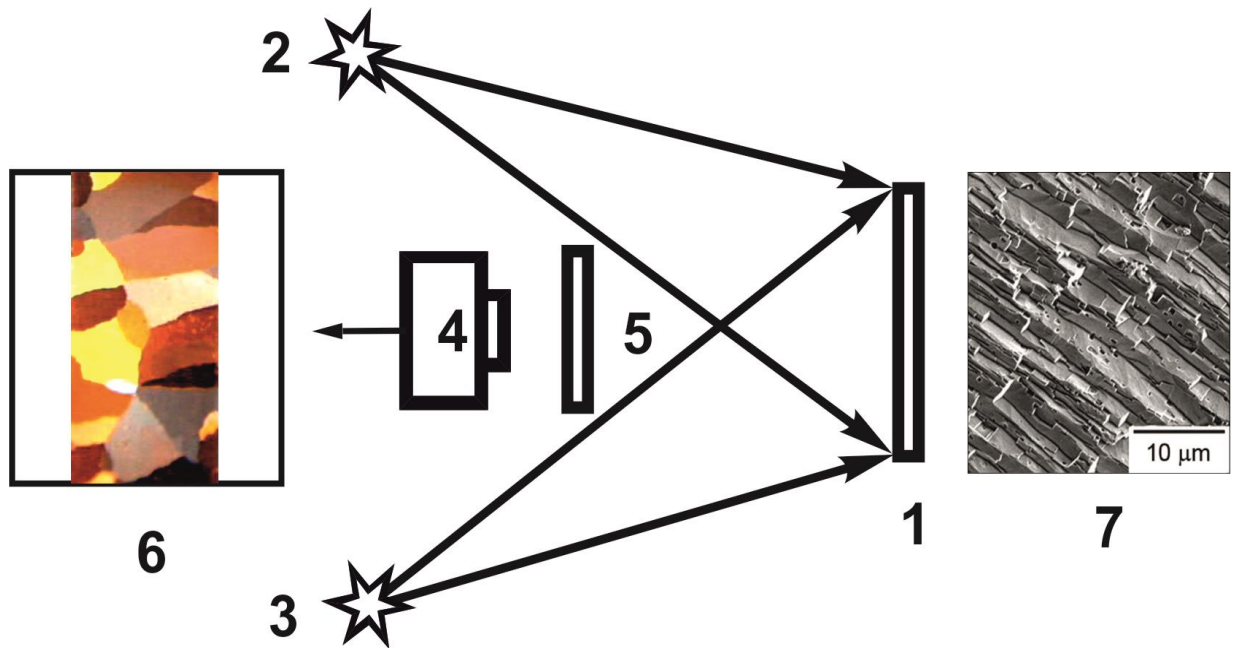


Рис. 2.5. Схема реєстрації орієнтаційних, структурних і субструктурних змін *in situ* у процесі пластичної деформації зразка: 1 – зразок; 2, 3 – джерела білого світла; 4 – WEB-камера; 5 – система лінз; 6 – колірна орієнтаційна карта (КОК) поверхні зразка алюмінію; 7 – квазіперіодичний рельєф, що виникає на поверхні одного із зерен полікристалічного зразка алюмінію після хімічного травлення [89].

На зразок 1 спрямовано біле світло від двох джерел: лампи розжарювання (17 В, 170 Вт) (2) і люмінесцентної лампи (ЛД20-2) (3). Реєстрація світла, що розсіюється поверхнею зразка, здійснюється за допомогою WEB-камери PC-CAM 300 (4), яка сполучена з комп'ютером. Для отримання (за необхідності) збільшеного зображення між зразком і камерою розміщувалася система лінз (5).

На рис. 2.6 наведені типові колірні орієнтаційні карти від ділянки поверхні зерна недеформованого двовимірного полікристалічного зразка алюмінію (а) і поверхні цієї ж ділянки після її деформування на 15 % (б)



Рис. 2.6. Типові колірні орієнтаційні карти від ділянки поверхні одного із зерен недеформованого двовимірного полікристалічного зразка алюмінію (*a*) і цієї ж ділянки поверхні зерна після деформування зразка на 15 % (*б*).

Перед деформацією поверхню зразка шліфували і полірували і на ній методом хімічного травлення протягом 15 с виявлявся квазіперіодичний рельєф. Експериментально встановлено, що такий час травлення є оптимальним для виявлення квазіперіодичного рельєфу поверхні в двовимірних полікристалах алюмінію, що досліджувались.

Експериментально показано, що ідентифікація кольору зображення будь-якої ділянки зразка з використанням простору кольорів RGB, який містить 16,7 млн. відтінків, може бути виконана лише за умови вибору одних і тих же джерел світла, системи реєстрації і взаємного розташування зразка, джерела світла і реєструючого пристрою. За таких умов похибка визначення кристалографічної орієнтації різних ділянок зразка не перевищує декількох градусів.

**2.2.3 Методика візуалізації субструктурної та орієнтаційної неоднорідності в окремих зернах полікристалічних зразків.** Колірні орієнтаційні карти від поверхні продеформованих зразків алюмінію (рис. 2.6. б) дають можливість лише якісно простежити за субструктурними і орієнтаційними змінами, що відбуваються у процесі пластичного деформування полікристалічних зразків. Лауеграмми, які були отримані від різних ділянок зразка в межах зерна до і після його деформування, не



виявляють помітну дезорієнтацію цих областей після деформації. Це є свідченням того, що спектр їх разорієнтацій не перевищує  $1 - 2^\circ$ . На рис. 2.7 наведена типова лауеграма, яка отримана від одного із зерен полікристала після його деформування на 26%. На ній можна знайти лише астеризм Лауе-п'ям, що свідчить про виникнення субзерен у зерні, які дезорієнтовані не більше, ніж на градус [95].

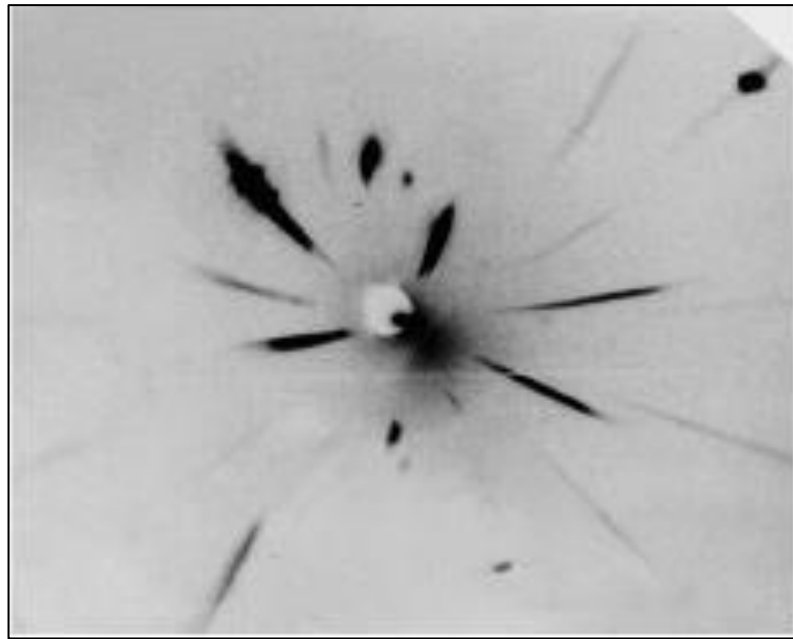


Рис. 2.7. Типова лауеграма, яка була отримана від зерна двовимірного полікристалічного зразка алюмінію після його деформування на 26%.

Таким чином, незважаючи на те, що отримані результати свідчать про виникнення у процесі пластичної деформації в зернах полікристалічного зразка орієнтаційної і субструктурної неоднорідності, вони не дозволяють визначити характеристики цієї неоднорідності для окремих зерен, з яких складається зразок, і їх зміни у процесі деформації зразка.

Слід зазначити, що колірна орієнтаційна карта поверхні полікристалічного зразка алюмінію реєструється в адитивному просторі кольорів RGB, що містить 16,7 мільйонів відтінків кольору і представляє

собою комбінацію відтінків трьох основних кольорів – червоного (R), зеленого (G) і синього (B). Кількість відтінків для кожного із зазначених кольорів становить 256. Така велика кількість відтінків кольору в просторі кольорів RGB не дозволяє візуалізувати ділянки поверхні зразка з певною разорієнтацією і однозначно встановити зв'язок між відтінком кольору зображення певної ділянки поверхні зразка і її кристалографічною орієнтацією.

Експериментально показано [96-98], що для візуалізації орієнтаційної і субструктурної неоднорідності кольорове зображення поверхні зразка або окремого зерна необхідно розглядати послідовно і незалежно у відтінках червоного, зеленого, синього кольорів або сірого, який складається з відтінків зазначених вище кольорів в однакових пропорціях.

Таке уявлення щодо колірної орієнтаційної карти поверхні зразка дозволяє: по-перше, встановити відповідність між відтінком кольору зображення будь-якої ділянки поверхні зразка і її кристалографічною орієнтацією; по-друге, візуалізувати ділянки поверхні зразка з різною кристалографічною орієнтацією; по-третє, визначати кількісні характеристики субструктурної та орієнтаційної неоднорідності і їх зміну *in situ* у процесі зовнішнього впливу на зразок. Параметром, що характеризує кристалографічну орієнтацію ділянки поверхні зразка, є номер відтінку  $n$  колірної зображення цієї ділянки з 256 можливих відтінків червоного, зеленого, синього або сірого кольорів.

На рис. 2.8. наведені результати програмної обробки цифрового зображення поверхні одного з зерен досліджуваного двовимірного полікристала алюмінію у відтінках червоного кольору до (а) і після деформування зразка на 26% (б) у вигляді графіків, де по осі ординат відкладена площа ( $S_n$ ) ділянки зерна у пікселях, усі точки якої мають однакову кристалографічну орієнтацію ( $n$ ).

Переведення пікселів в  $\text{мм}^2$  може бути виконано, якщо відомо розділення методу отримання колірних орієнтаційних карт, яке залежить від

розділення цифрової камери, що використовується, і відстані між поверхнею зразка і камерою.

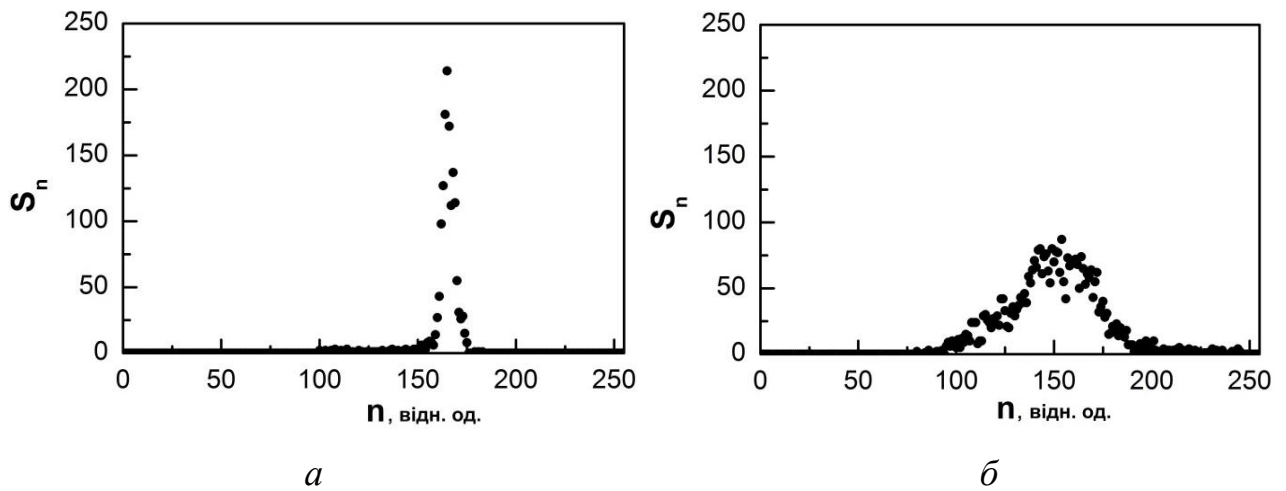


Рис. 2.8. Розподіл ділянок поверхні одного з зерен полікристала алюмінію за їх розміром  $S_n$  (у пікселях) і кристалографічною орієнтацією (відтінком кольору)  $n$  до (а) і після (б) деформування зразка на 26%.

При використанні WEB-камери Creative PC-CAM 300 і відстані між зразком і камерою 70 мм розділення вимірювальної системи при отриманні чіткого зображення поверхні зразка становить  $\sim 100$  пікселів у  $1 \text{ мм}^2$ . При використанні іншої (більш чутливої до кольору) камери можна досягти більш високої роздільної здатності.

На перший погляд, з рис. 2.8 видно, що у процесі пластичної деформації зразка в зерні відбувається помітна зміна розподілу субзеренної структури за розмірами, яка супроводжується зменшенням середнього розміру субзерен і збільшенням спектра разорієнтацій субзерен  $\Delta n$ . Більш детальний аналіз отриманих результатів показує, що це не завжди так. Значення  $S_n$  не завжди відповідають одному і тому ж субзерну, а можуть представляти собою суму площ субзерен з однією і тією ж кристалографічною орієнтацією  $n$ , але розкиданих по всій поверхні зерна. Ці субзерна неможливо ідентифікувати на колірній орієнтаційній карті поверхні

зерна, яка отримана у відтінках червоного (або іншого) кольору (рис. 2.6. б) через візуально невиразні відтінки кольору зображення різних субзерен.

Нижче описана методика візуалізації відтінків кольору, які нерозпізнані на колірному зображенні поверхні всього полікристалічного зразка або окремих його зерен, і визначення усіх необхідних характеристик субструктурної та орієнтаційної неоднорідності, її зміни *in situ* у процесі зовнішнього впливу на зразок.

Сутність методики полягає у заміні на колірних орієнтаційних картах (КОК) поверхні зразка візуально невиразних відтінків кольору на візуально помітні, які заздалегідь підібрані з колірного простору RGB.

Необхідною умовою застосування методу візуалізації субструктурної та орієнтаційної неоднорідності будь-якої ділянки поверхні кристалічного зразка є отримання колірної орієнтаційної карти у відтінках будь-якого з кольорів, які складають простір кольорів RGB, наприклад, червоного (рис.2.9).



Рис.2.9. Колірна орієнтаційна карта, яка отримана від одного з зерен двовимірного полікристалічного зразка алюмінію у відтінках червоного кольору.

Наступним етапом є отримання розподілу ділянок колірною зображення поверхні зерна з однаковим відтінком кольору за їх площами  $S_n$  (в пікселях) і відтінками червоного кольору  $n$  (рис.2.10).

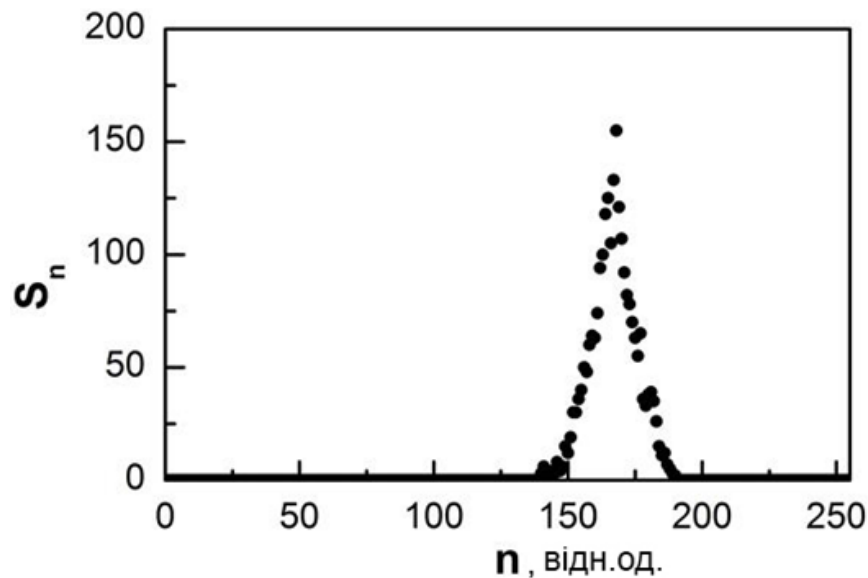








Рис. 2.10. Розподіл областей з однаковим відтінком кольору на колірній орієнтаційній карті за їх площею  $S_n$  (у пікселях) та відтінками червоного кольору  $n$ , для КОК, яка наведена на рис. 2.9.

Приклад візуалізації субзеренної та орієнтаційної неоднорідності поверхні одного з зерен полікристала алюмінію за даними рис. 2.10 представлений в таблиці 1, де наведена схема заміни візуально невиразних відтінків кольору на візуально помітні.

Таблиця 1

**Схема заміни візуально невиразних відтінків червоного кольору на колірних орієнтаційних картах поверхні одного з зерен полікристалічного зразка візуально помітними, які заздалегідь підібрані з колірного простору RGB ( $\Delta n = 10$ ).**

$S_n$ , pixel	n	Візуально невиразні відтінки	Візуально помітні відтінки	R, G, B
65	140 – 150			255, 0, 0
440	151 – 160			0, 255, 0
932	161 – 170			0, 0, 255
612	171 – 180			255, 255, 0
103	181 – 190			255, 0, 255

У першому стовбці таблиці 1 наведені розміри областей колірного зображення поверхні зерна в пікселях ( $S_n$ ) з певними значеннями відтінків червоного кольору, які наведені у другому стовбці ( $n$ ).

У третьому стовбці таблиці 1 наведені відтінки червоного кольору для всіх представлених в першому стовбці ділянок колірного зображення поверхні зерна. Результати, які наведені в цьому стовбці, показують, що колірне зображення усіх розглянутих ділянок візуально нерозрізане. У двох останніх стовбчиках наведені візуально різні відтінки, що заздалегідь підібрані з колірного простору RGB, і відповідні їм значення R, G і B. На рис. 2.11 наведена колірна орієнтаційна карта (рис. 2.9) після візуалізації на ній субструктурної і орієнтаційної неоднорідності.

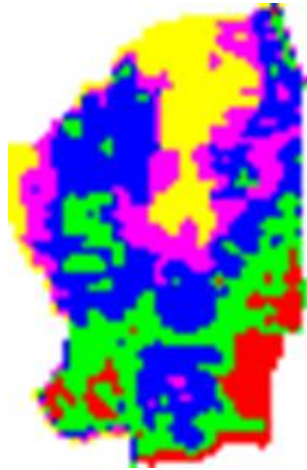


Рис. 2.11. Колірна орієнтаційна карта поверхні зерна, яке наведене на рис. 2.9, після заміни на ній візуально нерозрізнених відтінків кольору на заздалегідь підібрані візуально помітні.

Експериментальне визначення лінійного розділення методики візуалізації показало, що при використанні для реєстрації колірних орієнтаційних карт WEB-камери Logitech HD Pro Webcam C920 і робочій відстані між зразком та камерою 90 мм, воно не перевищує 5 мкм. Розроблена методика візуалізації не дозволяє визначити дезорієнтацію двох сусідніх ділянок зерна у кутових одиницях. Вона дозволяє визначити кристалографічну орієнтацію окремих ділянок зерна та їх дезорієнтацію в умовних одиницях  $n$  і  $\Delta n$ , де  $n$  – номер відтінку одного з кольорів, які складають простір RGB. Однак, з одного боку, можна однозначно сказати, що збільшення величини  $\Delta n = n_1 - n_2$ , де  $n_1$  і  $n_2$  умовна кристалографічна орієнтація двох сусідніх субзерен, свідчить про збільшення дезорієнтації цих субзерен та, навпаки, зміна значень  $n_1$  і  $n_2$  свідчить про зміну кристалографічної орієнтації субзерен. З іншого боку, були проведені спеціальні експериментальні дослідження щодо впливу розворотів зразка навколо кожного з трьох взаємно перпендикулярних напрямків, один з яких є нормаллю до поверхні зразка, на зміну колірної орієнтаційної карти, яка

отримана від цього зразка після її візуалізації. Ці результати наведено на рис. 2.12.

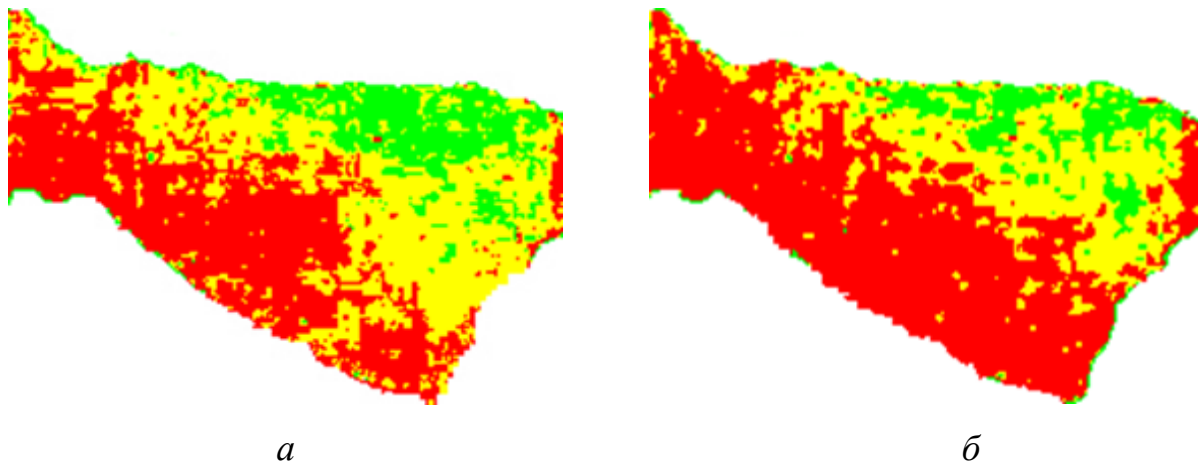


Рис. 2.12. Колірні орієнтаційні карти (після їх візуалізації), які одержані від поверхні одного з зерен двовимірного полікристала алюмінію до (а) та після (б) повороту зерна навколо нормалі до його поверхні на 5 кутових секунд.

Аналогічні результати були отримані й при повороті зразка навколо інших осей. Одержані результати свідчать про високу чутливість методики до зміни разорієнтацій ділянок зразка, які становлять кілька кутових секунд.

**2.2.4 Комп'ютерна методика автоматичного визначення кристалографічної орієнтації всіх зерен полікристалічного зразка, фактора Шміда для всіх систем ковзання та повної атестації всіх границь зерен.** При дослідженні закономірностей розвитку пластичної деформації та визначенні механічних характеристик монокристалічних зразків або окремих зерен полікристалів необхідною попередньою умовою є визначення їх кристалографічної орієнтації. Для цієї мети, як правило, використовується добре відомий рентгенівський метод Лауе [98]. Розшифровка лауєграм, де кожний рефлекс (Лауе-пляма) являє собою відображення від певної кристалографічної площини з індексами (hkl), дозволяє визначити кристалографічну орієнтацію монокристалічного зразка



або окремих зерен полікрystalа щодо основних напрямків у кристалі (для кубічних кристалів це [001], [110], [111]).

Традиційним та єдиним способом [99, 100] розшифровки лауєграми є побудова стереографічної проєкції нормалей до відбивальних площин з невідомими індексами (за даними лауєграми) та її порівняння з аналогічними стереографічними проєкціями нормалей до площин з відомими індексами, які заздалегідь побудовані для кристалів з різною кристаллографічною орієнтацією. Цей метод досить трудомісткий та не завжди дає однозначні результати.

У праці [101] запропонована методика, що виключає побудову стереографічної проєкції нормалей до відбивальних площин. Алгоритм застосування цієї методики – геометричне визначення кутів між відбивальними площинами з урахуванням умов отримання лауєграми і порівняння їх з кутами між напрямками в кристалічній ґратці з відомими індексами. Ця методика істотно спрощує процедуру індиціювання лауєграми, однак вона не дозволяє повністю автоматизувати методику визначення кристаллографічної орієнтації досліджуваного зразка – монокристалла.

У дисертаційній роботі запропоновано комп'ютерну методику індиціювання лауєграми та визначення кристаллографічної орієнтації зерна щодо основних напрямків у кристалі, фактора Шміда для всіх систем ковзання, повної атестації границь зерен [102]. Сутність даної комп'ютерної методики полягає у такому.

Попереднім етапом методики є сканування отриманої лауєграми, її редагування з метою виявлення слабких рефлексів та збереження в одному з файлів. На рис.2.13, в якості прикладу, наведена лауєграма до редагування (а) та після редагування (б).

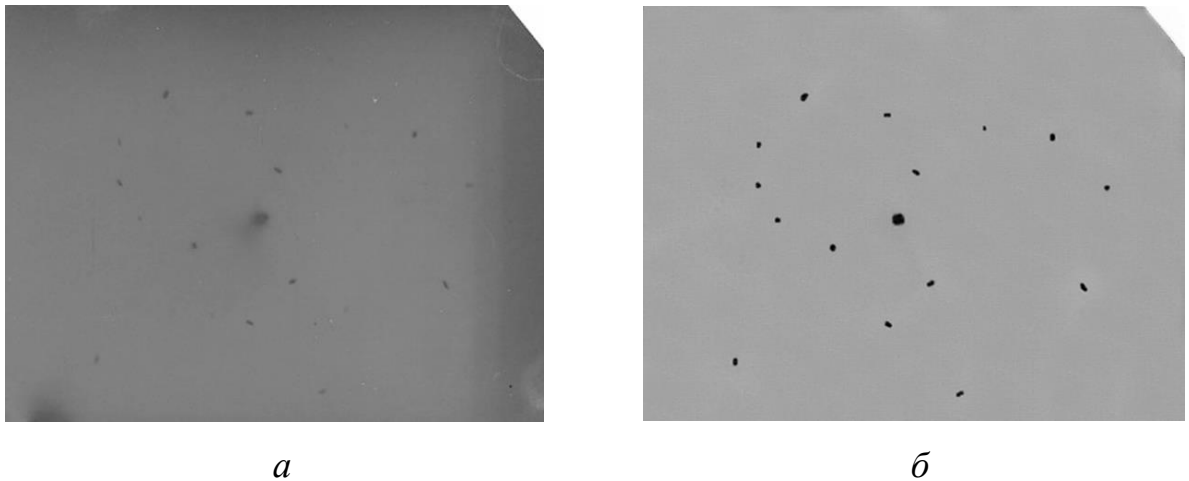


Рис. 2.13. Зображення відсканованої (а) та відредагованої (б) лауєграми, яка одержана від одного з зерен полікристала алюмінію.

Далі вводиться ортогональна система координатних осей  $XUZ$ , де  $X$  – внапрямок осі розтягування (нижній край плівки), а  $Z$  – напрямок протилежний рентгенівському пучку та проводиться нумерація рефлексів лауєграми ( $n$ ) та її центру ( $C$ ) (рис. 2.14).

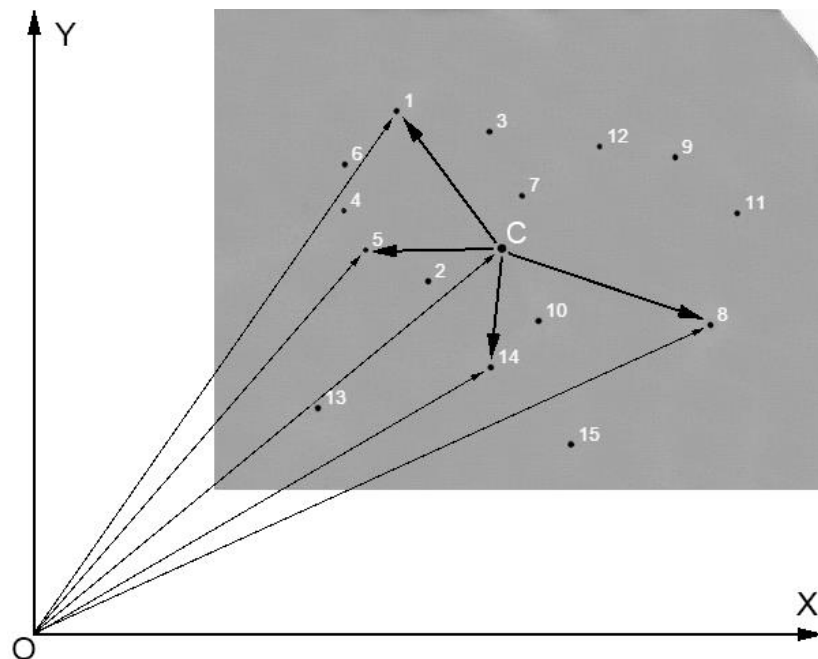


Рис. 2.14. Схема побудови радіус-векторів  $\vec{OP}$ ,  $\vec{OC}$  і  $\vec{CP}$ .

Наступним етапом є визначення радіус-векторів лауе-плям  $\vec{oc}$  і  $\vec{os}$ , векторів  $\vec{cn}$  ( $\vec{cn} = \vec{oc} - \vec{os}$ ), їх координат (рис. 2.13) та визначення одиничних векторів нормалей до відбивальних площин ( $\vec{P}_n$ ) для Лауе-плям. Схема цього визначення наведена на рисунку 2.15.

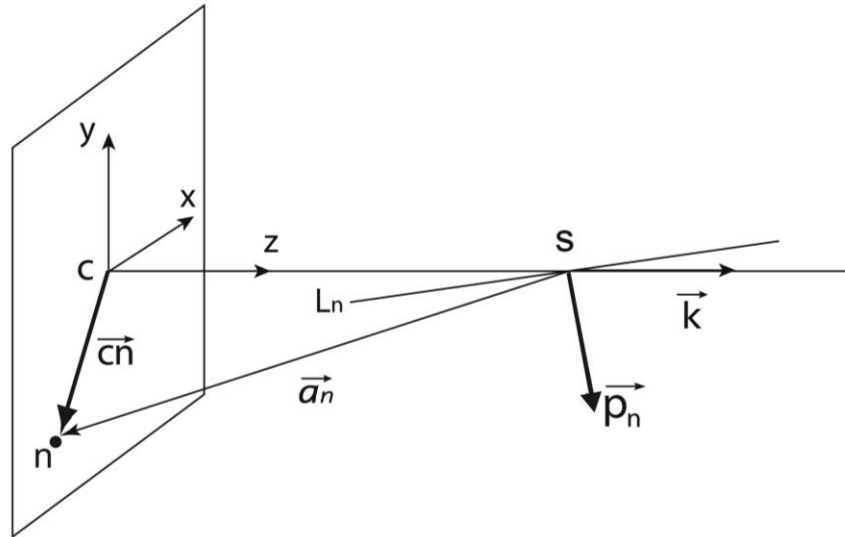


Рис. 2.15. Схема побудови одиничних векторів нормалей  $\vec{P}_n$  до відбивальних площин: S – зразок;  $L_n$  – відбивальна площина, n – Лауе-пляма,  $\vec{k}$  – одиничний орт осі Z.

Із рисунка 2.15 видно що, якщо відома відстань зразок – плівка (H), то одиничний вектор нормалі  $\vec{P}_n$  до відбивальної площини  $L_n$  можна визначити за формулою:

$$\vec{P}_n = \frac{1}{\left| \frac{\vec{a}_n}{|\vec{a}_n|} + \vec{k} \right|} \left( \frac{\vec{a}_n}{|\vec{a}_n|} + \vec{k} \right), \quad (2.1)$$

де  $\vec{a}_n = \vec{cn} - H \cdot \vec{k}$ ,  $\vec{k}$  – одиничний орт осі Z, n – номер Лауе-плями.

Наступним етапом є визначення аналогічних одиничних радіус-векторів  $\vec{P}_{hkl}$  для площин з відомими індексами (hkl) для досліджуваного кристала:

$$\vec{P}_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix}, \text{ де } h, k, l = 0, \pm 1, \pm 2, \dots, \pm n. \quad (2.2)$$

Останнім етапом методики є графічна побудова одиничних радіус-векторів  $\vec{P}_n$  та  $\vec{P}_{hkl}$  (рис. 2.16 а, б, в) з одним центром.

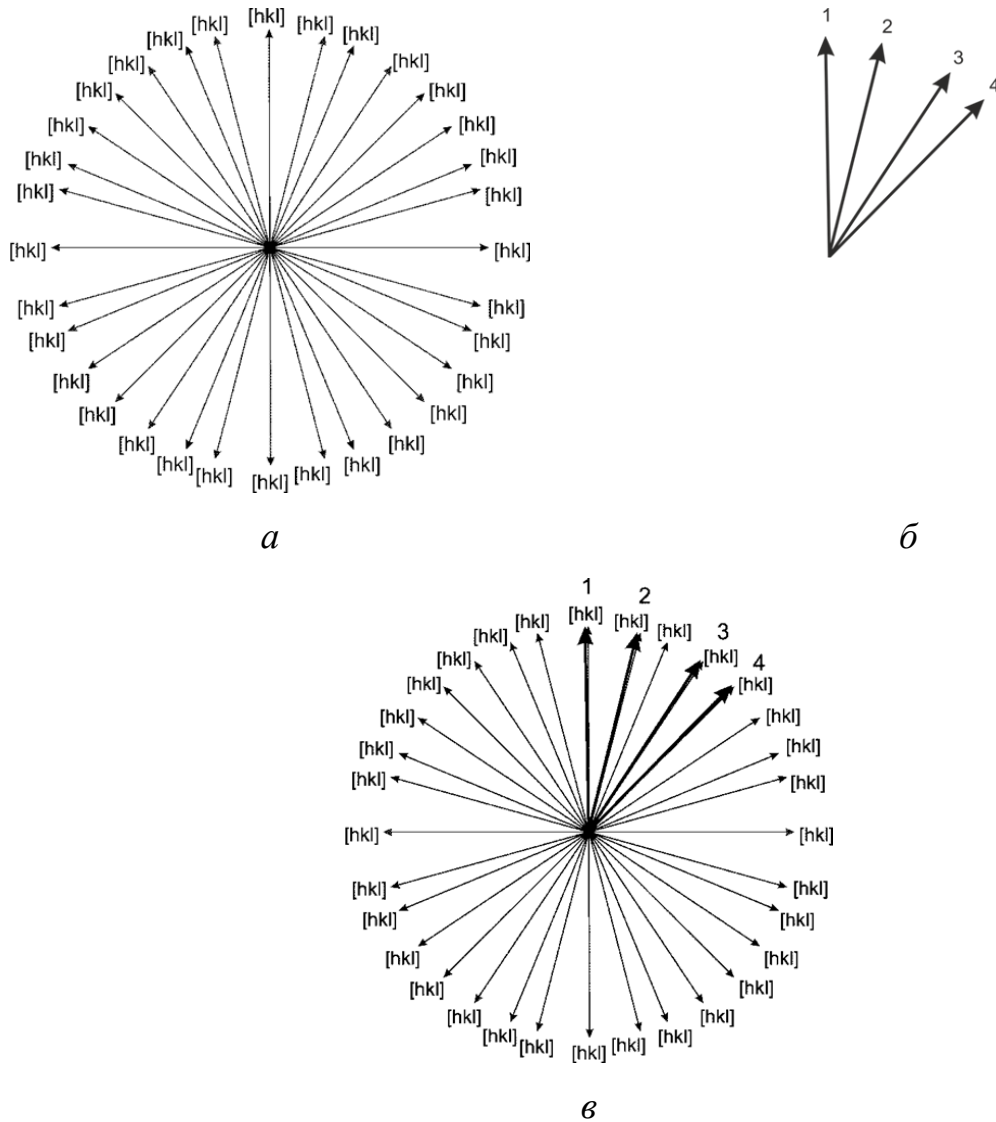


Рис. 2.16. Одиничні радіус-вектори нормалей до кристалографічних площин з відомими індексами  $\vec{P}_{hkl}$  (а), відбивальних площин  $\vec{P}_n$  (за даними лауеграми) (б) та результати їх порівняння (в).

Комп'ютерна програма дозволяє знайти оптимальне взаємне розташування спектрів векторів  $\vec{P}_n$  і  $\vec{P}_{hkl}$  у просторі, що приводить до збігу

векторів  $\vec{P}_n$  з частиною векторів  $\vec{P}_{hkl}$ , і, таким чином, дозволяє кожній Лаує-плямі приписати індекси відбивальної площини (hkl) (рис. 2.17).

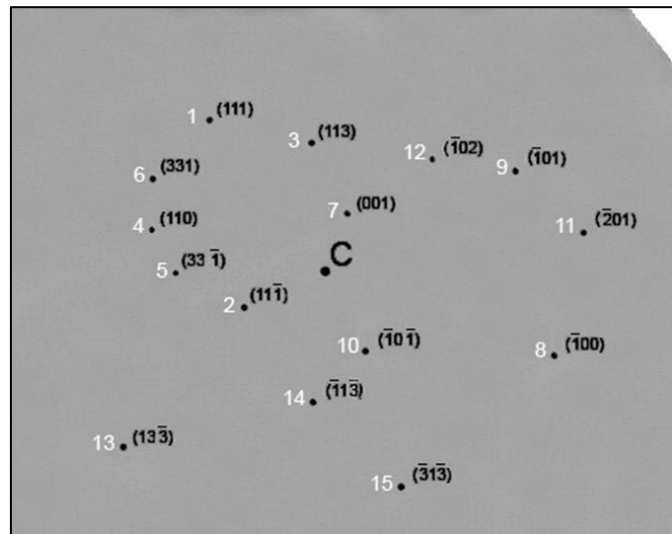


Рис. 2.17. Результати індиціювання лауєграми.

Якщо на лауєграмі не виявляються рефлекси від кристалографічних площин, нормалі до яких є основними кристалографічними напрямками, то вони визначаються за результатами індиціювання лауєграми з урахуванням відомих кутових співвідношень у кристалічній ґратці між напрямками. Визначення векторів  $\vec{P}_{100}$ ,  $\vec{P}_{110}$ ,  $\vec{P}_{111}$  в системі X, Y, Z, яка пов'язана з кристалом, дозволяє визначити кутові співвідношення між X, Y, Z та  $\vec{P}_{100}$ ,  $\vec{P}_{110}$ ,  $\vec{P}_{111}$  (табл. 2).

Таблиця 2

### Кристалографічна орієнтація зерна

	[100]	[110]	[111]
X	32	24	20
Y	19	28	31
Z	24	35	23

Використовуючи співвідношення для визначення фактора Шміда ( $m = \cos\alpha \cdot \cos\varphi$ , де  $\alpha$  – кут між напрямком осі розтягу та площиною ковзання,  $\varphi$  – кут між нормаллю до площини ковзання та напрямком осі розтягу) (рис. 2.18) можна визначити значення фактора Шміда для всіх систем ковзання (табл.4):  $(\bar{1}11)[0\bar{1}1]$ ,  $(\bar{1}11)[101]$ ,  $(\bar{1}11)[\bar{1}\bar{1}0]$ ,  $(\bar{1}\bar{1}1)[1\bar{1}0]$ ,  $(\bar{1}\bar{1}1)[101]$ ,  $(\bar{1}\bar{1}1)[011]$ ,  $(111)[\bar{1}01]$ ,  $(111)[0\bar{1}1]$ ,  $(111)[1\bar{1}0]$ ,  $(1\bar{1}1)[\bar{1}01]$ ,  $(1\bar{1}1)[011]$ ,  $(1\bar{1}1)[\bar{1}\bar{1}0]$ .

Таблиця 3

### Фактори Шміда

Система ковзання	1	2	3	4	5	6
Фактор Шміда	0,46	0,37	0,35	0,30	0,27	0,21
Система ковзання	7	8	9	10	11	12
Фактор Шміда	0,17	0,16	0,09	0,06	0,05	0,01

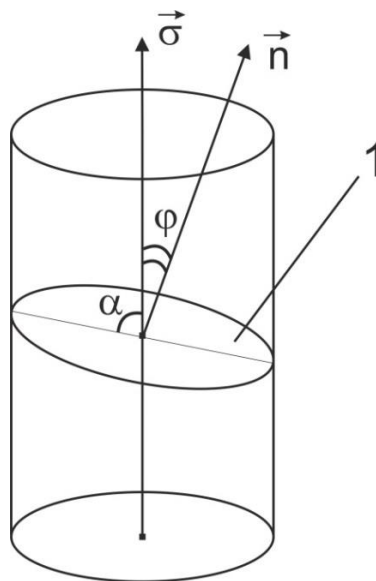


Рис. 2.18. Схема визначення фактора Шміда [14]:  $\vec{\sigma}$  – вісь розтягу зразка; 1 – площина ковзання (одна з площин  $\{111\}$ );  $\vec{n}$  – нормаль до площини ковзання;  $\varphi$  – кут між нормаллю до площини ковзання та напрямком осі розтягу;  $\alpha$  – кут між напрямком осі розтягу та площиною ковзання.

Визначення кристалографічної орієнтації двох зерен щодо однієї й тієї ж лабораторної системи координат, яка пов'язана зі зразком, дозволяє з використанням розробленої програми визначити 24 можливих для кубічної системи матриці розвороту одного зерна щодо іншого та вибрати з них таку, щоб кут дезорієнтації був мінімальний, та визначити вісь розвороту  $[u_1, u_2, u_3]$ , яка відповідає цьому куту дезорієнтації. За результатами цих визначень досліджувана границя розділу двох зерен може бути віднесена до границь загального або спеціального типу, або, з урахуванням критерію Брендона [103] до границь, близьких до спеціальних. В якості лабораторної системи координат використовується напрямок уздовж осі розтягу, який перпендикулярний площині зразка, та напрямок, що лежить в площині зразка і напрямок, який перпендикулярний першим двом.

## Висновки до розділу 2

1. Розроблено методику рекристалізації двовимірних зразків алюмінію та міді з метою отримання у зразках алюмінію "крупнозернистої" структури, що містить тільки наскрізні границі зерен, а в зразках міді – різного типу границі: спеціальні та двійникові.

2. Розроблено методику візуалізації субструктурної та орієнтаційної неоднорідності усіх зерен, які складають досліджувані полікристалічні зразки, і визначення всіх необхідних характеристик цієї неоднорідності. Методика візуалізації складається з двох етапів. Спочатку колірні орієнтаційні карти, які отримані у просторі кольорів RGB, розглядаються послідовно і незалежно у відтінках червоного, синього і зеленого кольорів, що складають простір кольорів RGB. Це дає можливість для кожного з зерен отримати розподіл субзерен за розмірами і кристалографічною орієнтацією. Наступним етапом методу візуалізації є заміна візуально нерозрізнених відтінків кольору на клірних орієнтаційних картах на візуально помітні, які заздалегідь підібрані з простору кольорів RGB. Це дозволяє збільшити кутове і лінійне розділення методики.

3. Розроблена комп'ютерна методика, що дозволяє індиціювати лауеграми, визначати кристалографічну орієнтацію окремих зерен крупнозернистого полікристалічного зразка щодо основних напрямків у кристалі, фактор Шміда для всіх систем ковзання і тип границь зерен. Особливостями цієї методики є практично автоматична обробка лауеграми без використання стереографічних проекцій шляхом порівняння одиничних векторів нормалей до відбивальних площин (за даними лауеграми) і аналогічних одиничних векторів нормалей до можливих відбивальних площин.

Описані в розділі 2 методичні розробки опубліковані у працях [90-92, 96-98, 102].



### РОЗДІЛ 3

## СУБСТРУКТУРНА ТА ОРІЄНТАЦІЙНА НЕОДНОРІДНІСТЬ ДВОВИМІРНИХ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ ЗРАЗКІВ АЛЮМІНІЮ І ЇЇ ЗМІНА У ПРОЦЕСІ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ

### 3.1 Субзерена та орієнтаційна неоднорідність різних зерен досліджуваних двовимірних полікристалів до їх деформування

При проведенні досліджень, спрямованих на встановлення фізичних закономірностей розвитку пластичної деформації кристалічних матеріалів та структурних і субструктурних змін, що відбуваються у ході пластичної деформації, необхідною умовою є інформація про аналогічну характеристику зразків до їх деформування. Ця необхідність в даних дослідженнях викликана й тому, що для приготування зразків використовувався метод, який включає ряд дій – відпал, попередня деформація, рекристалізаційний відпал. Це не дає підставу вважати, що структура і субструктура всіх отриманих і в подальшому досліджених зразків є ідентичною. Для досліджень було виготовлено більше 50 "крупнокристалічних" зразків алюмінію, кожен з яких містить  $\approx 10 - 15$  зерен. Для кожного зерна за методом Лауе визначали кристалографічну орієнтацію і проводили повну атестацію всіх границь зерен. Для кожного зразка вище зазначеним методом [89-94] реєстрували колірну орієнтаційну карту і застосовували метод візуалізації [96, 97] структурної та орієнтаційної неоднорідності в межах кожного зерна. Із більш ніж двохсот досліджених границь зерен тільки 5% становили спеціальні границі зерен або близькі до них з урахуванням критерію Брендона [103], 2% – малокутові границі, а решта – границі загального типу. Що стосується субзереної структури, то вона відрізняється за формою субзерен, розмірами і кристалографічною орієнтацією. Для певної частини зерен в різних ділянках була визначена кристалографічна орієнтація за методом Лауе [97-100]. В межах похибки методу Лауе ( $1 - 2^\circ$ ) кристалографічна орієнтація різних

ділянок одного й того ж зерна виявилася однаковою. Визначення субструктурної та орієнтаційної неоднорідності за колірними орієнтаційними картами за допомогою методу візуалізації показує, що всі зерна в досліджених двовимірних полікристалічних зразках алюмінію до їх деформування є субструктурно неоднорідними. На рис. 3.1 наведені види типової субструктури різних зерен двовимірних полікристалічних зразків алюмінію до їх деформування.

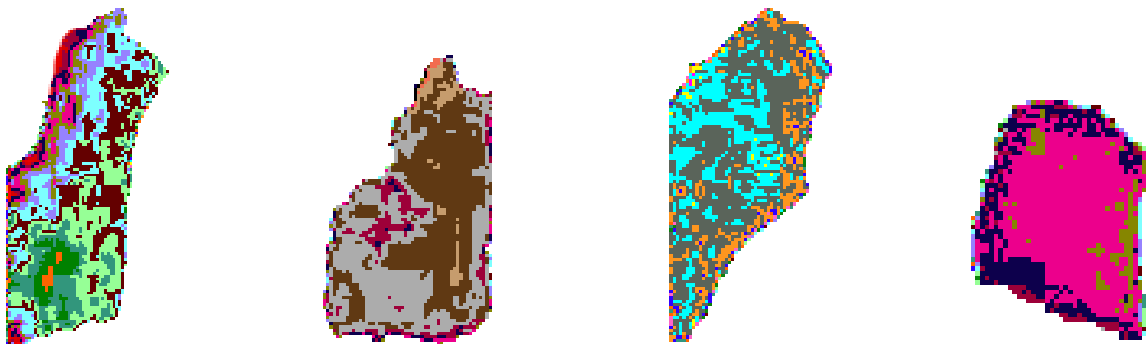


Рис. 3.1 Види типової субструктури в різних зернах двовимірних полікристалічних зразків алюмінію до їх деформування.

Звертає на себе увагу різна форма субзерен і їх розміри, але основним результатом цих досліджень є незначна дезорієнтація субзерен. Спектр дезорієнтації субзерен в межах зерна для всіх досліджених зерен і зразків не перевищує  $\Delta n = 50$ .

### **3.2 Хаотична зміна розмірів, орієнтації субзерен і форми субзерених границь та субструктурні зміни на ранній стадії пластичної деформації полікристалічних зразків**

Використання методу реєстрації колірних орієнтаційних карт [89-94], які отримані від поверхні зразка, і їх візуалізації для визначення субструктурної неоднорідності на поверхні різних зерен полікристалічних

зразків дозволило визначити механізми релаксації напруженого стану, що виникає в полікристалічних зразках алюмінію на ранніх стадіях пластичної деформації.

Так, при деформації практично усіх досліджених зразків на величину, що не перевищує  $\approx 0,1\%$ , проявляється ефект субструктурних змін як спосіб релаксації напруженого стану зразка при його вирівнюванні [104, 105].

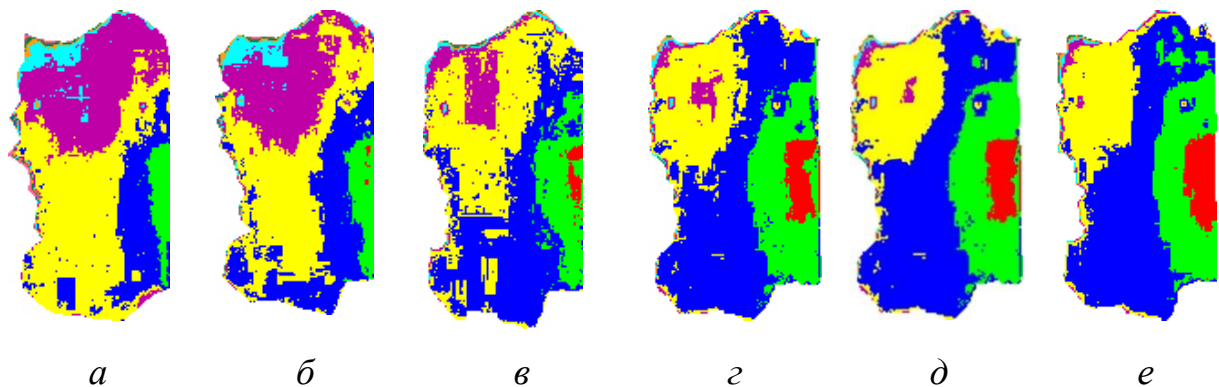


Рис. 3.2. Характерні види субструктурної та орієнтаційної неоднорідності одного з зерен двовимірного полікристалічного зразка алюмінію на різних етапах його деформування:  $a - \varepsilon = 0\%$ ;  $b - \varepsilon = 0,04\%$ ;  $c - \varepsilon = 0,08\%$ ;  $d - \varepsilon = 0,1\%$ ;  $e - \varepsilon = 0,2\%$ ;  $f - \varepsilon = 0,6\%$ .

На рис.3.2 наведено приклади кольорних орієнтаційних карт, які отримані від поверхні одного з зерен полікристалічного зразка алюмінію у процесі деформування зразка до  $0,6\%$  після візуалізації на них неоднорідностей кольорного зображення, що характеризують субструктурну і орієнтаційну неоднорідність зерна. Аналіз виду цих карт дає підстави стверджувати, що орієнтаційні зміни, які відбуваються у зерні при деформації не більше  $0,1\%$ , за своїм характером принципово відрізняються від орієнтаційних змін, що мають місце при деформації  $\varepsilon > 0,1\%$ .

КОК, які отримані від поверхні зерна при  $\varepsilon = 0,04\% - 0,1\%$ , і їх візуалізація показують, що у процесі деформування розміри областей поверхні зразка з однією й тією ж орієнтацією змінюються, однак якісно розподіл кольору на зображенні поверхні зерна залишається незмінним. При

деформації  $\epsilon > 0,1$  % відбувається не тільки зміна розмірів областей поверхні зерна з певною орієнтацією, а й виникнення областей поверхні з новою кристалографічною орієнтацією. Величина критичної деформації  $\epsilon_{кр}$ , яка відповідає закінченню процесу вирівнювання зразка, в залежності від дослідженого зразка і зерна змінюється в межах від 0,1 до 0,2 %.

При досягненні деформації  $\epsilon \approx 5$  % відбувається субзерена і орієнтаційна перебудова в зернах зразка, характер якої досить різноманітний. У кінцевому підсумку субструктурні та орієнтаційні зміни можуть привести до зміцнення зразка, виникнення на деформаційній кривій "стрибків" деформуєчого напруження, збільшення локальної пластичної деформації зерна, фрагментації, виникнення й розвитку тріщини та ін.

Пластична деформація кристалічних матеріалів супроводжується виникненням і розвитком субструктурної неоднорідності, яка відображається на поверхні зразка орієнтаційною неоднорідністю, що є відображенням локалізації пластичної деформації у глибині кристала. Таким чином, інформація про розподіл ділянок з різною орієнтацією на поверхні досліджуваних зразків і виявлення характерних особливостей його формування має важливе значення для встановлення зв'язку з дислокаційною структурою всередині зразків.

У працях [106-109] з використанням скануючої атомно-силової та тунельної мікроскопії показано, що у процесі деформування поверхня кристалічного зразка "дихає". Окремі кристалічні блоки мікроскопічних розмірів то піднімаються над поверхнею, то опускаються, а їх розміри змінюються (збільшуються чи зменшуються). Цей ефект прийнято називати динамічним хаосом.

Аналогічний ефект було виявлено на ранніх стадіях пластичної деформації двовимірних полікристалічних зразків алюмінію при дослідженні субструктурної та орієнтаційної неоднорідності поверхні окремих зерен *in situ* у процесі деформування з використанням вище наведеної високочутливої до таких змін методики візуалізації [105].

Використання методу візуалізації колірних орієнтаційних карт з найвищим кутовим розділенням ( $\Delta n = 1$ ) дало можливість експериментально виявити на ранніх стадіях пластичної деформації ( $\varepsilon \leq 5\%$ ) двовимірних полікристалічних зразків алюмінію хаотичну зміну розмірів субзерен, їх кристалографічної орієнтації та форми субзерених границь [105]. Як правило, це стосується до субзерен, розміри яких значно менші за товщину зразка.

У процесі пластичної деформації відбувається "розсипання" [110] границь блоків і поява нових субзерених границь. Під час досягнення величини відносної деформації  $\approx 5 - 10\%$  формується відносно стійка субзеренна субструктура, яка, в кінцевому підсумку, й визначає закономірності подальшого розвитку пластичної деформації і характер руйнування зразка.

У таблиці 4, як приклад, наведено фрагмент інформації про зміну площі (у пікселях) по-різному орієнтованих субзерен і їх орієнтації для одного із зерен полікристалічного зразка алюмінію в процесі його деформування, який свідчить про хаотичний характер зміни субструктури.

Таблиця 4.

**Зміна розмірів (площі) субзерен (у пікселях) в залежності від умовної кристалографічної орієнтації  $n$  і величини відносної деформації зразків  $\varepsilon$ .**

$\varepsilon, \% / n$	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50
0,5	-	-	10	5	-	17	25	10	10	27
1,0	-	-	15	7	-	25	10	20	-	40
1,5	-	-	5	-	10	30	12	7	-	52
2,0	-	-	20	12	-	35	18	15	-	67
2,5	-	-	10	20	-	40	35	40	5	80
3,0	-	-	25	30	-	50	60	45	7	96

### 3.3 Фрагментація субзеренної структури окремих зерен двовимірною полікристалічного зразка алюмінію у процесі пластичної деформації

У цьому підрозділі розглянуті процеси, які приводять до фрагментації структури в окремих зернах двовимірних полікристалічних зразків алюмінію.

На рис. 3.3 наведені результати досліджень субструктурних змін, що відбуваються в одному із зерен полікристалічного зразка алюмінію після його деформування на 17 %. Результати, що наведені на рис.3.3, показують, що в зерні до деформування зразка виявляється субзеренна структура з вузьким спектром умовної разорієнтації  $\Delta n = 20$  (рис.3.3 *a*). Середній розмір субзерен становить  $\approx 40$  мкм.

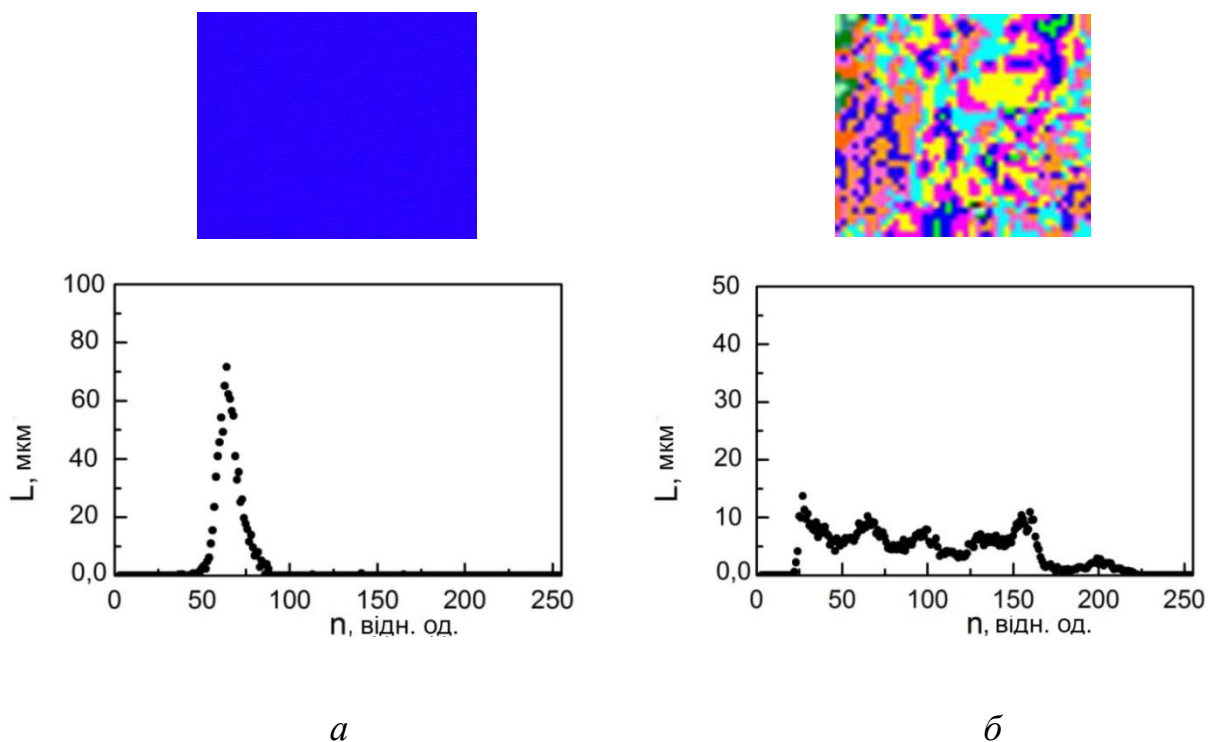


Рис.3.3. Колірні орієнтаційні карти однієї й тієї ж ділянки поверхні для одного з зерен полікристалічного зразка алюмінію після візуалізації ( $\Delta n = 20$ ) на ній фрагментованої структури та криві розподілу субзерен за розмірами та умовною кристалграфічною орієнтацією, що відповідають цим ділянкам: *a* – до деформування зразка; *б* – після деформації зразка на 17 %.

Деформація зразка на 17% приводить до фрагментації субзеренної структури (рис.3.3 б). Середній розмір субзерен зменшується до значень  $\approx 5$  мкм, а спектр разорієнтацій збільшується в 10 разів [105]. Наявність такої субструктури в зерні призводить до астеризму Лаує-плям на рентгенограмах (рис. 3.4).

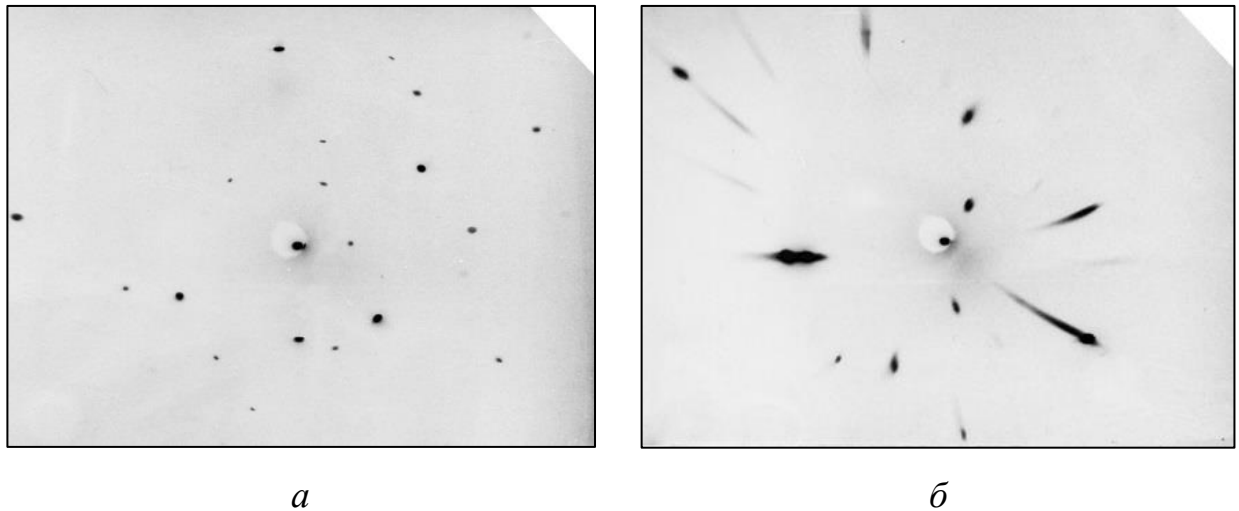


Рис. 3.4. Лауєграми, які одержані від недеформованого полікристалічного зразка алюмінію (*a*) і після його деформування на 17% (*б*) (область дослідження наведена на рис.3.3 *a, б*).

Для пояснення можливих причин виникнення фрагментації субзеренної структури були визначені кристалографічна орієнтація зерна по відношенню до осі розтягу і значення фактора Шміда для всіх систем ковзання (рис. 3.5). Кристалографічна орієнтація осі розтягу зразка алюмінію виявилася близькою до сторони основного кристалографічного трикутника « $[100]$  –  $[111]$ ».

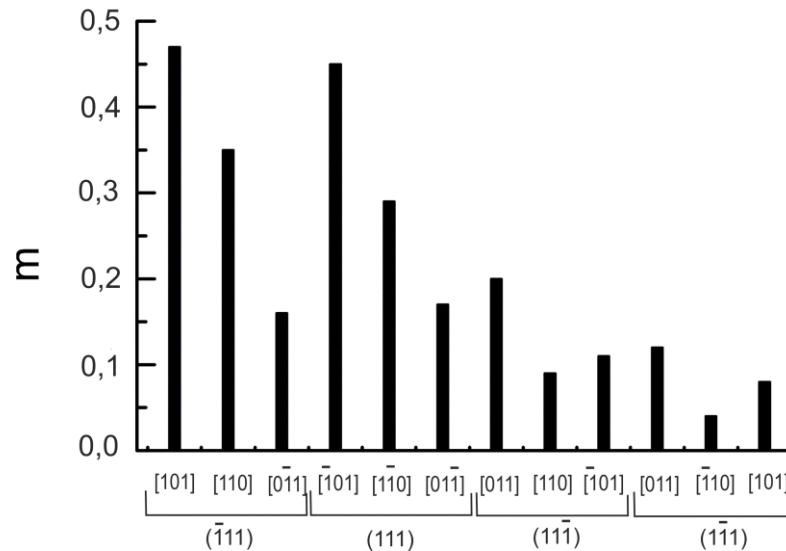


Рис. 3.5. Розподіл значень фактора Шміда ( $m$ ) для всіх систем ковзання.

Із рис. 3.5 виходить, що найбільш навантаженою є система ковзання  $(\bar{1}11)[101]$ . Величина фактора Шміда для цієї системи ковзання становить 0,47. Фактор Шміда для сполученої системи  $(111)[\bar{1}01]$  практично не відрізняється від первинної системи. Це забезпечує швидке підключення до первинної системи ковзання вторинної (сполученої)  $[111]$ . При такій геометрії ковзання в зерні виникає фрагментована структура  $[105]$ .

### **3.4 Вплив субструктурних змін, які відбуваються у ході пластичної деформації полікристалічних зразків алюмінію, на форму деформаційної кривої**

У ході проведення експериментів за темою дисертаційної роботи було досліджено понад 20 "крупнокристалічних" зразків алюмінію з розміром зерна 10-15 мм. Експериментально виявлено, що для всіх досліджуваних зразків деформаційні криві мають параболічну форму. Причиною цього може бути специфічність досліджених зразків. Всі зразки є двовимірними полікристалами, що містять тільки наскрізні границі зерен. У таких зразках через відсутність обмеженості при їх деформації в напрямку,



перпендикулярному поверхні зразка, ротаційні ефекти можуть істотним чином впливати на механізми та закономірності пластичної деформації.

У "крупнокристалічних" зразках алюмінію ( $\bar{d} > 10$  мкм) при використанні розробленої методики дослідження ротаційних і орієнтаційних змін *in situ* в процесі деформування зразків вдалося виявити "стрибки" деформаційного напруження. Показано, що причиною таких "стрибків" є виникнення і швидкий розвиток ділянок переорієнтації, які перетинають усе зерно [105].

На рис. 3.6 наведено типову деформаційну криву (а) полікристалічного зразка алюмінію ( $\bar{d} = 15$  мкм), що виявляє "стрибок" деформуючого напруження при досягненні ступеню відносної деформації зразка  $\approx 7\%$ , і відповідна цій деформації колірною орієнтаційною картою після візуалізації (б) поверхні одного з зерен зразка з яскраво вираженою широкою ділянкою переорієнтації, яка перетинає все зерно.

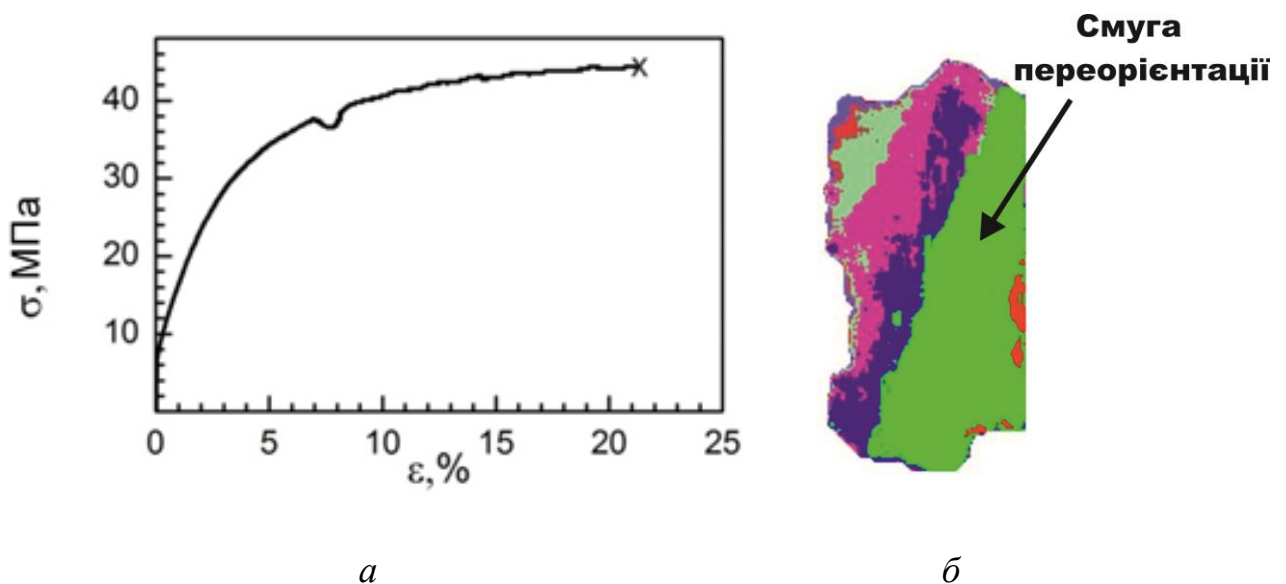


Рис. 3.6. Типова деформаційна крива для двовимірного "крупнокристалічного" зразка алюмінію (а) та колірною орієнтаційною картою поверхні одного з його зерен після її візуалізації (б), що відповідає ступеню відносної деформації зразка  $\varepsilon \approx 7\%$ .

Експериментальна методика [96, 97] дозволила оцінити час розвитку ділянки переорієнтації. Встановлено, що він не перевищує декількох секунд. При такій швидкості розвитку, мабуть, не встигає відбуватися релаксація напруженого стану в зерні, що призводить до "стрибка" деформуючого напруження.

### 3.5 Субструктурна, орієнтаційна неоднорідність та тріщини

Субструктурні та орієнтаційні зміни, які супроводжують пластичну деформацію полікристалічних зразків, досить різноманітні. У межах одного й того ж полікристалічного зразка в зернах, з яких воно складається, можуть відбуватися різні за характером і закономірностями розвитку субструктурні та орієнтаційні зміни. Зокрема, можливі субструктурні і орієнтаційні зміни, які призводять до виникнення в зерні тріщини [112-118]. Нижче наведено один із прикладів виникнення й розвитку тріщини як результат субструктурних і орієнтаційних змін (рис. 3.7).

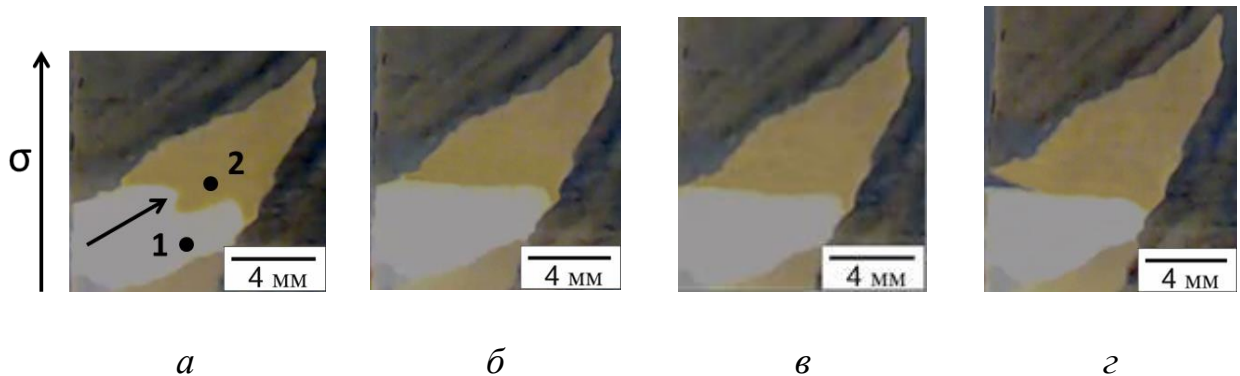


Рис.3.7. Колірні орієнтаційні карти, які отримані від ділянки двовимірного полікристалічного зразка алюмінію до деформування (а) та після його деформування на 9% (б), 10% (в) та 11% (г) (точками 1 та 2 позначені ділянки, від яких були отримані рентгенограми).

Одна з субзеренних границь (на рис. 3.7. *a* вона вказана стрілкою) до деформування зразка є звивистою. Підтвердженням того, що границя між ділянками зерен 1-2 є субзеренною є однаковий вид лауеграм, які одержані від обох цих ділянок. У процесі деформування зразка субзерена границя вирівнюється (рис.3.7. *б*) та переміщується на край зразка (рис.3.7. *в*). На рис. 3.8. видно, що переміщення границі супроводжується збільшенням дезорієнтації  $\Delta\eta$  на цій границі. На тій ділянці, де границя перетинає край зразка, утворюється тріщина (рис. 3.7. *г*), розвиток якої відбувається уздовж границі субзерна [104].

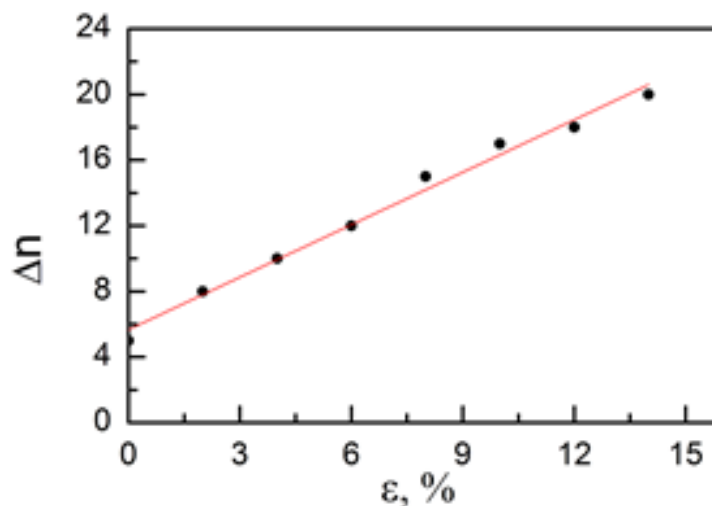


Рис. 3.8. Залежність зміни дезорієнтації на субзеренній границі в ході деформації двовимірного полікристалічного зразка алюмінію від ступеню деформації.

Ще один з прикладів, що ілюструє субструктурні та орієнтаційні зміни, які передують виникненню тріщини в зразку, наведено на колірних орієнтаційних картах, що отримані від ділянки полікристалічного зразка алюмінію, яка містить п'ять зерен, *in situ* в процесі його деформування, представлений на рис.3.9.

Визначення кристалографічної орієнтації для всіх п'яти зерен і проведення атестації всіх границь зерен показало, що із семи границь зерен –

чотири границі, з урахуванням критерію Брендона [103], близькі до спеціальних. Це границі "1 – 2", "2 – 3", "3 – 4" и "4 – 5". Границі "1 – 5", "1 – 3" виявилися границями загального типу, а границя "3 – 5" малокутовою.

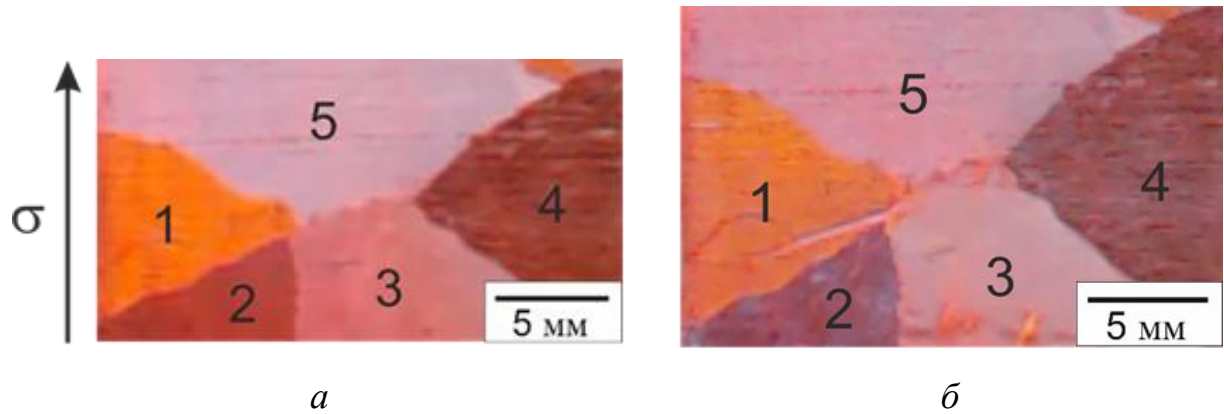


Рис.3.9. Колірні орієнтаційні карти для однієї й тієї ж самої ділянки зразка алюмінію до (а) і після його деформування на 27 % (б).

Характерним для цієї області зразка є виявлений ефект "розсіпання" в процесі деформування двох границь зерен - малокутової "3 – 5" й границі загального типу "1 – 3" [105]. "Розсіпання" першої границі зерен супроводжується зменшенням кута разорієнтації зерен, причому, це зменшення в основному відбувається через зміни кристалографічної орієнтації зерна 3. На колірній орієнтаційній карті, яка отримана від поверхні зразка після його деформування, колірні відтінки зображення поверхні двох зерен практично неможливо розрізнити. Про це свідчать і вид лауеграм, які отримані від зерен після руйнування зразка. Причиною "розсіпання" границі "1 – 3", мабуть, є істотне збільшення довжини границі "1 – 3" більше ніж в 4 рази, що призводить до "розпушування" границі і виникнення в ній тріщини. Поширення тріщини відбувається в тілі зерна 1. Ефект "розсіпання" границі зерен "3 – 5" при досягненні зразком деформації 27% добре проілюстровано на рис. 3.10, де наведені результати візуалізації субзеренної структури поблизу границі зерен.

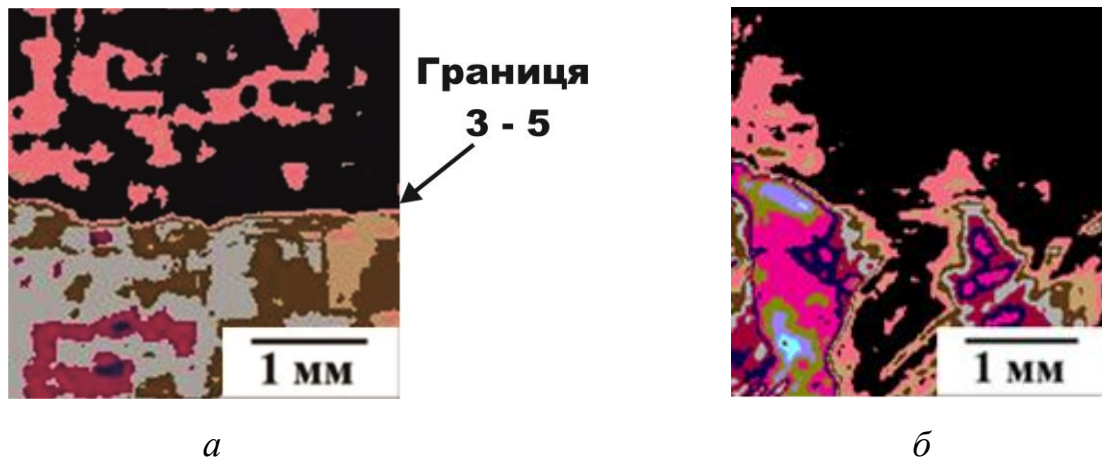


Рис.3.10. Колірні орієнтаційні карти приграничної ділянки двох зерен 3 і 5 двовимірного полікристалічного зразка алюмінію після візуалізації на них ефекту "розсіпання" границі:  $a - \varepsilon = 0 \%$ ;  $b - \varepsilon = 27 \%$ .

Таким чином, експериментально показано, що можливий механізм "розсіпання" границь зерен при пластичній деформації зразка обумовлений субзеренною перебудовою, що відбувається поблизу границі [104, 105].

### 3.6 Розвороти зерен і субзерен, що відбуваються в процесі пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію

Однією з особливостей пластичної деформації двовимірних полікристалічних зразків алюмінію є її локальна неоднорідність. Експериментально показано, що локальна відносна пластична деформація окремих зерен двовимірних полікристалів алюмінію може значно перевищувати відносну деформацію всього зразка [105]. Така деформація, як правило, супроводжується помітним поворотом всього зерна.

Нижче, як характерний приклад спостережених експериментально явищ, наведені результати досліджень субструктурних і орієнтаційних змін, що відбуваються в одному з таких зерен, відносна пластична деформація якого практично до моменту руйнування зразка вдвічі перевищує відносну деформацію всього зразка про деформованого в умовах активного

навантаження при кімнатній температурі та постійній швидкості деформації  $\dot{\varepsilon} \approx 5 \cdot 10^{-5} \text{с}^{-1}$ . У процесі деформування зразка відбуваються помітні орієнтаційні зміни зерна як цілого. Про це свідчить вид лауеграм (рис.3.11.), які отримані від цього зерна до деформації і після деформування зразка та вид колірних орієнтаційних карт після їх візуалізації (рис.3.12.), реєстрація яких відбувалася протягом всієї деформації. Визначення кристалографічної орієнтації зерна щодо лабораторної системи, яка пов'язана зі зразком, до його деформування і після показує, що в процесі деформування зразка відбувається його розворот на  $\approx 4,5^\circ$  навколо осі [311].

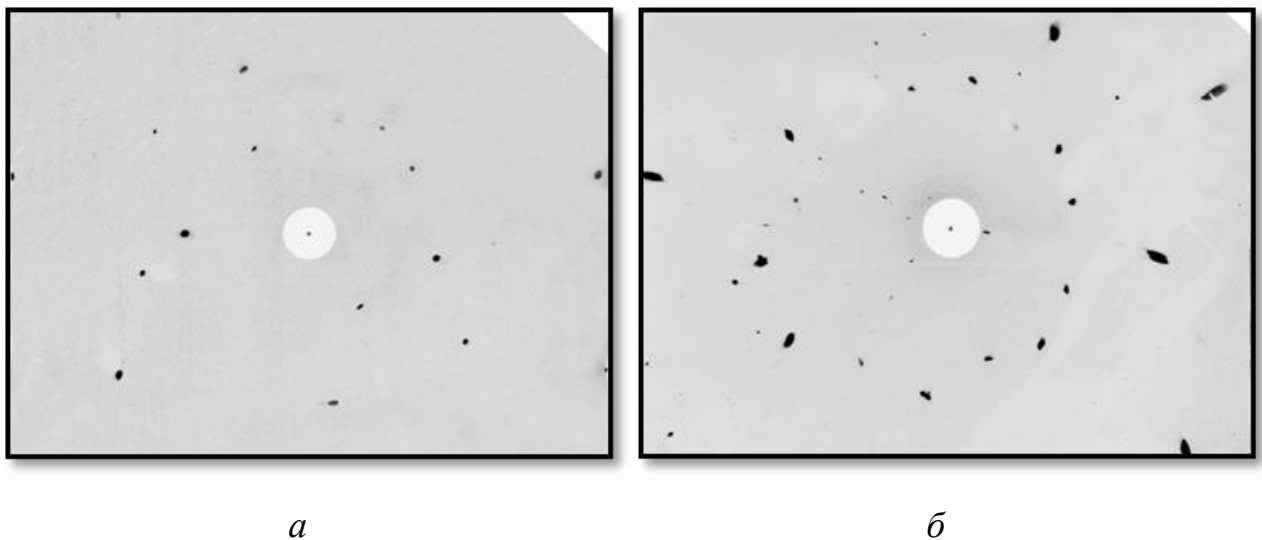


Рис. 3.11. Лауеграми, які отримані від поверхні одного з зерен двовимірного полікристалічного зразка алюмінію до (а) і після (б) його деформації.

Аналіз колірних орієнтаційних карт (рис. 3.12), які отримані від поверхні зерна в процесі деформації зразка, дозволив встановити механізми пластичної деформації, що призводять до здійснення орієнтаційних змін у зерні, які полягають у специфічній та послідовній орієнтаційній перебудові субзереної структури в тілі зерна. Специфічність субзереної перебудови полягає у появі на поверхні зерна ділянки з новою кристалографічною орієнтацією, яка є відмінною від орієнтації всіх інших ділянок зерна, і подальшій перебудові субзерен. Надалі з деформацією зразка площа цієї

ділянки збільшується. При деформації зразка  $\varepsilon \approx 26\%$  ця ділянка зерна становить  $\approx 85\%$  від площі поверхні всього зерна [104, 105].

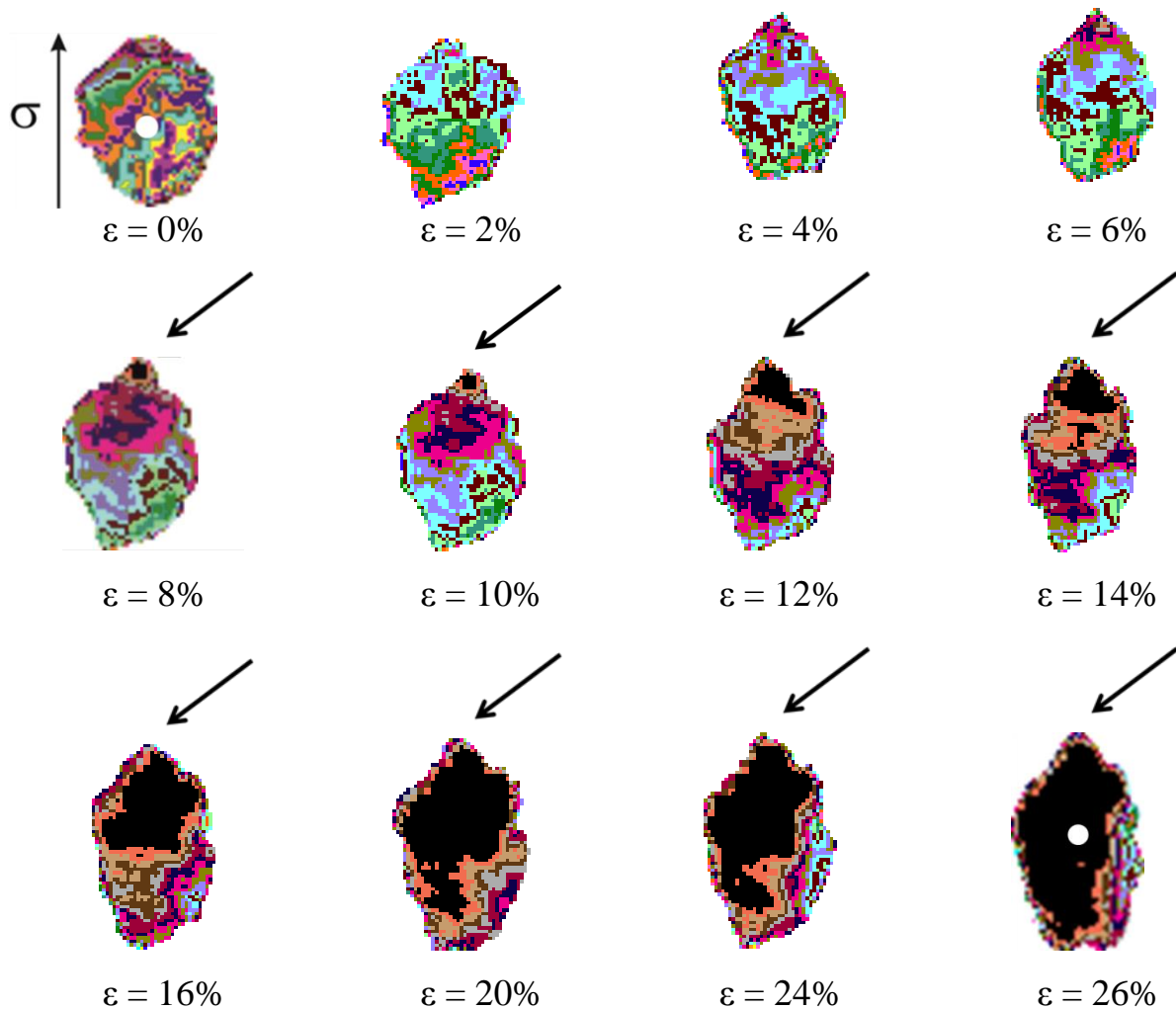


Рис.3.12. Колірні орієнтаційні карти які отримані від одного із зерен полікристалічного зразка алюмінію на різних етапах, після візуалізації на них субструктурної та орієнтаційної неоднорідності. Точками відзначена область, для якої була визначена кристалографічна орієнтація за методом Лауе.

На рис.3.13. для цього зерна наведено розподіл субзерен за розміром і умовною кристалографічною орієнтацією, які отримані до деформування зразка (а) і після його деформування на 26%.

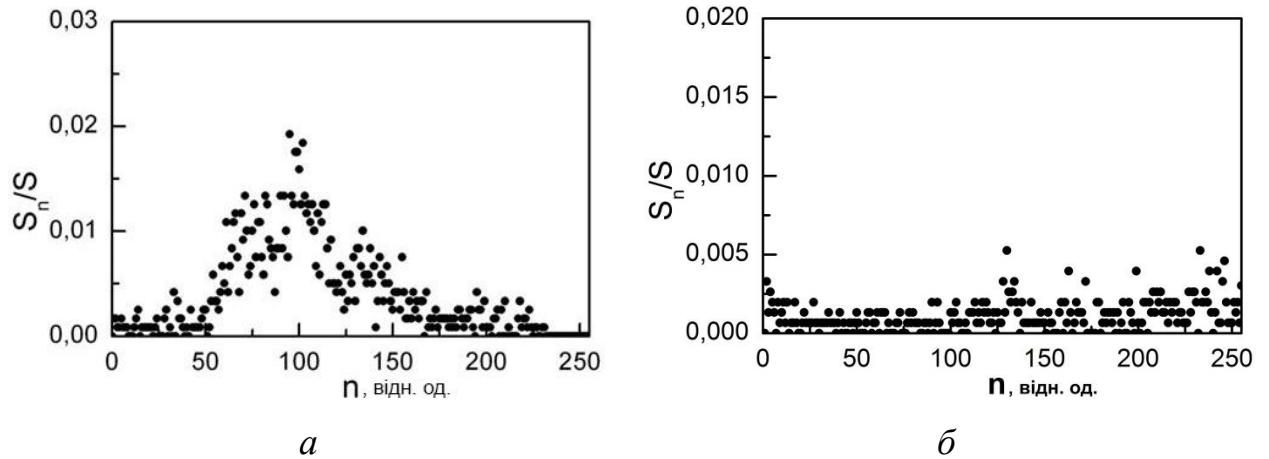


Рис.3.13. Розподіл субзерен за розміром і умовною кристалографічною орієнтацією для одного із зерен двовимірного полікристалічного зразка алюмінію: *а* – до деформування зразка; *б* – після деформування зразка на 26 %.

Наведені на рис. 3.13. дані ілюструють зміни розподілу субзерен за розмірами і кристалографічною орієнтацією та зміну ширини спектра дезорієнтації субзерен  $\Delta n$  у процесі деформування зразка в умовах активного навантаження при кімнатній температурі з постійною швидкістю деформації  $\dot{\varepsilon} \approx 5 \cdot 10^{-5} \text{c}^{-1}$ .

На рис.3.14. наведена залежність ширини спектра дезорієнтацій субзерен  $\Delta n$  в зерні від ступеню деформації зразка. За весь період деформування двовимірного полікристалічного зразка алюмінію величина спектра дезорієнтацій субзерен  $\Delta n$  у зерні зменшується більш ніж в 10 разів. Слід звернути увагу на те, що при такому характері субструктурних і орієнтаційних змін в зерні в процесі деформування зразка досягається найбільш високий ступінь його відносної деформації [105].



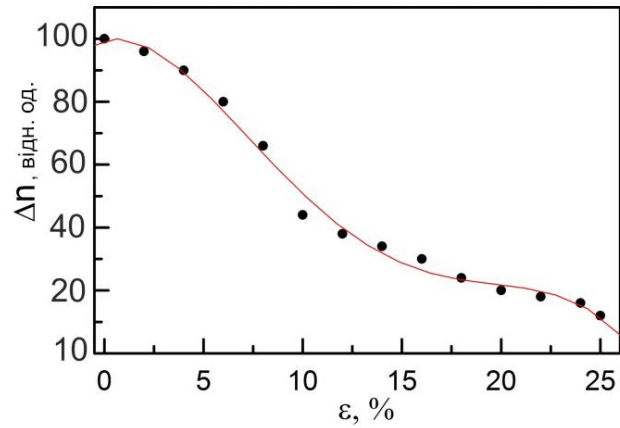


Рис.3.14. Залежність спектра дезорієнтацій субзеренної структури зерна двовимірного полікристалічного зразка алюмінію, наведеного на рис.3.12, від ступеню деформації зразка.

Для наведеного на рис.3.12 зерна максимальна відносна деформація становить понад 40%, а для всього зразка вона становить 25% (рис.3.15).

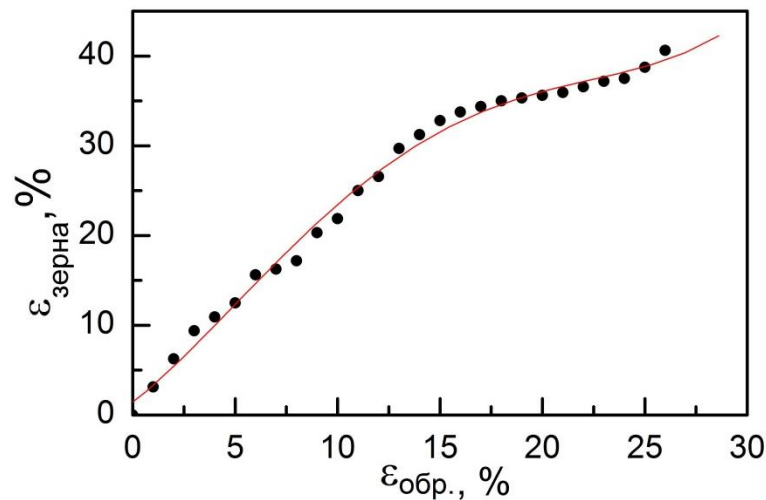


Рис.3.15. Залежність ступеня відносної деформації окремого зерна, наведеного на рис. 3.12, від ступеня відносної деформації двовимірного полікристалічного зразка алюмінію.

Використання методики візуалізації дає можливість виявити субзеренну структуру зерна в залежності від розмірів субзерен і їх

кристалографічної орієнтації в різних ділянках зерна. Результати, які наведені на рис. 3.16, показують характер розподілу субзерен біля границі зерна.

Поблизу границь всіх зерен, про деформованих до аномально високих ступенів відносної деформації, виявляються дрібні субзерна з розмірами 1 - 5 мкм та широким спектром дезорієнтацій. Цей спектр змінюється в процесі деформування (рис. 3.16). Утворення та перебудова цієї субзеренної структури поблизу границь зерен, напевно, відіграє акомодатійну роль, забезпечуючи узгоджену деформацію на границях зерен двовимірного полікристалічного зразка алюмінію під час його деформації, що в свою чергу, забезпечує досягнення значної деформації зерен без порушення суцільності зразків [104, 105].

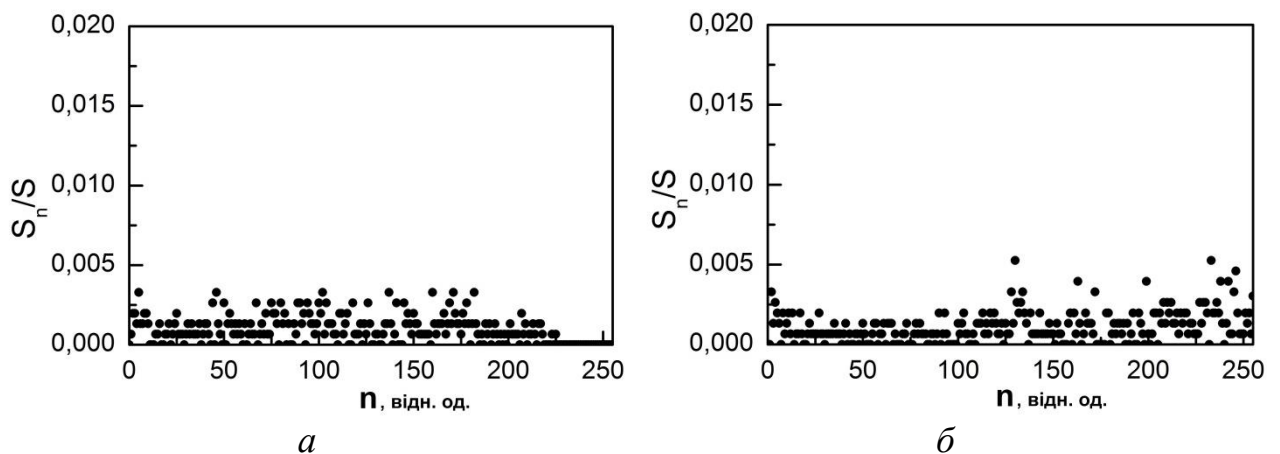


Рис. 3.16. Розподіл субзерен за розмірами і кристалографічною орієнтацією, який отримано в приграничній області зерна: *а* – до деформування зразка алюмінію, *б* – після його деформування на 26 %.

### Висновки до розділу 3

1. Експериментально показано, що вихідна субструктура двовимірних полікристалічних зразків алюмінію до їх деформування різноманітна. Вона має вузький спектр дезорієнтацій зерен і відрізняється за характером розподілу субзерен за розмірами та за кристалографічною орієнтацією, їх формою і розмірами.

2. Уперше виявлений ефект субструктурних змін, що відбуваються на початкових етапах пластичної деформації двовимірних полікристалічних зразків алюмінію і міді, як спосіб релаксації напруженого стану зразка.

3. Показано, що наявність "стрибків" на деформаційній кривій, яка отримана в ході пластичної деформації двовимірних умовно "крупнозернистих" зразків алюмінію при кімнатній температурі, пов'язана із виникненням і швидким розвитком ділянок переорієнтації субзеренної структури, які перетинають усе зерно.

4. Встановлено, що найбільш імовірним механізмом зміни субструктури у процесі пластичної деформації умовно "крупнозернистих" двовимірних полікристалічних зразків алюмінію є фрагментація субзеренної структури з широким спектром дезорієнтацій.

5. Візуалізація змін субзеренної структури і границь зерен у процесі деформування двовимірного полікристалічного зразка алюмінію дозволила уперше виявити ефект "розсипання" границь зерен, який супроводжується зменшенням дезорієнтації на таких границях.

6. Вперше виявлено аномально високу деформацію ділянки "крупнозернистого" зразка алюмінію, який містить границю зерна загального типу, що призводить до її "розпушування" і виникнення в приграничній області границі тріщини, подальше поширення якої відбувається в тілі зерна.

7. Експериментально виявлено, що локальна відносна деформація деяких зерен "крупнозернистих" двовимірних полікристалічних зразків алюмінію, продеформованих розтягуванням в умовах активного навантаження з постійною швидкістю деформації  $\dot{\epsilon} \approx 5 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$  при кімнатній

температурі, до моменту їх руйнування може значно перевищувати відносну деформацію всього зразка. При цьому виявляється зміна орієнтації зерна в цілому.

8. Візуалізація субзереної структури і визначення спектру дезорієнтацій субзерен у процесі деформування двовимірних полікристалічних зразків алюмінію дозволили вперше встановити механізм орієнтаційних поворотів зерна, який полягає у специфічній і послідовній перебудові субзереної структури, що супроводжується звуженням спектру дезорієнтацій і приводить до підвищення ступеня пластичної деформації зерна. Поблизу границі зерна виявлена дрібноблочна структура ( $\bar{d} < 5$  мкм) з широким спектром дезорієнтацій, який змінюється у процесі деформації зерна. Утворення та перебудова такої структури поблизу границь зерен, напевно, відіграє акомодативну роль та запобігає можливості порушення цілісності на границях зерен двовимірного полікристалічного зразка алюмінію під час його деформації.

Представлені у розділі 3 наукові результати опубліковані в працях [104, 105, 111-118].

## РОЗДІЛ 4

### СТРУКТУРНІ ТА СУБСТРУКТУРНІ ЗМІНИ, ЩО ЗДІЙСНЮЮТЬСЯ У ПРОЦЕСІ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ В ДВОВИМІРНИХ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ ЗРАЗКАХ МІДІ

#### 4.1 Особливості структури двовимірних полікристалів міді, які отримані методом рекристалізації, і характер її зміни в процесі пластичної деформації

Різноманіття способів зміни субструктурної і орієнтаційної неоднорідності у процесі пластичної деформації розтягуванням в умовах активного навантаження з постійною швидкістю деформації  $\dot{\epsilon} \approx 5 \cdot 10^{-5} \text{c}^{-1}$  при кімнатній температурі виявлено при дослідженні двовимірних полікристалів алюмінію, що містять в основному границі загального типу [46]. Експериментально показано, що в двовимірних полікристалах алюмінію, що містять тільки наскрізні границі зерен, через відсутність обмеженості в напрямку перпендикулярному поверхні зразка, будь-які орієнтаційні ефекти проявляються найбільш яскраво [46].

Як було зазначено у підрозділі 2.1, алюміній і мідь сильно відрізняються за величиною енергії дефекта упаковки (ЕДУ). Низька ЕДУ у міді при рекристалізаційному відпалі приводить до виникнення в зразках міді специфічної і більш різноманітної структури, ніж в зразках алюмінію. Якщо зміною режиму термомеханічної обробки зразків алюмінію можна змінити лише середній розмір зерен, при цьому велика частина границь зерен залишається границями загального типу, і двійники відпалу відсутні, то для мідних зразків завдяки зміни тільки ступеня попередньої деформації перед рекристалізаційним відпалом можна отримати різноманітну зеренну структуру, яка містить двійники відпалу різної форми, велику кількість спеціальних границь (в тому числі двійникових), а також границі загального типу, причому, їх довжина, форма й інші характеристики так само можуть відрізнятися [119, 120].

На рис.4.1 наведено різноманіття видів зеренної структури в двовимірних полікристалічних зразках міді, яка виникає в результаті їх рекристалізаційного відпалу в залежності від ступеня попередньої деформації. Цю структуру можна поділити на три типи.

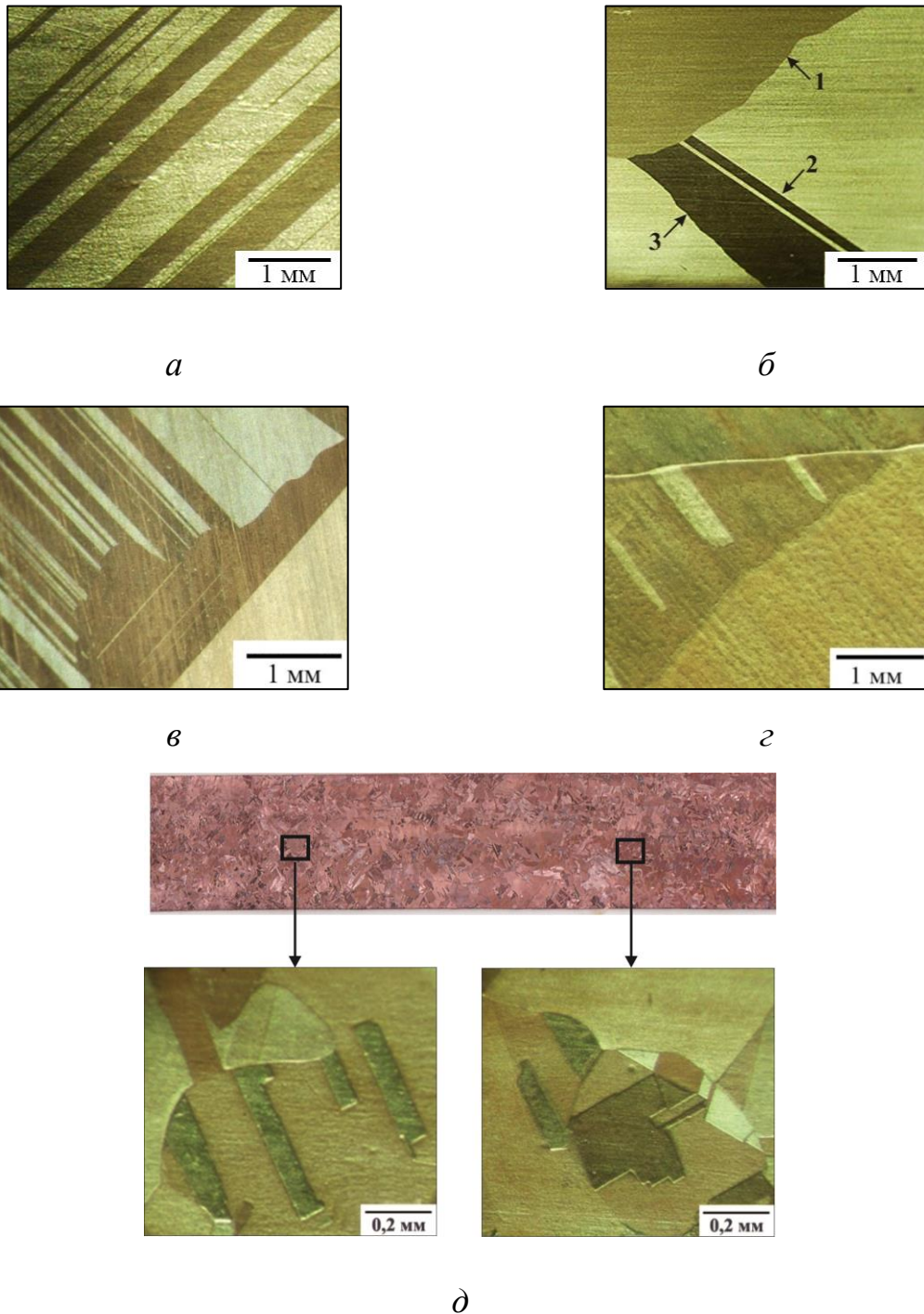


Рис. 4.1. Характерні види мікроструктури двовимірних полікристалічних зразків міді, які отримані у результаті рекристалізації, в залежності від ступеня попередньої деформації.

У зразках першого типу (рис. 4.1 *a*) містяться тільки двійникові границі, які перетинають всю поверхню зразка. По суті це – монокристали, що містять двійникові прошарки різної ширини. Метод візуалізації в таких зразках виявляє досить однорідну субструктуру і в тілі зерна, і в двійникових прошарках з вузьким спектром разорієнтації.

На рис 4.1 *б, в, г* наведено структуру поверхні зразків другого типу, що містять двійники, які перетинають все зерно від границі до границі (рис. 4.1 *a*) або обриваються в тілі зерна. Зразки цього типу містять границі загального типу, спеціальні (в тому числі й двійникові) і близькі до спеціальних. Результати проведення повної атестації всіх границь розділу за даними рентгенографічних досліджень показують, що границя 2 (рис. 4.1 *б*) є когерентною двійниковою границею  $\Sigma 3$ ,  $60^\circ$ ,  $[111]$ , границя 1 - границею зерен загального типу, а границя зерна 3 - близькою до спеціальної, з урахуванням критерію Брендона [103].

Для зразків третього типу характерна "дрібнозерниста" структура, середній розмір зерен якої становить  $\approx 1$  мкм (рис. 4.1 *д*) практично в кожному з зерен виявляються двійники різні за формою і розмірами, які перетинають зерно або обриваються в тілі зерна.

На наступних рисунках (рис. 4.2, 4.3, 4.4) наведені мікрофотографії (КОК), які отримані від поверхні продеформованих зразків міді, і дозволяють робити висновки щодо субструктурних змін, які відбуваються в процесі деформування зразка. Слід зазначити, що незважаючи на велику кількість двійникових структур в зразках міді до їх деформування пластична деформація двійникуванням не розвивається, а двійникові границі не отримують свого розвитку. Характерною структурною зміною в зразках міді при пластичній деформації є утворення смуг переорієнтації і виникнення ліній та смуг ковзання (рис. 4.2, 4.3).

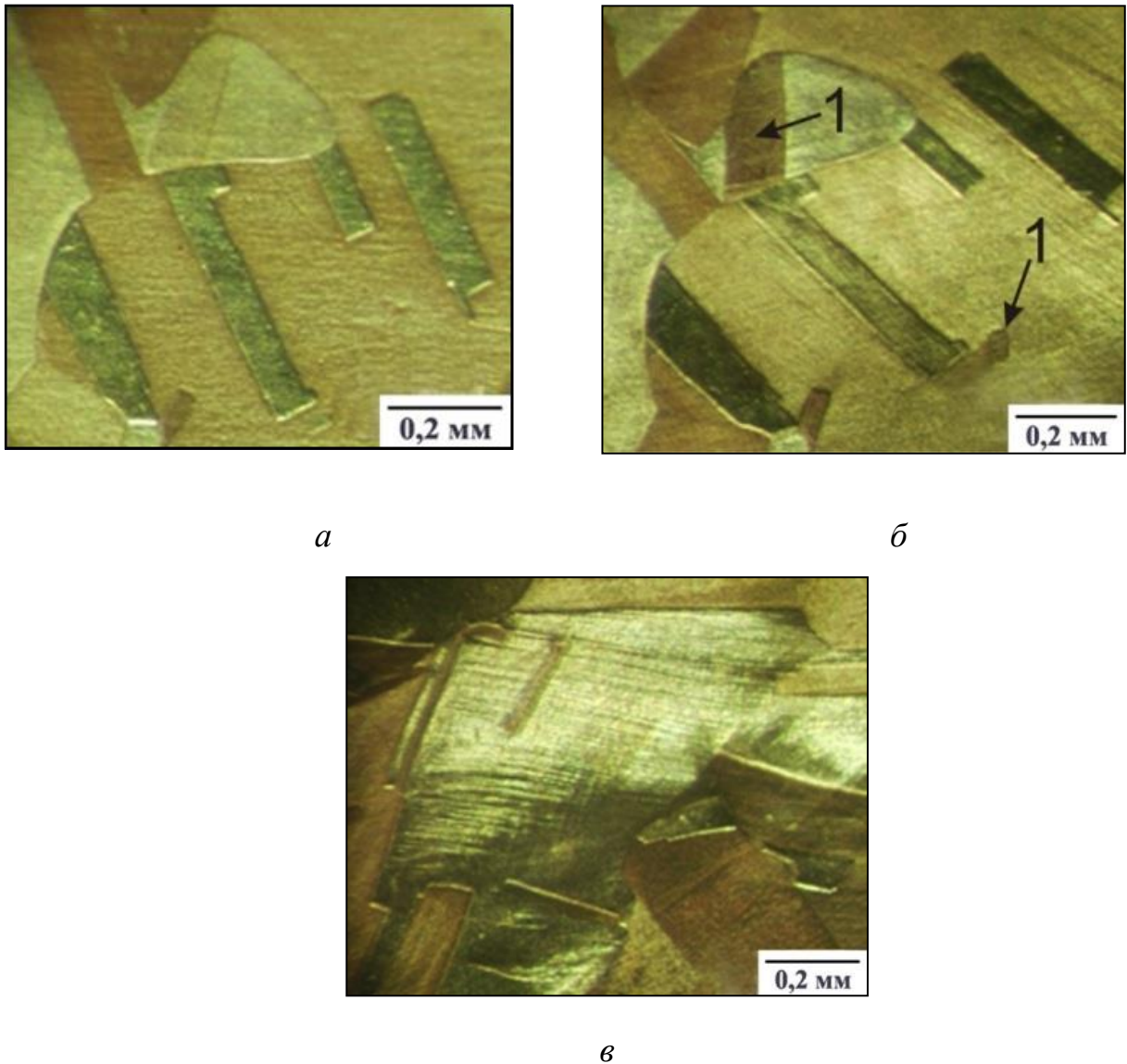


Рис. 4.2. Мікрофотографії різних ділянок поверхні зразка двовимірного полікристала міді до деформування (*а*) та після його деформування на 10%: *б* – виникнення ротацій (1), *в* – розвиток дислокаційного ковзання.

На рис. 4.2 смуги переорієнтації вказані стрілками. Форма смуг переорієнтації, які виникають різна. Спостерігаються прямокутні (рис. 4.2) і клиновидні ротації (рис. 4.3). Можливе виникнення ротацій й іншої форми.

У двовимірних полікристалічних зразках міді другого типу, що характеризуються "крупнозернистою" структурою, велика частина зерен містить різноманітні за формою, розмірами і орієнтацією двійники. Частина зерен не містить двійників.



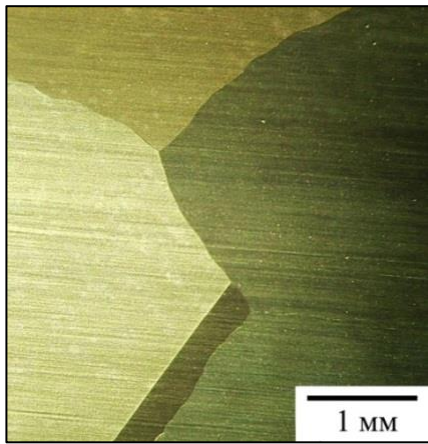
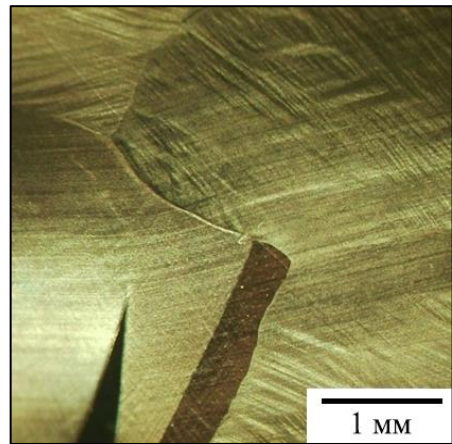
*a**б*

Рис. 4.3. Мікрофотографії збільшених фрагментів поверхні двовимірних полікристалічних зразків міді, структура яких містить двійникові та спеціальні границі зерен, до (а) і після деформації (б).

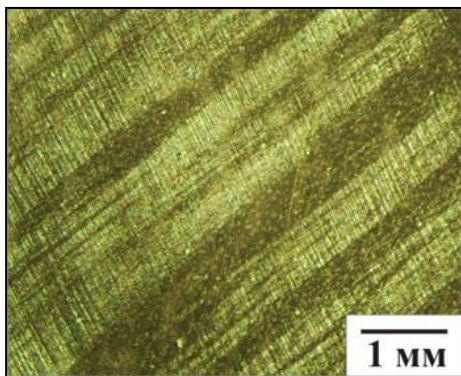
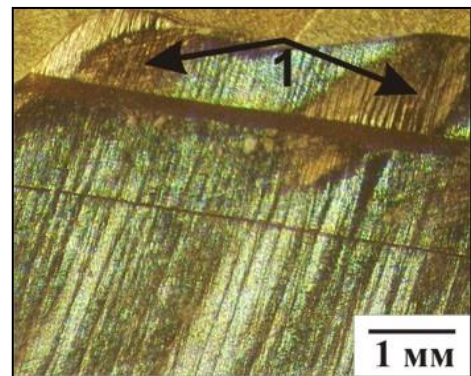
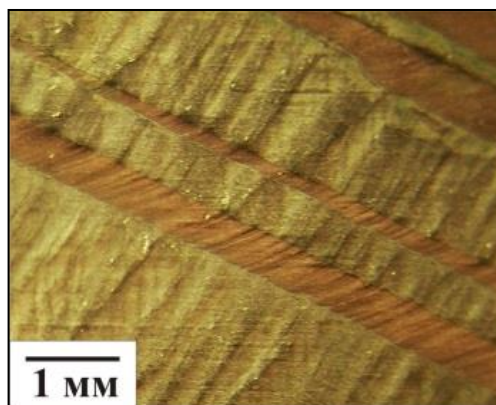
*a**б**в*

Рис. 4.4. Фрагменти поверхні зразка міді після його деформування на 14%.

Пластична деформація в таких зразках здійснюється за рахунок розвитку дислокаційного ковзання (рис. 4.4 а) і ротацій ділянок зразка (рис. 4.4 б). Ротації, що виникли в процесі деформування зразка, на рисунку вказані стрілками. Специфічним розвитком ковзання в зразках є його проходження через двійникові границі (рис. 4.4 в).

Пластична деформація "дрібнозернистих" ( $\bar{d} \approx 1$  мм) зразків міді (третьій тип), що містять границі зерен загального типу, характеризується виникненням і розвитком ротаційної структури та дислокаційного ковзання. Причому послідовність виникнення таких способів релаксації неоднозначна. Всередині кожного зерна "дрібнозернистих" зразків є велика кількість двійників різного типу, які відрізняються за розмірами, формою і довжиною.

У зразках третього типу, з одного боку, через наявність границь загального типу, які є перешкодою для рухомих дислокацій, з іншого боку, інтенсивного розвитку ковзання в кожному зерні досягаються найвищі значення границі міцності ( $\sigma_B = 480$  МПа) максимального відносного видовження  $\delta_{\max}$  (21%) до руйнування в порівнянні із зразками першого і другого типу ( $\sigma_B = 100, 125$  МПа) (таблиця 5).

Таблиця 5.

### Механічні характеристики досліджуваних зразків міді

Тип зразка	Умовна границя плинності $\sigma_{0,2}$ , МПа	Границя міцності $\sigma_B$ , МПа	Максимальне відносне видовження до руйнування $\delta_{\max}$ , %
I	35	100	6
II	30	125	12
III	60	480	21

## 4.2 Утворення екструзій та інтрузій в ході пластичної деформації двовимірних полікристалів міді при кімнатній температурі

Експериментально виявлено, що у ході пластичної деформації зразків міді, які по суті являли собою "монокристали" (рис. 4.5), в тілі яких містяться ідентичні по орієнтації наскрізні двійники, виявлена не властива зразкам міді структурна релаксація у вигляді екструзій і інтрузій [119, 120]. Виявлений ефект представляє собою особливий інтерес з двох причин. По-перше, екструзії і інтрузії, як правило, виявляються при випробуваннях на утомленість [121, 122], а по-друге, вони є джерелом виникнення транскристалітних тріщин [123].

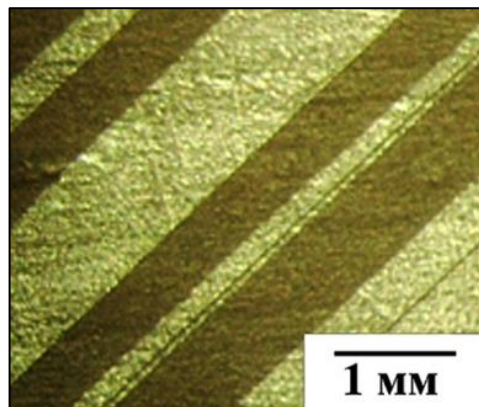


Рис. 4.5. Характерний вид двійникової структури в зразках міді.

На рис. 4.5 наведено мікрофотографію типової структури зразків міді, що містять наскрізні двійникові границі. На рис. 4.6 наведено схему виникнення екструзій та інтрузій, а на рис. 4.7 наведені мікрофотографії різних екструзій, що виникли на поверхні зразка після його деформування на 12%.

Особливістю всіх екструзій, що виникли у ході пластичної деформації зразків міді з двійниковою структурою при кімнатній температурі в умовах

одноосьового розтягу, є поява на протилежному боці зразка навпроти екструзій – інтрузій. Схематично це показано на рисунку 4.6.

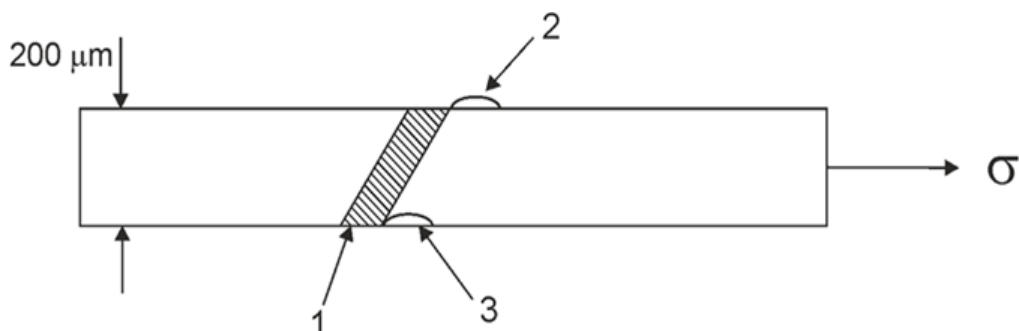


Рис. 4.6. Схема виникнення екструзії та інтрузії в зразках міді: 1 – двійник; 2 – екструзія; 3 – інтрузія;  $\sigma$  – напрямок розтягу зразка.

За своєю формою і розмірами екструзії та інтрузії досить різноманітні, але всі вони розташовані поблизу двійникових границь і орієнтовані під прямим кутом до них. Мікрофотографії, що ілюструють різноманіття за формою і розмірами екструзій і інтрузій, що виникають на поверхні двовимірних полікристалічних зразків міді, наведені на рис. 4.7.

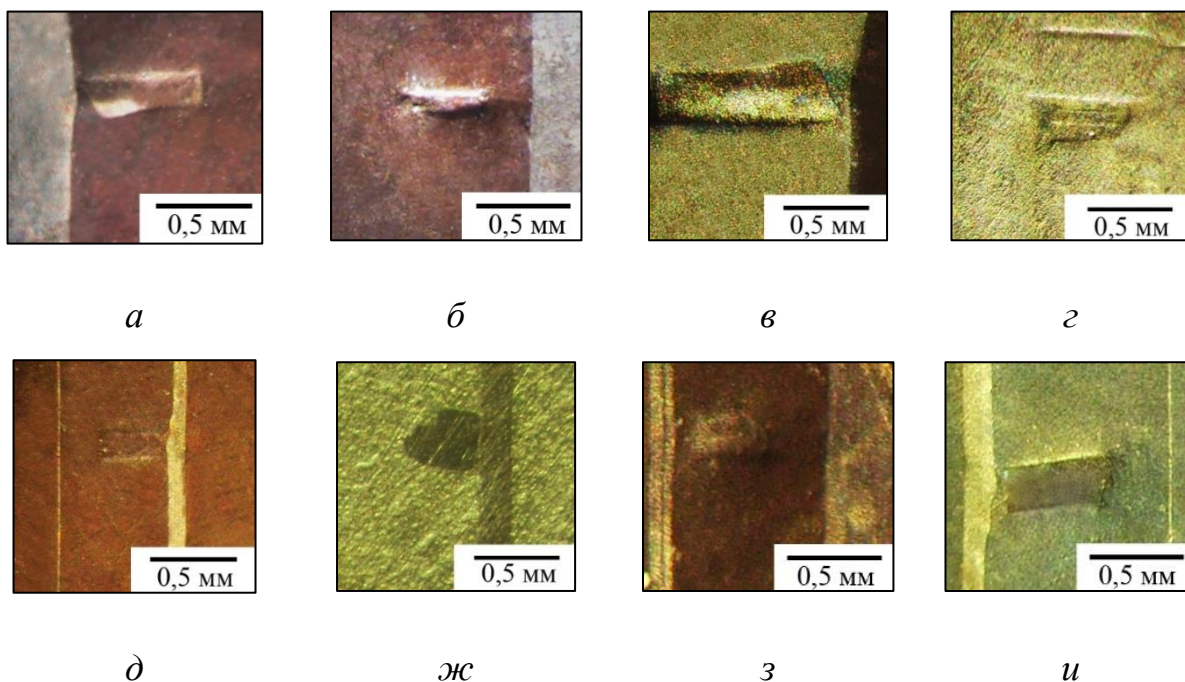


Рис. 4.7. Мікрофотографії різних видів екструзій, що виникли на полірованій поверхні зразка міді, після його деформування на 12%.



Інтерферометричні дослідження поверхні з обох сторін двовимірного полікристалічного зразка міді в області виникнення інтрузій і екструзій показали, що на одній з поверхонь зразка має місце видавлювання матеріалу (екструзія), а на іншій – вдавлювання матеріалу (інтрузія) (рис. 4.8 б).

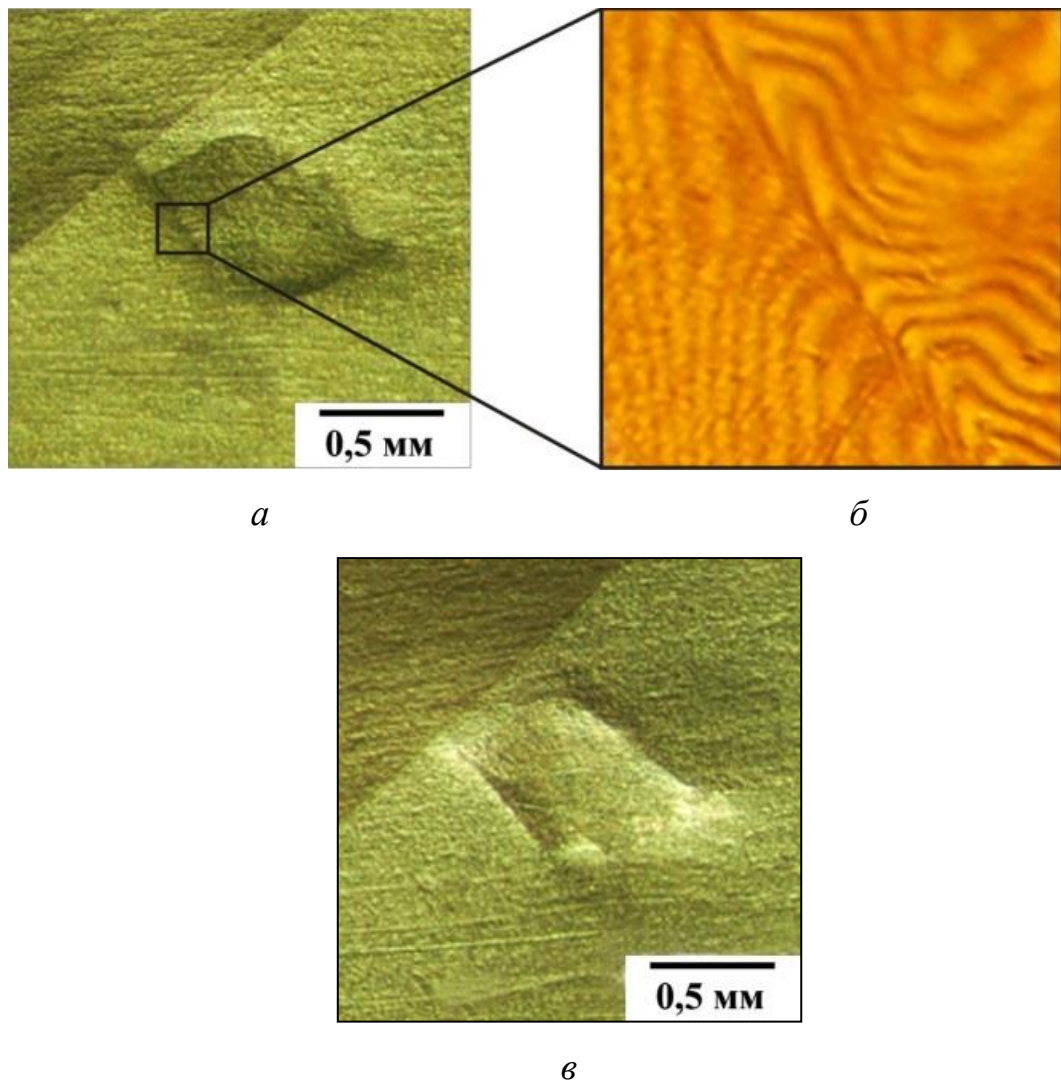


Рис. 4.8 Види фрагментів поверхні двовимірного полікристалічного зразка міді, продеформованого на 12%, що свідчать про наявність на одній стороні поверхні зразка екструзії (а), а на протилежній його стороні – інтрузії (в) та інтерференційна картина від ділянки на границі між тілом зерна і екструзією (б).

У працях [121, 122] показано, що екструзії і інтрузії виникають при втомних випробуваннях, а основним критерієм їх виникнення є досить розвинене поперечне ковзання. Екструзії і інтрузії виникають на поверхні зразка в ділянках стійких смуг ковзання.

У дисертаційній роботі деформування полікристалічних зразків міді проводили за умов статичних випробувань. Через низьку енергію дефекту упаковки в мідних зразках неможливий розвиток поперечного ковзання. Таким чином, експериментально виявлений ефект виникнення пари "екструзія – інтрузія" при статичних випробуваннях двовимірних полікристалічних зразків міді вимагає особливого пояснення.

Проведені експериментальні дослідження [121, 122] показали, що можливою причиною виникнення пари "екструзія – інтрузія" є наявність наскрізних двійникових границь, мала товщина зразка і специфічна орієнтація осі розтягу зразка, яка близька до  $[\bar{1}12]$  (рис.4.9).

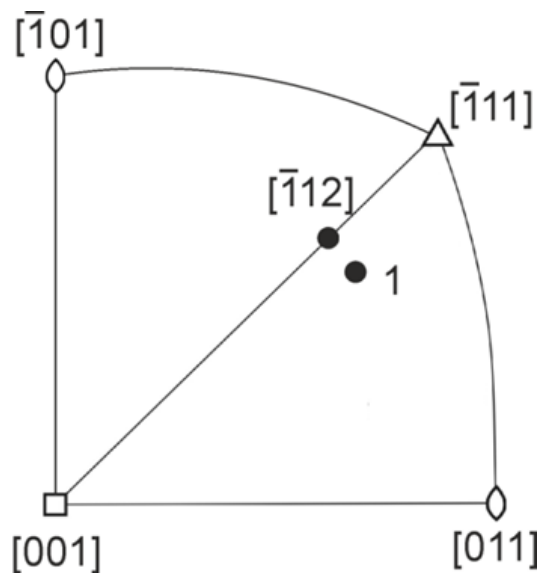


Рис. 4.9. Кристаліграфічна орієнтація осі розтягу зразка (1) щодо можливих систем ковзання.

При такій орієнтації осі розтягу в кристалах з ГЦК – структурою поряд з первинною системою ковзання  $(\bar{1}11)[011]$  можливий розвиток вторинного ковзання в сполученій системі  $(111)[\bar{1}0\bar{1}]$ . З огляду на все вище сказане можна вважати, що виявлення ефекту виникнення екструзії і інтрузії в двовимірних полікристалічних зразках міді при їх деформації розтягуванням в умовах активного навантаження з постійною швидкістю деформації  $\dot{\epsilon} \approx 5 \cdot 10^{-5} \text{c}^{-1}$  при кімнатній температурі пов'язане зі специфічною структурою зразків, що містять наскрізні двійникові границі, товщині зразка і специфічною орієнтацією осі розтягу зразка, яка є сприятливою для розвитку вторинного дислокаційного ковзання.

## Висновки до розділу 4

1. Експериментально показано, що зміною тільки ступеню попередньої деформації двовимірних полікристалічних зразків міді перед рекристалізаційним відпалом можна отримати зразки з різним розміром і різноманітною структурою границь зерен, з якої можна виділити три типи.

У першому типі зразків є тільки двійникові границі, які перетинають всю поверхню зразка; у зразках другого типу є двійники, що відрізняються за формою, розмірами і орієнтацією, границі зерен спеціального, загального типу; зразки третього типу мають умовно "дрібнозернисту" структуру ( $\bar{d} \approx 1$  мм) із границями зерен загального типу і наявністю всередині цих зерен великої кількості двійників різного типу, які відрізняються за розмірами, формою і довжиною.

2. Показано, що різноманіття вихідної мікроструктури двовимірних полікристалів міді приводить до різних способів релаксації напруженого стану в процесі їх пластичної деформації і, в кінцевому підсумку, до зміни механічних характеристик зразків.

3. На поверхні зразків міді з мікроструктурою першого типу в процесі їх пластичної деформації при кімнатній температурі поблизу двійникових границь виникають екструзії та інтрузії, як способи релаксації напруженого стану.

Встановлено, що можливою причиною виникнення на поверхні двовимірного полікристалічного зразка міді екструзії і одночасно на її протилежному боці інтрузії може бути специфічна кристалографічна орієнтація осі розтягу зразка, його товщина і наявність наскрізної двійникової границі.

4. У зразках міді зі структурою другого типу виникають різноманітні структури і проявляється ефект прозорості двійникових границь для руху дислокацій.

Встановлено, що у зразках міді з третім типом мікроструктури в тілі кожного із зерен здійснюється інтенсивне дислокаційне ковзання і



розвиваються ротації ділянок зерна. Показники пластичності таких зразків зростають одночасно зі збільшенням їх границі міцності.

Представлені в розділі 4 наукові результати опубліковані в працях [119, 120].

## ВИСНОВКИ

У дисертаційній роботі вирішене поставлене наукове завдання, яке полягає у встановленні фізичних закономірностей і механізмів субструктурних та орієнтаційних змін, що здійснюються у ході пластичної деформації двовимірних полікристалів алюмінію та міді розтягуванням в умовах активного навантаження з постійною швидкістю деформації при кімнатній температурі. Основні наукові та практичні результати:

1. Розроблена комп'ютерна методика, що дозволяє індиціювати лауєграми, визначати кристалографічну орієнтацію окремих зерен крупнозернистого полікристалічного зразка щодо основних напрямків у кристалі, фактор Шміда для всіх систем ковзання і тип границь зерен. Особливостями цієї методики є практично автоматична обробка лауєграми без використання стереографічних проекцій шляхом порівняння одиничних векторів нормалей до відбивальних площин (за даними лауєграми) і аналогічних одиничних векторів нормалей до можливих відбивальних площин.

2. Експериментально показано, що вихідна субструктура двовимірних полікристалічних зразків алюмінію до їх деформування різноманітна. Вона має вузький спектр дезорієнтацій зерен і різниться за характером розподілу субзерен за розмірами та кристалографічною орієнтацією, їх формою і розмірами.

3. Уперше виявлений ефект субструктурних змін, що відбуваються на початкових етапах пластичної деформації двовимірних полікристалічних зразків алюмінію і міді, як спосіб релаксації напруженого стану зразка.

4. Показано, що наявність "стрибків" на деформаційній кривій, яка отримана в ході пластичної деформації двовимірних умовно "крупнозернистих" зразків алюмінію при кімнатній температурі, пов'язана із виникненням і швидким розвитком ділянок переорієнтації субзеренної структури, які перетинають усе зерно.

5. Встановлено, що найбільш імовірним механізмом зміни субструктури у процесі пластичної деформації умовно "крупнозернистих" двовимірних полікристалічних зразків алюмінію є фрагментація субзереної структури з широким спектром дезорієнтацій.

6. Візуалізація змін субзереної структури і границь зерен у процесі деформування зразка алюмінію дозволила вперше виявити ефект "розсипання" границь зерен, який супроводжується зменшенням дезорієнтації на таких границях.

7. Експериментально виявлено, що локальна відносна деформація деяких зерен "крупнозернистих" двовимірних полікристалічних зразків алюмінію, продеформованих розтягуванням в умовах активного навантаження з постійною швидкістю деформації  $\dot{\epsilon} \approx 5 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$  при кімнатній температурі, до моменту їх руйнування може значно перевищувати відносну деформацію всього зразка. При цьому виявляється зміна орієнтації зерна в цілому.

8. Уперше виявлено аномально високу локальну деформацію ділянки "крупнозернистого" зразка алюмінію, яка містить границю зерен загального типу, що призводить до утворення у приграничній області границі тріщини, подальше поширення якої відбувається у тілі зерна.

9. Візуалізація субзереної структури і визначення спектру дезорієнтацій субзерен у процесі деформування двовимірних полікристалічних зразків алюмінію дозволили вперше встановити механізм орієнтаційних поворотів зерна, який полягає у специфічній і послідовній перебудові субзереної структури, що супроводжується звуженням спектру дезорієнтацій і приводить до підвищення ступеня пластичної деформації зерна. Поблизу границі зерен виявлена дрібноблочна структура ( $\bar{d} < 5 \text{ мкм}$ ) з широким спектром дезорієнтацій, який змінюється у процесі деформації.

Утворення та перебудова такої структури поблизу границь зерен, напевно, відіграє акомодативну роль та запобігає можливості порушення цілісності на границях зерен полікристалічного зразка при його деформації.

10. Експериментально показано, що зміною тільки ступеню попередньої деформації двовимірних полікристалічних зразків міді перед рекристалізаційним відпалом можна отримати зразки з різним розміром і різноманітною структурою границь зерен, з якої можна виділити три типи. У першому типі зразків є тільки двійникові границі, які перетинають всю поверхню зразка; у зразках другого типу є двійники, що відрізняються за формою, розмірами і орієнтацією, границі зерен спеціального, загального типу; зразки третього типу мають умовно "дрібнозернисту" структуру ( $\bar{d} \approx 1$  мм) із границями зерен загального типу і наявністю всередині цих зерен великої кількості двійників різного типу, які відрізняються за розмірами, формою і довжиною.

11. Показано, що різноманіття вихідної мікроструктури двовимірних полікристалів міді приводить до різних способів релаксації напруженого стану в процесі їх пластичної деформації і, в кінцевому підсумку, до зміни механічних характеристик зразків.

12. На поверхні зразків міді з мікроструктурою першого типу в процесі їх пластичної деформації при кімнатній температурі поблизу двійникових границь виникають екструзії та інтрузії, як способи релаксації напруженого стану. Встановлено, що можливою причиною виникнення на поверхні двовимірного полікристалічного зразка міді екструзії і одночасно на її протилежному боці інтрузії може бути специфічна кристалографічна орієнтація осі розтягу зразка, його товщина і наявність наскрізної двійникової границі.

13. У зразках міді зі структурою другого типу виникають різноманітні структури і проявляється ефект прозорості двійникових границь для руху дислокацій. Встановлено, що у зразках міді з третім типом мікроструктури в тілі кожного із зерен здійснюється інтенсивне дислокаційне ковзання і

розвиваються ротації ділянок зерна. Показники пластичності таких зразків зростають одночасно зі збільшенням їх границі міцності.

## ПРИМІТКА

За результатами досліджень, які проведені в дисертаційній роботі, в співавторстві з Бадіяном Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцовим О.В., Шуріновим Р.В, Казачковою К.С., Талах С.В, Дергачовою А.В. опубліковано 22 наукові праці, у тому числі 9 статей у наукових журналах, 11 тез у збірниках матеріалів наукових конференцій та 2 патенти на винахід.

Автор вважає за необхідне висловити глибоку вдячність і щире подяку науковому керівнику – кандидату фіз.-мат. н. професору Бадіяну Є.Ю. за вибір цікавої теми, формулювання завдання даної роботи, керівництво роботою, неоціненну допомогу і невпинну увагу при виконанні роботи, кандидату фіз.-мат. н. доценту Тонкопряд А.Г. і кандидату фіз.-мат. н. доценту Шурінову Р.В. – за допомогу, моральну підтримку, всебічне обговорення результатів і незмінно добре ставлення на всіх етапах виконання дисертаційної роботи, доктору тех. н. професору Пойді В.П. – за цінні зауваження та корисне обговорення дисертаційної роботи.

**СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ**

1. Конева Н. А. Современная картина стадий пластической деформации / Н. А. Конева, Э. В. Козлов // Вестник ТГУ. – 2003. – Т. 8, вып. 4. – С. 514- 518.
2. Конева Н. А. Физическая природа стадий пластической деформации / Н. А. Конева, Э. В. Козлов // Издательство вузов. Физика. – 1990. – Т. 33, № 2. – С. 89-106.
3. Конева Н. А. Природа стадий пластической деформации / Н. А. Конева // Соросовский образовательный журнал. – 1998. – №10. – С. 99-105.
4. Влияние упрочняющих покрытий из нитрида титана на развитие пластической деформации и механические свойства двумерных поликристаллов алюминия / Е. Е. Бадиян, А. Г. Тонкопряд, О. В. Шеховцов [и др.] // Металлофизика и новейшие технологии. – 2010. – Т. 32, № 6. – С. 775- 784.
5. Бернер Р. Пластическая деформация монокристаллов / Р. Бернер, Г. Кронмюллер // [Перевод с немецкого]. – М.: Мир, 1969. – С. 272.
6. Бадіян Є.Ю. Практична кристалографія / Є.Ю. Бадіян // Навчальний посібник. – Х.: ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2010. – С. 144.
7. Henning M. Local mechanical behavior and slip band formation within grains of thin sheets / M. Henning, H. Vehoff //Acta Materialia 53, 2005. – P. 1285-1292.
8. Zhang J. An experimental investigation on cyclic plastic deformation and substructures of polycrystalline copper / J. Zhang, and Y. Jiang // International Journal of Plasticity 21. – 2005. – P. 2191-2211.
9. Структурные уровни пластической деформации и разрушения / В.Е. Панин, Ю.В. Гриняев, В.И. Данилов [и др.] // – Новосибирск: Наука. – 1990. – 255 с.
10. Малыгин Г.А. Механизм образования деформационных ступенек нанометрических размеров на поверхности пластически деформируемых кристаллов / Г.А. Малыгин. // Физика твердого тела. – 2001. – Т. 43, № 2. – С. 248-253.

11. Welzel G. Development of Slip Lines in Concentrated Cu-Based Alloys during Work Hardening / G. Welzel, J. Plessing, H. Neuhäuser // *Phys. Stat. Sol.* – 166, № 4. – 1998. – P. 791-804.
12. Теплякова Л.А. Распределение следов скольжения в монокристаллах сплава Ni<sub>3</sub>Fe/ Л.А. Теплякова, Е.С. Куницына, Э.В. Козлов // *Издательство вузов. Физика.* – 1998. – № 4.– С. 51-56.
13. Essmann V. Errors in flowlines of second order ladders./ V. Essmann // *Phys. Stat. Sol.* 12, 2. – 1965. – P. 70.
14. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов / Р. Хоникомб; [Пер. с англ. Б.Я. Любова]. – М.: Мир, 1972. – 408 с.
15. Шмид Е. Пластичность кристаллов, в особенности металлических: научное издание / Е. Шмид, В. Боас; [Пер. с нем. М. Г. Шаскольской ; Под ред. А. В. Шубникова]. – М.: Ленинград: Гостехиздат. – 1938. – 316 с.
16. Hosford William F. Mechanical behavior of materials/ William F. Hosford // Cambridge university press. – 2005.– P. 425.
17. Схема развития скольжения в зёрнах поликристаллов с ГЦК решеткой/ Ю.П. Шаркеев, И.А. Лапскер, Н.А. Конева, Э.В. Козлов // *ФММ.* – 1985. – Т. 60, вып.4. – С. 816-820.
18. Электронно-микроскопический метод определения характеристик скольжения в зернах поликристаллов с ГЦК решеткой /И.А. Лапскер, Ю.П. Шаркеев, Н.А. Конева, Э.В. Козлов // – *Заводская лаборатория* – 1984 .– №3. – С. 32-35.
19. Проблемы поликристаллизма в пластической деформации ГЦК сплавов/ Н.А. Конева, С.П. Жуковский, И.А. Лапскер, Э.В. Козлов // – В кн.: *Физика и электроника твердого тела (межвузовский сборник научных трудов)*. Ижевск. – 1982– вып. 5. – С. 88-97.
20. Конева Н.А. Природа субструктурного упрочнения для ГЦК твердых растворов / Н.А. Конева, Э.В. Козлов // – *Издательство вузов, Физика.* – 1982. – №8. – С. 4-14.



21. Рыбин В.В. Пластические повороты решетки в деформируемых поликристаллах/ В.В. Рыбин, Н.Ю. Золоторевский // ФММ. – 1984. – Т. 57, №2. – С. 380-390.
22. Панин В.Е. Структурные уровни деформации твердых тел / В.Е. Панин, В.А. Лихачев, Ю.В. Гриняев// - Новосибирск: Наука, 1985. – 230 с.
23. Вассерман Г. Текстуры металлических материалов /Г. Вассерман, И. Гревен // – М.: Металлургия, 1969. – 655 с.
24. Владимиров В.И. Дисклинации в кристаллах/ В.И. Владимиров, А.Е. Романов // – Л.: Наука, 1986. – 224 с.
25. Рыбин В.В. Пластические повороты решетки в деформируемых поликристаллах / В.В. Рыбин, Н.Ю. Золоторевский // ФММ. – 1984. – Т. 57, №2. – С. 380-390.
26. Рыбин В.В. Эволюция структуры и внутренние напряжения на стадии развитой пластической деформации кристаллических твердых тел / В.В. Рыбин, Н.Ю. Золоторевский, И.М. Жуковский // ФММ. – 1990. – №1.– С. 5–33.
27. Romanov A.E. Importance of disclinations in severe plastically deformed materials / A.E. Romanov // Advanced Engineering Materials. – 2003. – Vol. 5, № 5. – P. 301-307.
28. M. Seefeldt, L. Delannay, B. Peeters, S. R. Kalidini, P. van Houtte. Mater. Sci. Eng., A . – 2001. – P. 319-321.
29. Пластические ротации в поликристаллических фольгах алюминия/ Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, О.В. Шеховцов, Р.В. Шуринов // МФиНТ. – 2015. – Т. 37. – № 6. – С. 951-960.
30. Optical technique of investigation of the structural changes during a plastic deformation of aluminium polycrystals / E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, O.V. Shekhovtsov, R.V. Shurinov // Functional Materials. – 2006.– V. 13, № 3. – P. 411-414.
31. Патент 89743 Україна, МПК G01В 11/16. Спосіб контролю орієнтаційних змін у кристалічних матеріалах *in situ* в процесі зовнішнього впливу / Бадіян

Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В.; Заяв. і патентовласник ХНУ імені В.Н. Каразіна. – № а 2009 06455; заявл. 22.06.09; опубл. 25.02.10, Бюл. №4.

32. Оптоэлектронная методика исследования структурных и субструктурных изменений, сопровождающих пластическую деформацию кристаллических образцов / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В. [и др.] // Вестник ТГУ, серия "Естественные и технические науки". – 2013. – Т. 18. – Вып. 4, 2 ч. – С. 1907-1908.

33. Basson F., Deformation banding mechanisms during plane strain compression of cube-oriented f.c.c. crystals / F. Basson, J. H. Driver // Acta Materialia – Volume 48, Issue 9. – 29 May 2000. – P. 2101-2115.

34. Влияние границ зерен и границ деформационного происхождения на развитие пластической деформации в двумерных поликристаллах меди и алюминия / Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, Н.А. Сахарова [и др.] // Деформация и разрушение материалов. – 2005.– № 11. – С. 24-27.

35. Brandon D.G. The structure of high-angle grain boundaries / D.G. Brandon // Acta Materialia. – 1966. – V.14. – №11. – P. 1479-1484.

36. Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических металлов. – К. Наукова думка. – 1987. – 248 с.

37. Коттрелл А.Х. Дислокации и пластическое течение в кристаллах / А.Х. Коттрелл // Металургиздат. – 1958.

38. Лычагин Д.В. Фрагментация пластической деформации в металлических материалах с ГЦК-решеткой / Д.В. Лычагин // Физ. мезомех. – 2006. – Т. 9. – № 3. – С. 103-113.

39. Taylor G.I. Plastic strain in metals / G.I. Taylor // J. Inst. Metals. – 1938. – V. 62. – P. 302–304.

40. Bishop I.F.W. A theoretical derivation of the plastic properties of polycrystalline face-centred metal / I.F.W. Bishop, R.A. Hill // Phil. Mag. – 1951. – V. 42. – P. 1298-1307.

41. Bishop I.F.W. A theoretical of the plastic deformation of crystals by glide / I.F.W. Bishop // *Phil. Mag.* – 1953. – V. 44. – P. 51-64.
42. Leffers T. A Modified Sachs Approach to the Plastic Deformation of Polycrystals as a Realistic Alternative to the Taylor Model / T. Leffers // *Strength of Metals and Alloys: Pros. of 5-th Int. Conf. Aachen.* – 1979. – V. 2. – P. 769-774.
43. Калина Б.А. Физическое материаловедение: Учебник для вузов. / Под общей ред. Б.А. Калина. – М.: МИФИ, 2008. – 696 с.
44. Золоторевский Н. Ю. Фрагментация и текстурообразование при деформации металлических материалов / Н. Ю. Золоторевский, В. В. Рыбин // – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2014. – 208 с.
45. Механизмы пластической деформации двумерных поликристаллов алюминия / Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, Н.А. Сахарова [и др.] // XV Междунар. конференция "Физика прочности и пластичности материалов". Тез. докл., 30 сентября – 3 октября 2003 г. – Тольятти: ТГУ. – 2003. – С. 1-7.
46. Ориентационные изменения и развитие трещин в процессе пластической деформации двумерных поликристаллов алюминия / Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, О.В. Шеховцов, Р.В. Шуринов // *МФиНТ.* – 2008. – Т. 30, № 3. – С. 361-371 .
47. Козлов Э.В. Барьерное торможение дислокаций. Проблема Холла-Петча / Э.В. Козлов, Н.А. Конева, Н.А. Попова // *Физическая мезомеханика.* – 2006.– Т. 9, №3. – С. 81-92.
48. Jaswon M.A. The Non-Hookean Interaction of a Dislocation with a Lattice Inhomogeneity / M.A. Jaswon, A.J.E. Foreman // *Phil. Mag.* – Vol. 43– 1952. – P. 201.
49. Nabarro F.R.N. *Some Recent Developments in Rheology (British Rheology Club), London.* – 1950. – P. 38.
50. Kato M. Hall-Petch Relationship and Dislocation Model for Deformation of Ultrafine-Grained and Nanocrystalline Metals / M. Kato // *Vol. 55, No. 1.* – 2014. – P. 19-24.

51. Jacquet. P. Dislocation etch pits in tungsten/ P. Jacquet // *Acta Metall.*, 2. – 1954 – P. 752.
52. Gilman G. I. Dislocations and Mechanical Properties of Crystals / G. I. Gilman, W. I. Johnston // John Willey and Sons, New York – 1957 – P. 147.
53. Dislocations and Stacking Faults in Stainless Steel / M. J. Whelan, P. B. Hirsch, R. W. Horne, W. Bollmann // *Proc. Roy. Soc.*, A240. – 1957 – P. 524.
54. Cottrell A. H. Progress in Metal Physics / A. H. Cottrell // Butterworths Scientific Publications, Ltd., London. – 1949. – Vol. I. – P. 77.
55. Frank F. C. Report of Pittsburgh Conference on Plastic Deformation in Crystals, / F. C. Frank // Washington, Carnegie Inst. – 1950. – P. 89.
56. Li J. C. M. Petch Relation and Grain Boundary Sources / J. C. M. Li // *Trans. Metall. Soc. AIME* 277. – 1963. – P. 239-247.
57. Hall E.O. The deformation and ageing of mild steel: III. Discussion of results / E.O. Hall // *Proc. Phys. Soc.* – 1951. – V. 64 B. – P. 747-753.
58. Petch N.J. The cleavage strength of polycrystals / N.J. Petch // *J. Iron Steel Inst.* – 1953. – V. 174. – P. 25-28.
59. Armstrong R.W. The influence of polycrystal grain size on several mechanical properties of materials / R.W. Armstrong // *Metall. Trans.* – 1970. – Vol.1, Issue 5. – P. 1169-1176.
60. Fujita H. Effect of specimen thickness on mechanical properties of polycrystalline aggregates with various grain sizes / H. Fujita, T. Tabata // *Acta Met.* 21. – 1973. – P. 355.
61. Al-Haidary J.T. Fatigue crack growth modelling by successive blocking of dislocations / J.T. Al-Haidary, N.J. Petch, E.R. de los Rios // *Phil. Mag. A* 47. – 1983. – P. 869.
62. Conrad H. Effect of grain size on the lower yield and flow stress of iron and steel / H. Conrad // *Acta Met.* – 1963, 11. – P. 75-77.
63. Конрад Х. С сб.: Сверхмелкое зерно в металлах / Под ред. Л.К. Гордиенко. – *Металлургия. М.*, 1973. – 206 с.
64. Малыгин Г.А. Пластичность и прочность микро- и нанокристаллических

- материалов (Обзор) / Г.А. Малыгин // Физика твердого тела. – 2007.– Т. 49, вып. 6. – С. 961-982.
65. Конева Н.А., Козлов Э. В. Физическая природа стадийности пластической деформации // Структурные уровни пластической деформации и разрушения / Под ред. В.Е. Панина. – Новосибирск: Наука, Сибирское отделение. – 1990. – С. 123-186.
66. Зеегер А. Механизм скольжения и упрочнения в кубических гранецентрированных и гексагональных плотноупакованных металлах // Дислокации и механические свойства кристаллов. – М.: ИИЛ. – 1960. – С.179-289.
67. Nes E. Modelling of work hardening and stress saturation in FCC metals / E. Nes // Progr. in Mater. Sei. – 1998. – V. 41. – P. 129-193.
68. Koneva N.A. Stages of Plastic Deformation in Metallic Nanocrystals / N.A. Koneva, E.V. Kozlov // Materials Science Forum. – 2011. – Vol. 683. – P. 183-187.
69. Parameters of dislocation structures and factors determining flow stress at stages III and IV / Koneva N.A., Lychagin D.V., Teplyakova L.A., Kozlov E.V. // Strength of metals and alloys. Proceed. of ICSMA-8 Oxford: Pergamon press. – 1998. – P. 385-390.
70. Белл Дж. Ф. Экспериментальные основы механики деформируемых твердых тел. Ч. II. Конечные деформации. М.: Наука. – 1984. – С. 431.
71. Конева Н.А. Дислокационные структуры в металлах и сплавах / Н.А. Конева // Энциклопедия. Современное естествознание. Физика конденсированных сред. М.: Магистр – Пресс. – 2000. – С. 36-43.
72. Конева Н.А. Упорядочение в дислокационной структуре. Фазовые переходы / Н.А. Конева, Э.В. Козлов // Изв. АН. Сер. физическая. – 2002. – Т. 66, №6. – С. 824-829.
73. Козлов Э.В. Эволюция дислокационной субструктуры и термодинамика пластической деформации металлических материалов / Э.В. Козлов, В.А. Старенченко, Н.А. Конева // Металлы. – 1993. – №5. – С. 152-161.

74. Thermodynamics of substructure transformations under plastic deformation of metals and alloys / N.A. Koneva, E.V. Kozlov, L.I. Trishkina, E.E. Pekarskaya // Mater. Sci. and Eng. A. – 1997. – P.614-616.
75. Role of internal stress field at various stages of strain hardening / E.V. Kozlov, N.A. Koneva, D.V. Lychagin, L.I. Trishkina // The Physics of Metals and Metallography. – 2000. – V. 90. – P. 559-567.
76. Копецкий Ч.В. Границы зерен в чистых материалах / Ч.В. Копецкий, А.Н. Орлов, Л.К. Фионова // – М.: Наука, 1987. – 158 с.
77. Сахарова Н. О. Особливості пластичної деформації та руйнування двовимірних полікристалів алюмінію та міді: дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук: 01.04.07 / Сахарова Наталія Олексіївна. – Харків, 1999. – 158 с.
78. Шеховцов О. В. Ротаційні ефекти при пластичній деформації двовимірних полікристалів із ГЦК-граткою: дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук: 01.04.07 / Шеховцов Олег Валерійович. – Харків, 2005. – 146 с.
79. Влияние ротационной структуры на разрушение двумерных поликристаллов алюминия / Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, О.В. Шеховцов, Р.В. Шуринов // Деформация и разрушение материалов. – 2007. – № 12.– С. 17-21.
80. Badiyan E.E. Special features of plastic deformation and failure of aluminium two-dimensional polycrystals / E.E. Badiyan, A.G. Tonkoprjad, N.A. Sakharova // Functional Materials. – 1996. – Vol. 3, № 1. – P. 81-83.
81. Шуринов Р. В. Ориентационные изменения и закономерности возникновения и развития трещин в процессе пластической деформации двумерных поликристаллов алюминия при комнатной температуре: дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук: 01.04.07 / Шуринов Роман Володимирович. – Харків, 2008. – 131 с.
82. Formation of micro-discontinuities during thermal processing and plastic deformation of polycrystalline materials / E.E. Badiyan, A.G. Tonkoprjad, O.V.

- Shekhovtsov, R.V. Shurinov // *Functional Materials*. – 2008. – Vol. 15, № 2. – P. 198-202.
83. Crystal-geometrical model of grain boundaries structure / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Sakharova N.A. [et. al.] // *Functional Materials*. – 2004. – Vol. 11, №.4 – P. 789-795.
84. О форме и протяженности тройных стыков границ зерен в поликристаллах / Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, Н.А. Сахарова, О.В. Шеховцов // *Вісник ХДУ, серія "Фізика"*. – 1999. – № 440, вип.3.– С. 89-92.
85. Даниленко В. Н., Миронов С. Ю., Беляков А. Н., Жиляев А. П. Применение EBSD анализа в физическом материаловедении (обзор) // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*, № 2. – 2012. – Т. 78. – С. 28-46.
86. Adams B. L. Orientation imaging: the emergence of a new microscopy/ B. L. Adams, S. I. Wright, K. Kunze // *Metal. Trans. A*. – 1993. – Vol. 24. – P. 819-831.
87. Humphreys F. J. Review grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction / F. J. Humphreys // *J. Mater. Sci*. – 2001. – Vol. 36. – P. 3833-3854.
88. Wilkinson A. J. A new method for determining small misorientations from electron back scatter diffraction patterns / A. J. Wilkinson // *Scripta Mater*. – 2001. – Vol. 44. – P. 2379-2385.
89. Оптическая методика исследования *in situ* ориентационных и структурных изменений, сопровождающих пластическую деформацию поликристаллических образцов / Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, О.В. Шеховцов [и др.] // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. – 2010. – Т. 76. – № 8. – С. 34-38.
90. Optical Technique for the In Situ Study of Orientation and Structure Changes Accompanied the Plastic Deformation of Polycrystalline Specimens of Aluminum / E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, O.V. Shehovtsov [et. al.]// *Inorganic Materials*. – 2011. – №15. – P. 1663-1666.

91. Патент 89743 Україна, МПК G01B 11/16. Спосіб контролю орієнтаційних змін у кристалічних матеріалах *in situ* в процесі зовнішнього впливу / Бадіян Є. Ю., Тонкопряд А. Г., Шеховцов О. В., Шурінов Р. В.; Заяв. і патентовласник ХНУ імені В.Н. Каразіна. – № а 2009 06455; заявл. 22.06.09; опубл. 25.02.10, Бюл. №4.
92. Determination of Characteristics of Substructure and Orientation Inhomogeneity in Polycrystalline Specimens / Badiyan E. E., Tonkopryad A. G., Shekhovtsov O. V. [et. al.] // Functional Materials. – 2014.– V. 21, № 3. – P. 307-312.
93. Оптические методики для исследования *in situ* ориентационных и структурных изменений, сопровождающих пластическую деформацию поликристаллических образцов / Т.Р. Зетова, Е.Е. Бадіян, А.Г. Тонкопряд [и др.] // IX Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 1 – 4 грудня 2009 р., Україна: Матер. конф. – Харків: ХНУ імені В.Н. Каразіна, – 2009. – С.127.
94. Оптическая методика определения структурных характеристик поликристаллических образцов и их изменения в процессе пластической деформации / Т.Р. Зетова, Е.Е. Бадіян, А.Г. Тонкопряд [и др.] // 52-я Международная научная конференция “Актуальные проблема прочности”: сборник тезисов докладов. 4 – 8 июня 2012 года. г. Уфа, Россия. – Уфа: РИЦ БашГУ, – 2012. – С. 45.
95. Смирнов Б.И. Рентгенографическое исследование малоугловых и большеугловых разориентаций при ползучести кристаллов LiF / Б.И. Смирнов, Р.С. Чуднова, В.В. Шпейзман //Физика твердого тела. – 2005. – Т. 47. – вып. 10. – С. 1799-1805.
96. Патент 104249 Україна, МПК (2013.01), G01N 21/00, G01N 33/20 (2006.1). Спосіб візуалізації орієнтаційної неоднорідності та морфології поверхні монокристала або окремих зерен полікристала / Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шурінов Р.В., Зетова Т.Р., Казачкова К.С.;



- Заяв. і патентовласник ХНУ імені В.Н. Каразіна. – № а 2012 14845; заявл. 24.12.12.; опубл. 10.01.14, Бюл. №1.
97. Визуализация субструктурной и ориентационной неоднородности в отдельных зернах поликристаллических образцов / Т.Р. Зетова, Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд [и др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2014. – Т. 80. – № 8. – С. 37-40.
98. Гинье А. Рентгенография кристаллов. Теория и практика / А. Гинье; [Пер. с франц. Е.Н. Беловой, С.С. Квитки, В. П. Тарасовой под ред. Н. В. Белова]. – М.: ГИФМЛИ, 1961. – 604 с.
99. Уманский Я. С. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я. С. Уманский, Ю.А. Скаков, А.Н. Иванов, Л.Н. Расторгуев // Металлургия, 1982. – 632 с.
100. Миркин Л. И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов / Л. И. Миркин; [Под ред. Я.С. Уманского]. – М.: ГИФМЛИ, 1961. – 864 с.
101. Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В. Вісник ХНУ, № 558, серія «Фізика». – вип. 6.– 2002. – С. 91-94.
102. Computer indexing Laue diffraction pattern, the determination of the crystallographic orientation of the grains relative to the main directions in the crystal and the Schmid factor for all slip systems / T. R. Zetova, E.V. Ftemov, A.G. Tonkopryad, E.E. Badiyan // Вісник ХНУ, № 1158, серія «Фізика», вип. 22.– 2015. – С. 31-34.
103. Brandon D.G. The structure of high-angle grain boundaries / D.G. Brandon // Acta metal. – 1966. – Vol. 14. – № 11. – P.1479-1484.
104. Зетова Т.Р. Субструктурные и ориентационные изменения в поликристаллических образцах алюминия в процессе их деформирования / Т.Р. Зетова // IX Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 1 – 4 грудня 2015 р.: Матер. конф. – Харків: ХНУ імені В.Н. Каразіна. – 2015. – С. 53.

105. Substructure and orientation heterogeneity of polycrystalline aluminum and its changes during plastic deformation / E.E.Badiyan, A.G.Tonkopryad, O.V.Shekhovtsov [et.al.] // *Functional Materials*, 23 – 2016. – № 4. – P. 561-569.
106. Local disordering and reordering phenomena induced by mobile dislocations in short-range-ordered solid solutions / J. Plessing, C. Achmus, H. Neuhauser [et. al.] // *Metallk.*, 88. – 1997. – P. 630.
107. Веттегрень В.И. Динамика нанодефектов на поверхности нагруженного золота / В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светлов // *ФТТ*. – 1998. – Т. 40. – № 12. – С. 2180-2183.
108. Малыгин Г.А. Моделирование деформационного рельефа поверхности пластически деформируемого кристалла / Г.А. Малыгин // *Физика твердого тела*. – 2007. – том 49, вып. 8. – С. 1392-1397.
109. Зуев Л.Б. Макролокализация пластического течения в алюминии и соотношение Холла–Петча / Л.Б. Зуев, Н.В. Зариковская, М.А. Федосова // *Журнал технической физики*. – 2010. – том 80, вып. 9. – С. 68-74.
110. Полухин П.И. Физические основы пластической деформации / П.И. Полухин, С.С. Горелик, В.К. Воронцов // М.: *Металлургия*, 1982. – 584 с.
111. Investigation of origination and development of the surface deformation relief of crystalline materials by laser radiation / E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, O.V. Shekhovtsov [et. al.] // *Functional Materials*. – 2015.– V. 22, № 3. – P. 396-401.
112. Шуринов Р.В. Исследование разрушения при пластической деформации двумерных поликристаллов алюминия *in situ* с помощью WEB-камеры / Р.В. Шуринов, Т.Р. Зетова // *Научная конференция. Тез.докл.*, 21 апреля 2005 г. – Харьков: ХНУ. – 2005. – С. 3.
113. Влияние размера зерен и типа межзеренных границ на характер разрушения двумерных поликристаллов алюминия / О.В. Шеховцов, Р.В. Шуринов, Е.В. Осташко, Т.Р. Зетова // VII Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 15 – 14 грудня 2005 р., Україна: Матеріали конференції – Харків: Вид-во ХНУ імені В. Н. Каразіна. – 2005. – С. 68.

114. Шеховцов О.В. Кристаллографические особенности разрушения двумерных поликристаллов алюминия / О.В. Шеховцов, Р.В. Шуринов, Т.Р. Зетова // VIII Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах” 11 – 13 грудня 2007 р., Україна: Матеріали конференції – Харків: Вид-во ХНУ імені В. Н. Каразіна. – 2007. – С. 108.
115. Шеховцов О.В. Исследование кинетики развития трещин в процессе пластической деформации двумерных поликристаллов алюминия / О.В. Шеховцов, Р.В. Шуринов, Т.Р. Зетова // VIII Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 11 – 13 грудня 2007 р., Україна: Матеріали конференції – Харків: Вид-во ХНУ імені В.Н. Каразіна, – 2007. – С. 109.
116. Влияние микродефектной структуры и ориентационных факторов на разрушение поликристаллических фольг алюминия / Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, О.В. Шеховцов [и др.] // 47 Международная конференция "Актуальные проблемы прочности". Материалы конф., 1 – 5 июля 2008 г. – Нижний Новгород. – 2008. – С. 234-236.
117. Исследование механизмов пластической деформации и характера разрушения поликристаллических образцов алюминия в широком температурном интервале / Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, О.В. Шеховцов [и др.] // 18-я Международная конференция “Физика прочности и пластичности материалов”: сборник тезисов докладов. 2 – 4 июля 2012 года, г. Самара, Россия. – Самара: Самарский гос. тех. ун-т, – 2012. – С. 85.
118. Микроскопические механизмы пластической деформации и разрушения двумерных поликристаллов алюминия / Е.Е. Бадиян, А.Г. Тонкопряд, О.В. Шеховцов [и др.] // VII Международная конференция «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений» (MPFP-2013) 17-23 июня 2013 года, г. Тамбов. Вестник ТГУ, серия "Естественные и технические науки". – 2013. – Т. 18. – Вып. 4. – С. 84.

119. Zetova T. R. Extrusion and intrusion in plastically deformed copper foils / T. R. Zetova, E.E. Badiyan // Вісник ХНУ. – серія «Фізика», вип. 23. – 2015. – С. 39-42.
120. Features of structure of copper two-dimensional polycrystals obtained by recrystallization method and nature of its changes in process of plastic deformation / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shurinov R.V. [et. al.] // ISSN 1562-6016. PAST. – 2016. – №1(101). – P. 88-91.
121. Hunsche A. On the Formation of Extrusion - Intrusion Pairs During Fatigue of Copper./ A. Hunsche, P. Neumann // Advances in Fracture Research, Vol. 1. – Oxford, Pergamon Press. – 1981. – P. 273-279.
122. Д.В. Лычагин Классификация и масштабная иерархия структурных элементов деформации ГЦК-монокристаллов/ Лычагин Д.В., Старенченко В.А., Соловьева Ю.В.// Физическая мезомеханика 8, 6. – 2005.– С. 67-77.
123. Forsyth P.J.E. Fatigue damage and crack growth in aluminum alloys / P.J.E. Forsyth // Acta Metall. 11. – 1963. – P. 703-715.

## Додаток А

## СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

НАУКОВІ ПРАЦІ, В ЯКИХ ОПУБЛІКОВАНІ ОСНОВНІ НАУКОВІ  
РЕЗУЛЬТАТИ ДИСЕРТАЦІЇ

1. Бадиян Е.Е. Оптическая методика исследования *in situ* ориентационных и структурных изменений, сопровождающих пластическую деформацию поликристаллических образцов / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В. **Зетова Т.Р.** // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2010. – Т. 76, № 8. – С. 34–38.
2. Badiyan E.E. Optical Technique for the In Situ Study of Orientation and Structure Changes Accompanied the Plastic Deformation of Polycrystalline Specimens of Aluminum / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O. V., Shurinov R. V., **Zetova T.R.** // Inorganic Materials. – 2011. – №15. – P. 1663–1666.
3. Бадиян Е.Е. Визуализация субструктурной и ориентационной неоднородности в отдельных зернах поликристаллических образцов / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.**, Казачкова Е.С. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2014. – Т.80, № 8. – С. 37–40.
4. Badiyan E. E. Determination of Characteristics of Substructure and Orientation Inhomogeneity in Polycrystalline Specimens / Badiyan E. E., Tonkopryad A. G., Shekhovtsov O. V., Shurinov R. V., **Zetova T. R.**, Kazachkova K. S. // Functional Materials. – 2014.– V. 21, № 3. – P. 307–312.
5. Badiyan E.E. Investigation of origination and development of the surface deformation relief of crystalline materials by laser radiation / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shekhovtsov O.V., Shurinov R.V., **Zetova T. R.**, Kazachkova K. S // Functional Materials. – 2015.– V. 22, № 3. – P. 396-401.

6. **Zetova T. R.** Computer indexing Laue diffraction pattern, the determination of the crystallographic orientation of the grains relative to the main directions in the crystal and the Schmid factor for all slip systems / **Zetova T. R.**, Ftemov E.V., Tonkopryad A.G., Badiyan E.E. // Вісник ХНУ. – № 1158. – серія «Фізика». – вип. 22. – 2015. – С. 31 – 34.
7. **Zetova T. R.** Extrusion and intrusion in plastically deformed copper foils / **Zetova T. R.**, Badiyan E.E. // Вісник ХНУ. – серія «Фізика». – вип. 23. – 2015. С 39 – 42.
8. Badiyan E.E. Features of structure of copper two-dimensional polycrystals obtained by recrystallization method and nature of its changes in process of plastic deformation / Badiyan E.E., Tonkopryad A.G., Shurinov R.V., **Zetova T. R.**, Talakh S.V., Dergacheva A.V. // ISSN 1562-6016. PAST. – 2016, №1 (101). – P. 88 – 91.
9. E.E.Badiyan. Substructure and orientation heterogeneity of polycrystalline aluminum and its changes during plastic deformation / E.E.Badiyan, A.G.Tonkopryad, O.V.Shekhovtsov, R.V.Shurinov, **T.R.Zetova** // Functional Materials. 23 – 2016, № 4. – P. 561 – 569.

#### **НАУКОВІ ПРАЦІ, ЯКІ ЗАСВІДЧУЮТЬ АПРОБАЦІЮ МАТЕРІАЛІВ ДИСЕРТАЦІЇ**

1. Шеховцов О.В. Влияние размера зерен и типа межзеренных границ на характер разрушения двумерных поликристаллов алюминия / Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., Осташко Е.В., **Зетова Т.Р.** // VII Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 15 – 14 грудня 2005 р., Україна: Матеріали конференції – Харків: Вид-во ХНУ імені В. Н. Каразіна. – 2005. – С. 68.

Виступ зі стендовою доповіддю.

2. Шеховцов О.В. Кристаллографические особенности разрушения двумерных поликристаллов алюминия / Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // VIII Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в

твердих тілах” 11 – 13 грудня 2007 р., Україна: Матеріали конференції – Харків: Вид-во ХНУ імені В. Н. Каразіна. – 2007. – С. 108.

Виступ зі стендовою доповіддю.

3. Шеховцов О.В. Исследование кинетики развития трещин в процессе пластической деформации двумерных поликристаллов алюминия / Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // VIII Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 11 – 13 грудня 2007 р., Україна: Матеріали конференції – Харків: Вид-во ХНУ імені В.Н. Каразіна. – 2007. – С.109.

Виступ зі стендовою доповіддю.

4. Бадиян Е.Е. Влияние микродефектной структуры и ориентационных факторов на разрушение поликристаллических фольг алюминия / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // 47 Международная конференция "Актуальные проблемы прочности". Материалы конф., 1 – 5 июля 2008 г. – Нижний Новгород. – 2008. – С. 234 – 236.

Виступ зі стендовою доповіддю.

5. Бадиян Е.Е. Оптические методики для исследования *in situ* ориентационных и структурных изменений, сопровождающих пластическую деформацию поликристаллических образцов / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // IX Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 1 – 4 грудня 2009 р., Україна: Матер. конф. – Харків: ХНУ імені В.Н. Каразіна. – 2009. – С. 127

Виступ зі стендовою доповіддю.

6. Бадиян Е.Е. Влияние упрочняющих покрытий из нитрида титана на развитие пластической деформации и механические свойства двумерных поликристаллов алюминия / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // IX Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 1 – 4 грудня 2009 р., Україна: Матер. конф. – Харків: ХНУ імені В.Н. Каразіна. – 2009. – С. 53.

Виступ зі стендовою доповіддю.

7. Бадиян Е.Е. Оптическая методика определения структурных характеристик поликристаллических образцов и их изменения в процессе пластической деформации / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // 52-я Международная научная конференция “Актуальные проблемы прочности”: сборник тезисов докладов. 4 – 8 июня 2012 р., г. Уфа, Россия. – Уфа: РИЦ БашГУ. – 2012. – С. 45.

Виступ зі стендовою доповіддю.

8. Бадиян Е.Е. Исследование механизмов пластической деформации и характера разрушения поликристаллических образцов алюминия в широком температурном интервале / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // 18-я Международная конференция “Физика прочности и пластичности материалов”: сборник тезисов докладов. 2 – 4 июля 2012 р., м. Самара, Россия. – Самара: Самарский гос. тех. ун-т. – 2012. – С. 85.

Виступ зі стендовою доповіддю.

9. Бадиян Е.Е. Микроскопические механизмы пластической деформации и разрушения двумерных поликристаллов алюминия / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.** // VII Международная конференция «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений» (MPFP-2013) 17 – 23 июня 2013 р., м. Тамбов. Вестник ТГУ, серия "Естественные и технические науки". – 2013. – Т. 18. – Вып. 4. – С. 84.

Виступ зі стендовою доповіддю.

10. Бадиян Е.Е. Исследование *in situ* дислокационного скольжения при пластической деформации фольг Al с помощью лазерного излучения / Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В., **Зетова Т.Р.**, Казачкова Е.С // Международная конференция "Физика прочности и пластичности материалов". Сб. тез., 8 – 11 июня 2015 г. – Самара. – 2015. – С. 136.

Виступ зі стендовою доповіддю.



11. **Зетова Т.Р.** Субструктурные и ориентационные изменения в поликристаллических образцах алюминия в процессе их деформирования / **Зетова Т.Р.** // IX Міжнародна наукова конференція “Фізичні явища в твердих тілах”, 1 – 4 грудня 2015 р.: Матер. конф. – Харків: ХНУ імені В.Н. Каразіна. –2015. – С. 53.

Виступ перед учасниками конференції на пленарному засіданні секції.

### **НАУКОВІ ПРАЦІ, ЯКІ ДОДАТКОВО ВІДОБРАЖАЮТЬ НАУКОВІ РЕЗУЛЬТАТИ ДИСЕРТАЦІЇ**

1. Патент 93021 Україна, МПК G01N 21/00, G01N 21/17, G01N 33/20. Спосіб визначення кристалографічної орієнтації зерен на поверхні полікристалічного зразка / Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шурінов Р.В., **Зетова Т.Р.**; Заяв. і патентовласник ХНУ імені В.Н. Каразіна. – № а 2010 02923; заявл. 15.03.10; опубл. 27.12.10. – Бюл. №24.
2. Патент 104249 Україна, МПК (2013.01), G01N 21/00, G01N 33/20 (2006.1). Спосіб візуалізації орієнтаційної неоднорідності та морфології поверхні монокристала або окремих зерен полікристала / Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шурінов Р.В., **Зетова Т.Р.**, Казачкова К.С. Заяв. і патентовласник ХНУ імені В.Н. Каразіна. – № а 2012 14845; заявл. 24.12.12.; опубл. 10.01.14. – Бюл. №1.