

**Міністерство освіти і науки України**  
**Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна**  
**Фізичний факультет**  
**Кафедра фізики твердого тіла**

«Допущено до захисту»  
В. о. завідувача кафедри  
фізики твердого тіла  
проф. Зиман З.З. \_\_\_\_\_  
« \_\_\_\_ » червня 2025 р.

Оцінка « \_\_\_\_\_ »  
Голова ЕК  
\_\_\_\_\_  
« \_\_\_\_ » червня 2025 р.

Шуринов Микита Романович

**Особливості внутрішньозеренних розворотів при пластичному  
деформуванні полікристалічних зразків алюмінію**

Кваліфікаційна робота  
на здобуття освітнього ступеня  
«Бакалавр» за спеціальністю  
104 Фізика та астрономія  
освітньо-професійна програма «фізика»

Науковий керівник:  
кандидат фіз.-мат наук  
проф. Є. Бадіян

Рецензент:  
кандидат фіз.-мат. наук, старший  
науковий співробітник А. Пойда

**Харків 2025**

## АНОТАЦІЯ

Шурінов М.Р. Особливості внутрішньозеренних розворотів при пластичному деформуванні полікристалічних зразків алюмінію. – Рукопис.

Кваліфікаційна робота на здобуття освітнього ступеня «Бакалавр» за спеціальністю 104 Фізика та астрономія освітньо-професійна програма «фізика». – Харків: Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна, 2025. – 30 с., – Табл. 1. – Іл. 17.

У роботі представлено результати експериментального дослідження особливостей внутрішньозеренних розворотів кристалічної ґратки при пластичній деформації полікристалічних зразків алюмінію. Основну увагу приділено аналізу механізмів деформаційного зміцнення, ролі меж зерен та закономірностям кристалографічних розворотів у процесі пластичної деформації.

У першому розділі розглянуто основні механізми пластичної деформації, зокрема дислокаційне ковзання та двійникування, а також їхню залежність від типу кристалічної ґратки. Особливу увагу приділено деформаційному зміцненню монокристалів і полікристалів, а також впливу меж зерен на процеси пластичної деформації. Обговорено сучасні експериментальні методики, які застосовуються для вивчення орієнтаційних змін у деформованих матеріалах.

Другий розділ присвячено експериментальним дослідженням внутрішньозеренних розворотів у полікристалічних зразках алюмінію з використанням високороздільних методів, зокрема колірних орієнтаційних карт і рентгенівської дифракції. Показано, що розвороти кристалічної ґратки можуть відбуватися різними способами: локально в тілі зерна, поблизу меж, а також у вигляді кооперативних процесів, що охоплюють кілька зерен. Встановлено, що характер розворотів залежить від кристалографічної орієнтації зерен, рівня деформації та структурного стану матеріалу.

**Ключові слова:** пластична деформація, полікристалічний алюміній, внутрішньозеренні розвороти, дислокаційне ковзання, деформаційне зміцнення, межі зерен, орієнтаційні зміни.

## ANNOTATION

Shurinov M.R. Peculiarities of intragranular rotations during plastic deformation of polycrystalline aluminum samples – Manuscript.

Qualification work for obtaining the educational degree "Bachelor" in the specialty 104 Physics and Astronomy educational and professional program "Physics" – Kharkiv: V. N. Karazin Kharkiv National University, 2025. – 30 p, – Fig. 17 .

The work presents the results of an experimental study on the features of intragranular rotations in the crystal lattice during the plastic deformation of polycrystalline aluminum samples. The main focus is on the analysis of strain hardening mechanisms, the role of grain boundaries, and the regularities of crystallographic rotations during plastic deformation.

The first section discusses the fundamental mechanisms of plastic deformation, including dislocation slip and twinning, as well as their dependence on the type of crystal lattice. Special attention is given to strain hardening in single crystals and polycrystals, as well as the influence of grain boundaries on the plastic deformation processes. Modern experimental techniques used to study orientation changes in deformed materials are also reviewed.

The second section is devoted to experimental investigations of intragranular rotations in polycrystalline aluminum samples using high-resolution methods, including orientation color maps and X-ray diffraction. It is shown that lattice rotations can occur in various ways: locally within the grain interior, near grain boundaries, and as cooperative processes involving multiple grains. It is established that the nature of the rotations depends on the crystallographic orientation of the grains, the level of deformation, and the structural state of the material.

**Keywords:** plastic deformation, polycrystalline aluminum, intragranular rotations, dislocation slip, strain hardening, grain boundaries, orientation changes.

## ЗМІСТ

ВСТУП.....	5
АНАЛІТИЧНИЙ ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ	
РОЗДІЛ 1. МЕХАНІЗМИ ЗМІЦНЕННЯ ТА СТРУКТУРНІ ЗМІНИ ПРИ ПЛАСТИЧНІЙ ДЕФОРМАЦІЇ	6
1.1. Деформаційне зміцнення монокристалічних та полікристалічних зразків.....	6
1.2. Роль меж зерен при пластичному деформуванні полікристалічних зразків.....	9
1.3. Розвороти кристалічної ґратки при пластичному деформуванні полікристалічних зразків.....	10
ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА	
РОЗДІЛ 2. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ТА АНАЛІЗ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ РЕЗУЛЬТАТІВ	13
2.1. Зразки для експериментальних досліджень.....	13
2.2. Методи експериментального дослідження внутрішньозеренних розворотів кристалічної ґратки у процесі деформування полікристалічних зразків алюмінію .....	14
2.3. Результати експериментальних досліджень та їх обговорення.....	17
ВИСНОВКИ.....	26
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....	28

## ВСТУП

Добре відомо, що при деформуванні кристалічних зразків завжди відбуваються розвороти кристалічних ґратки. Такий спосіб релаксації напруженого стану в деформованому зразку призводить до структурних та орієнтаційних змін, які зрештою можуть впливати на закономірності розвитку пластичної деформації зразка та його руйнування. Останнім часом (2020 – 2025 рр.) опубліковано велику кількість оглядових і експериментальних робіт, присвячених дослідженню локалізації розворотів кристалічної ґратки при пластичному деформуванні різних полікристалічних зразків. Для експериментальних досліджень закономірностей пластичних розворотів використовуються найсучасніші методи, зокрема дифракція зворотно розсіяних електронів EBSD (Electron Backscatter Diffraction), цифрова кореляція зображень DIC (Digital Image Correlation), отриманих за допомогою сканувальної електронної мікроскопії, та інші.

Однією з основних проблем при дослідженні ґраткових розворотів є неможливість урахування впливу приповерхневих та внутрішніх зерен на розвороти, які фіксуються та досліджуються лише на поверхні зразка.

Друга проблема всіх відомих методів дослідження ґраткових розворотів у полікристалічних зразках при пластичному деформуванні полягає в локалізації області дослідження та неможливості простежити за закономірністю та розвитком розворотів у процесі деформування в різних областях зразка.

Для усунення першої проблеми в дипломній роботі експериментальні дослідження проведено на полікристалічних зразках, що містять лише наскрізні межі (двовимірні полікристали). У таких зразках відсутні як внутрішні, так і приповерхневі зерна. Експериментально показано, що в двовимірних полікристалах, через відсутність обмежень для розворотів у напрямку, перпендикулярному до поверхні зразка, останні проявляються досить яскраво.

Для вирішення другої проблеми в дипломній роботі використано апробовану, захищену патентами на винахід, високочутливу методику отримання від усієї поверхні зразка, безперервно в процесі деформування, кольорних та орієнтаційних карт. Це дозволило у дипломній роботі отримати нові експериментальні результати щодо розворотів кристалічної ґратки та визначити можливі механізми цих розворотів.

## **АНАЛІТИЧНИЙ ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ**

### **РОЗДІЛ 1. МЕХАНІЗМИ ЗМІЦНЕННЯ ТА СТРУКТУРНІ ЗМІНИ ПРИ ПЛАСТИЧНІЙ ДЕФОРМАЦІЇ**

#### **1.1. Деформаційне зміцнення монокристалічних та полікристалічних зразків**

Добре відомо, що основними механізмами пластичної деформації кристалічних зразків є дислокаційне ковзання та двійникування. Останній механізм реалізується в зразках із низькою енергією дефектів упаковки. Характер виникнення та розвитку дислокаційного ковзання визначається типом кристалічної ґратки.

Дислокаційне ковзання в кристалічних зразках завжди відбувається в певних кристалографічних напрямках у визначених площинах, так званих площинах ковзання. Індeksi цих площин і напрямків ковзання залежать від типу кристалічної ґратки. Так, у зразках із кубічною гранецентрованою ґраткою рух (ковзання) дислокацій відбувається в площинах типу (111) і в напрямках, що лежать у цих площинах – [011]. Площина ковзання та напрямок ковзання визначають так звану систему ковзання. Оскільки в кубічних гранецентрованих кристалах є 4 по-різному орієнтовані площини типу (111), а в кожній із них – по 3 напрямки ковзання [011], така ґратка має 12 систем ковзання. Іншими словами, у дислокацій теоретично є можливість ковзати в 12 різних напрямках.

У зразках з іншими типами кристалічної ґратки ковзання дислокацій відбувається в інших кристалографічних площинах і напрямках. У таблиці 1

[1] наведено можливі системи ковзання дислокацій для зразків із гексагонально щільноупакованою, кубічною гранецентрованою та кубічною об'ємноцентрованою ґраткою.

**Таблиця 1.** Системи ковзання у різних типах кристалічних ґраток

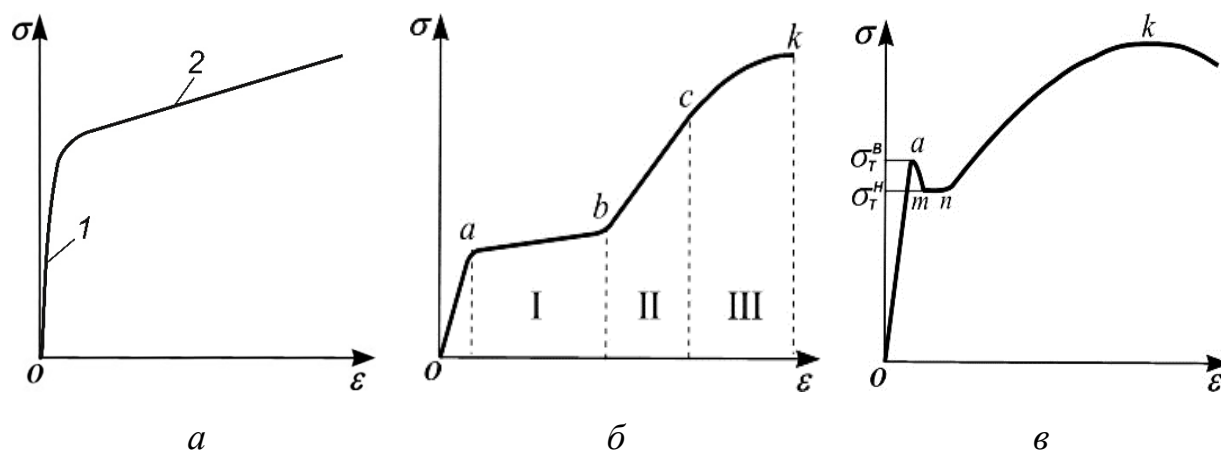
Тип кристалічної ґратки	Площина ковзання	Напрямок ковзання	Число систем ковзання
Гексагональна щільноупакована (ГПУ)	$\{0001\}, \{10\bar{1}1\}, \{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle, \langle 11\bar{2}2 \rangle, \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	3 – 6 (залежить від температури та умов)
Кубічна гранецентрована (ГЦК)	$\{111\}$	$\langle \bar{1}01 \rangle$	12
Кубічна об'ємноцентрована (ОЦК)	$\{110\}, \{211\}, \{123\}$	$\langle \bar{1}11 \rangle$	12 (або до 48 потенційно)

Цілком очевидно, що кількість можливих способів ковзання дислокацій у досліджуваних зразках має визначати закономірності розвитку пластичної деформації. Ковзання дислокацій виникає в одній із систем ковзання з максимальним, як правило, значенням фактора Шміда [2] (напруження, що діє на дислокацію). У процесі пластичної деформації відбувається розворот цієї первинної системи ковзання, що супроводжується зменшенням значення фактора Шміда, і ковзання переходить до нової системи або систем ковзання з більшим значенням фактора Шміда.

Усе це призводить до так званого деформаційного зміцнення, що має місце протягом усього процесу деформації зразка. У зв'язку з цим деформаційна крива для зразка, побудована в координатах  $\sigma = \sigma(\epsilon)$ , де  $\sigma$  – напруження деформування, а  $\epsilon$  – відносна деформація зразка, називається кривою деформаційного зміцнення. Таким чином, характер кривих

деформаційного зміцнення має визначатися наявністю в зразку можливих систем ковзання.

На рис. 1, *a–в* наведено криві деформаційного зміцнення в координатах  $\sigma = \sigma(\varepsilon)$  для монокристалічних зразків із кубічною гранецентрованою ґраткою (ГЦК), кубічною об'ємноцентрованою (ОЦК) та гексагонально щільноупакованою (ГПУ), що містять різну кількість систем ковзання.



**Рис. 1.** Криві деформаційного зміцнення в координатах  $\sigma = \sigma(\varepsilon)$ , де: (*a*) – гексагональна щільноупакована ґратка; (*б*) – кубічна гранецентрована ґратка; (*в*) – кубічна об'ємноцентрована ґратка, що містить невелику кількість домішок.

Це знаходить своє відображення у формі деформаційних кривих. Так, у монокристалічних зразках із гексагональною щільноупакованою структурою, що містить лише одну систему ковзання, крива деформаційного зміцнення має лише одну стадію – стадію легкого ковзання (рис. 1, *a*) з низьким значенням коефіцієнта деформаційного зміцнення. Пластична деформація на цій стадії може перевищувати 100%.

На деформаційній кривій для кубічних гранецентрованих монокристалічних зразків (рис. 1, *б*) можлива наявність стадії легкого ковзання, однак гранична деформація зразка зазвичай досягає лише приблизно 20 – 30%.

На рис. 1,в наведена крива деформаційного зміцнення для монокристалічних зразків із кубічною об'ємноцентрованою граткою. Для таких зразків характерна наявність 48 систем ковзання.

## **1.2. Роль меж зерен при пластичному деформуванні полікристалічних зразків**

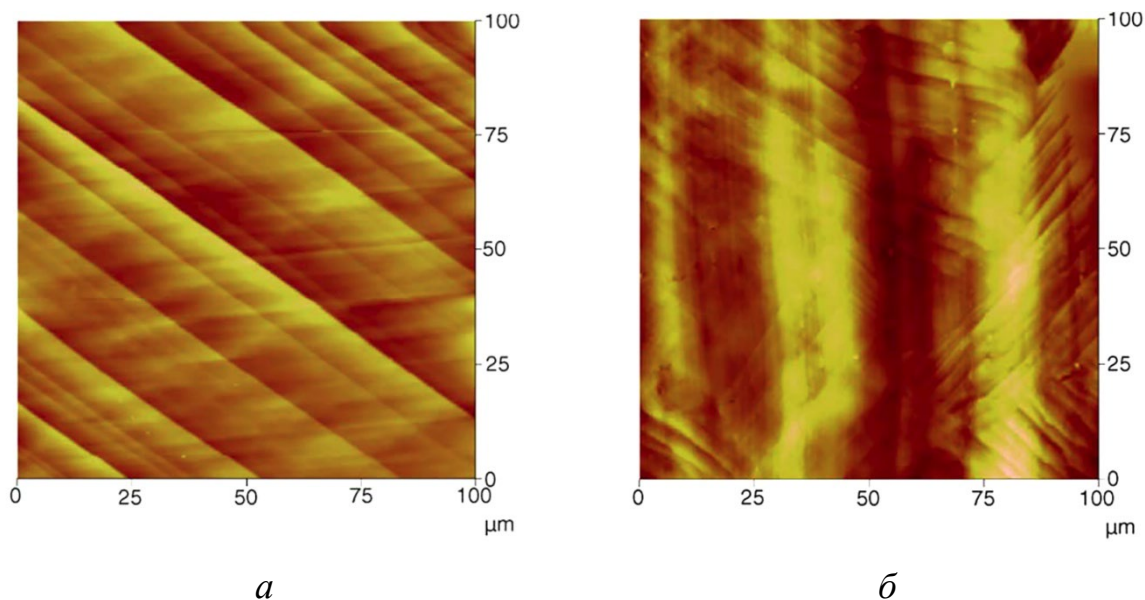
Роль меж зерен переважно має різко виражений бар'єрний характер. Це означає, що дислокації в процесі ковзання, як правило, не долають межі зерен. У разі проходження дислокацій через межу зерна можливі два механізми. Перший – це проходження дислокації через межу зерна. Проте цей процес є складним: іноді частина вектора Бюргерса залишається на межі зерна. У другому випадку відбувається генерація дислокацій із межі в сусіднє зерно. Бар'єрний ефект меж зерен описується законом Холла–Петча [3], який записується як таке математичне рівняння для границі плинності  $\sigma_T$ :

$$\sigma_T = \sigma_0 + kd^{-1/2}$$
, де  $d$  – середній розмір зерен,  $\sigma_0$  і  $k$  – константи, що характеризують матеріал зразка.

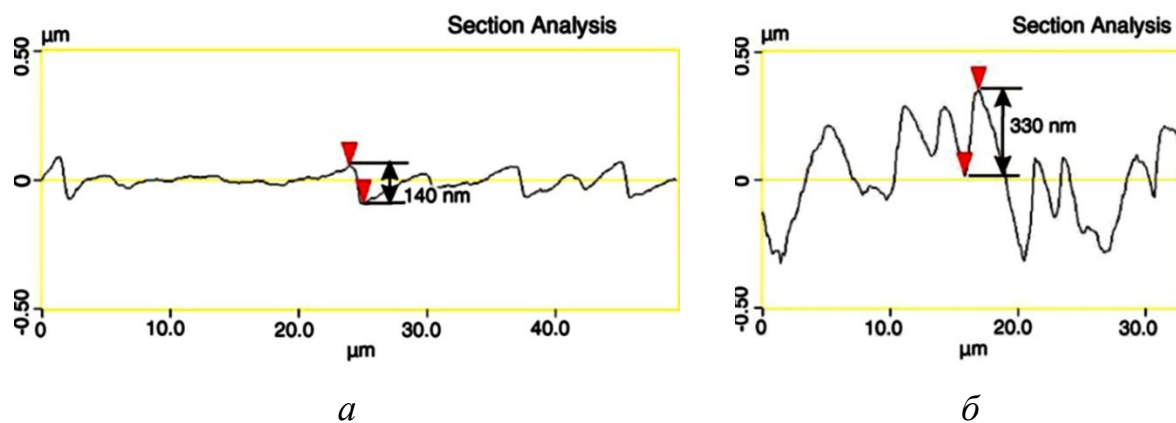
Численні експерименти показують, що залежність Холла–Петча досить добре виконується для полікристалічних зразків, середній розмір зерен яких знаходиться в інтервалі від 1 мкм до 10 мм.

Межі зерен можуть відігравати не лише роль перешкоди для рухомих дислокацій, але й змінювати закономірності виникнення та розвитку ковзання в ділянках зразка, віддалених від меж зерен. Результати таких досліджень наведено на рис. 2 і рис. 3. На рис. 2 приведено мікрофотографії деформаційного рельєфу, що виникає в результаті ковзання дислокацій у монокристалічному зразку алюмінію та в центральній частині, одного із зерен, полікристалічного зразка алюмінію. Ці мікрофотографії, отримані за допомогою фотоемісійного мікроскопа, досить переконливо свідчать про відмінності характеру деформаційного рельєфу, що виникає на поверхні моно- та полікристалічних зразків на початковій стадії пластичної деформації.

На рис. 3 наведено результати дослідження деформаційного рельєфу на поверхні деформованих зразків за допомогою атомно-силового мікроскопа. Ці результати отримано для ділянок поверхні зразка, що показані на рис. 2.



**Рис. 2.** Деформаційний рельєф, що виникає на поверхні монокристалічного (а) та полікристалічного (б) зразка, на початковій стадії пластичного деформування. Фотоемісійна методика. [4]



**Рис. 3.** Деформаційний рельєф, виявлений на поверхні деформування зразків за допомогою атомного силового мікроскопа а – монокристал, б – полікристал.

### 1.3. Розвороти кристалічної ґратки при пластичному деформуванні полікристалічних зразків

Добре відомо, що при пластичному деформуванні полікристалічних зразків, незалежно від умов деформування та структурного стану, відбувається

розворот кристалічної ґратки в будь-якій ділянці зразка. Такий розворот може виникати на ранніх стадіях пластичної деформації та визначати подальший характер її розвитку, призводити до субструктурних змін або руйнування зразка.

Останнім часом експериментальному вивченню розворотів кристалічної ґратки в полікристалічних зразках при їх пластичної деформації присвячено велику кількість досліджень. Так, у [5] досліджено орієнтаційні зміни при пластичному деформуванні на розтяг полікристалічних зразків нікелю Ni (99,52%). На поверхні зразків у процесі деформації спостерігався ефект шорсткості, зумовлений розворотом окремих зерен. Характер і величина цього розвороту залежали від кристалографічної орієнтації зерен. Частина зерен у процесі деформації зразка піднімалася над поверхнею зразка, інші зерна опускалися щодо цієї поверхні. Показано, що якщо орієнтація зерен близька до напрямків [001] або [111], такі зерна мають тенденцію до опускання. Для зерен з іншими орієнтаціями відносно осі розтягування можливе як підняття, так і опускання щодо поверхні зразка.

Автори [5] зазначають одну з основної проблеми при вивченні орієнтаційних змін на поверхні полікристалічних зразків при їх деформуванні – це наявність приповерхневих і внутрішніх зерен. Вони можуть суттєво впливати на орієнтаційні зміни, що фіксуються на поверхні зразка, а передбачити характер цього впливу практично неможливо. На нашу думку, це важливе зауваження повною мірою стосується й інших експериментальних досліджень.

У [6] наведено ґрунтовний огляд сучасних методик, що дають змогу визначати локалізацію пластичної деформації в різних масштабах довжин – від макро- до мезомасштабів.

У [7] представлено результати дослідження визначення кристалографічної орієнтації зерен полікристалічного зразка танталу в процесі його розтягування з використанням методу дифракції зворотно відбитих електронів (EBSD). Для цього спеціальний пристрій для деформування було

встановлено всередині сканувального електронного мікроскопа. Максимальна деформація зразків становила приблизно 20%. Експериментально показано, що в процесі деформування зразка зміна кристалографічної орієнтації відбувалася в об'ємі зерна неоднорідно. Найбільші зміни орієнтації в процесі деформування зразка фіксувалися поблизу меж зерен. Так, при досягненні деформації зразка  $\approx 15\%$ , зміна орієнтації в області поблизу межі зерна перевищувала  $20^\circ$  відносно орієнтації всього зерна до деформування. Це дозволило зробити висновок, що пригранічні області зерен є переважними зонами для початкового розвороту та розвитку субзеренної структури.

У дослідженні [8], де вивчалася можлива кореляція між локальною дезорієнтацією та пластичною деформацією в полікристалах міді за допомогою методу EBSD, було показано, що розкид орієнтаційних змін у зернах добре корелює із середньою за зерном пластичною деформацією.

У дослідженні еволюції розворотів кристалічної ґратки в зразках сплаву Inconel 718 [9] було встановлено, що в більшості зерен, незалежно від їх розміру та кристалографічної орієнтації, в окремих ділянках виникають розвороти кристалічної ґратки, які згодом охоплюють усе зерно. Результати досліджень показують, що розвороти кристалічної ґратки в зерні сплаву на ранніх стадіях пластичної деформації мають неоднорідний характер.

У [10] досліджувалися закономірності деформації та розворотів кристалічної ґратки при випробуванні монокристалічних зразків нікелевих суперсплавів в умовах повзучості ( $750^\circ\text{C}$  і  $750\text{ МПа}$ ). Показано, що виявлені орієнтаційні та асинхронні розвороти кристалічної ґратки спричиняють анізотропію повзучості, збільшення величини розворотів і посилення їх асинхронності, що в підсумку призводить до анізотропії деформації при повзучості.

У [11] за допомогою EBSD проводилися дослідження зміни кристалографічної орієнтації зерен, яка відбувається при пластичній деформації полікристалічних зразків. Показано, що в процесі одновісного розтягування полікристалічних зразків усередині зерен відбувається розворот

кристалічних ґрат, як наслідок кристалографічного ковзання. Цей розворот у тілі зерна обмежується ґратками сусідніх зерен, що визначає величину розвороту всередині зерна. Експериментально показано, що локальна орієнтація поблизу меж зерен після деформування зразка значно відрізняється від орієнтації усередині зерен.

У [12] були визначені розвороти кристалічної ґратки та їх величина в полікристалічних зразках сплаву на основі титану. Показано, що внутрізеренні розвороти, які виникають на початковій стадії деформування, які перевищують  $5^\circ$ , впливають на подальшу мікромеханічну поведінку зерен.

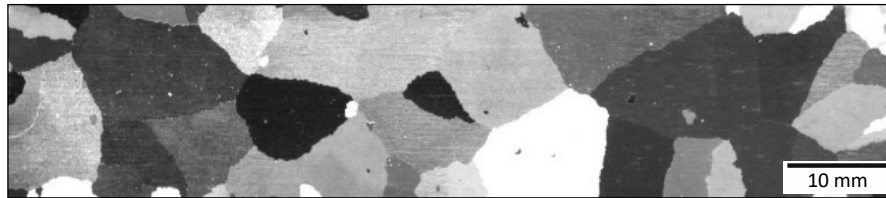
## **ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА**

### **РОЗДІЛ 2. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ТА АНАЛІЗ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ РЕЗУЛЬТАТІВ**

#### **2.1. Зразки для експериментальних досліджень**

В якості об'єктів дослідження використовувалися полікристалічні зразки алюмінію 99,97%, середній розмір зерен у зразках становив 10–20 мкм (рис. 4). Усі зразки були отримані шляхом підбору режиму рекристалізації. Вихідним матеріалом слугувала стрічка полікристалічного алюмінію товщиною 0,15 мм, яка отримана прокаткою. Початковий середній розмір зерен у ній становив 0,1 мкм. Із цієї стрічки вирізали зразки розміром 100 мкм × 20 мкм.

Після вирізання обидві поверхні зразків ретельно шліфувалися та полірувалися. Усі зразки після такої механічної обробки піддавалися первинному відпалу при температурі 400 °С протягом 3 годин та подальшій деформації на 2–4% в умовах одноосьового розтягування. Останнім етапом обробки зразків був рекристалізаційний відпал при температурі 640 °С протягом 5 годин. З метою виявлення меж зерен використовувався відомий метод хімічного травлення [13]: склад – 30 мл HCl, 20 мл HNO<sub>3</sub>, 5 мл HF, 30 мл H<sub>2</sub>O. Час травлення при кімнатній температурі становив 30 секунд.



**Рис. 4.** Мікрофотографія типового полікристалічного зразка алюмінію, одержаного в результаті термомеханічної обробки ( $T=400^{\circ}\text{C}$  (3 години) +  $\varepsilon(3,7\%)$  +  $T=640^{\circ}\text{C}$  (5 години)).

## **2.2. Методи експериментального дослідження внутрішньозеренних розворотів кристалічної ґратки у процесі деформування полікристалічних зразків алюмінію**

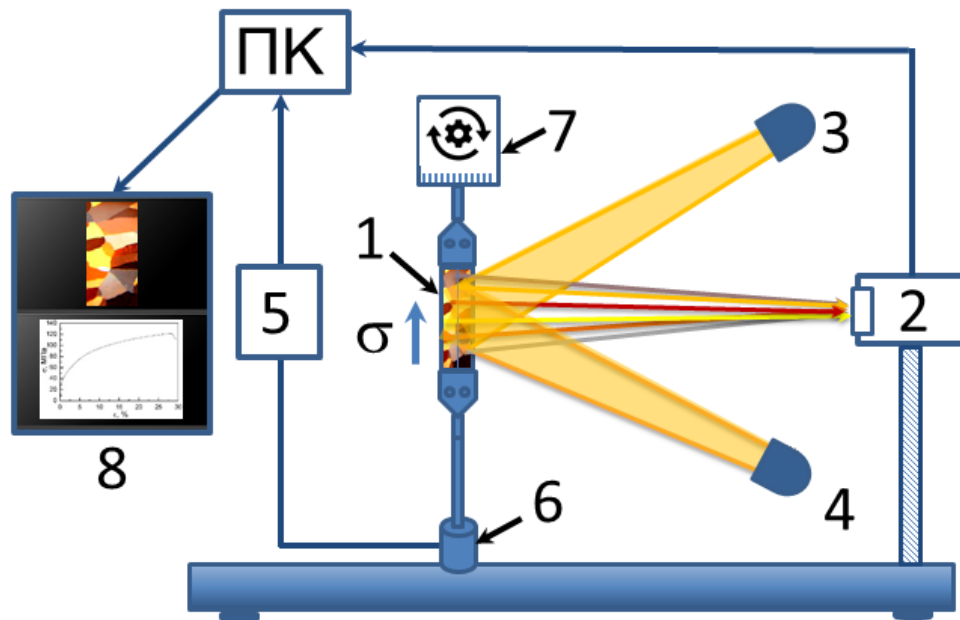
Після виявлення на поверхні зразка зерен і квазіперіодичної структури вони піддавалися дослідженню за допомогою рентгенівського методу Лауе. Кристалографічна орієнтація визначалась для всіх зерен зразка. За необхідності кристалографічна орієнтація окремих зерен визначалася і після деформації зразка. Усі зразки деформувалися на спеціальному пристрої в умовах одноосьового розтягування з постійною швидкістю. Схема пристрою наведена на рис. 5.

Пристрій дозволяв реєструвати деформаційну криву в координатах  $\sigma = \sigma(\varepsilon)$  (де  $\sigma$  – напруга,  $\varepsilon$  – деформація) та безперервно в процесі деформування отримувати колірні орієнтаційні карти [14–17] з усієї поверхні. Ця методика дала змогу простежити за різноманітним можливим способом і механізмів розворотів кристалічної ґратки при пластичній деформації полікристалічних зразків алюмінію. Лінійна роздільна здатність методики становила  $\approx 1$  мікрон, а кутова – кілька кутових хвилин.

Слід зазначити, що в процесі хімічного травлення на поверхні зразка виявлялися не лише межі зерен, але й квазіперіодична структура, характер якої відрізнявся для різних зерен полікристалічного зразка.

Як показано в [18], характер цієї квазіперіодичної структури залежав від кристалографічної орієнтації зерна, а сама структура призводила до дифракції

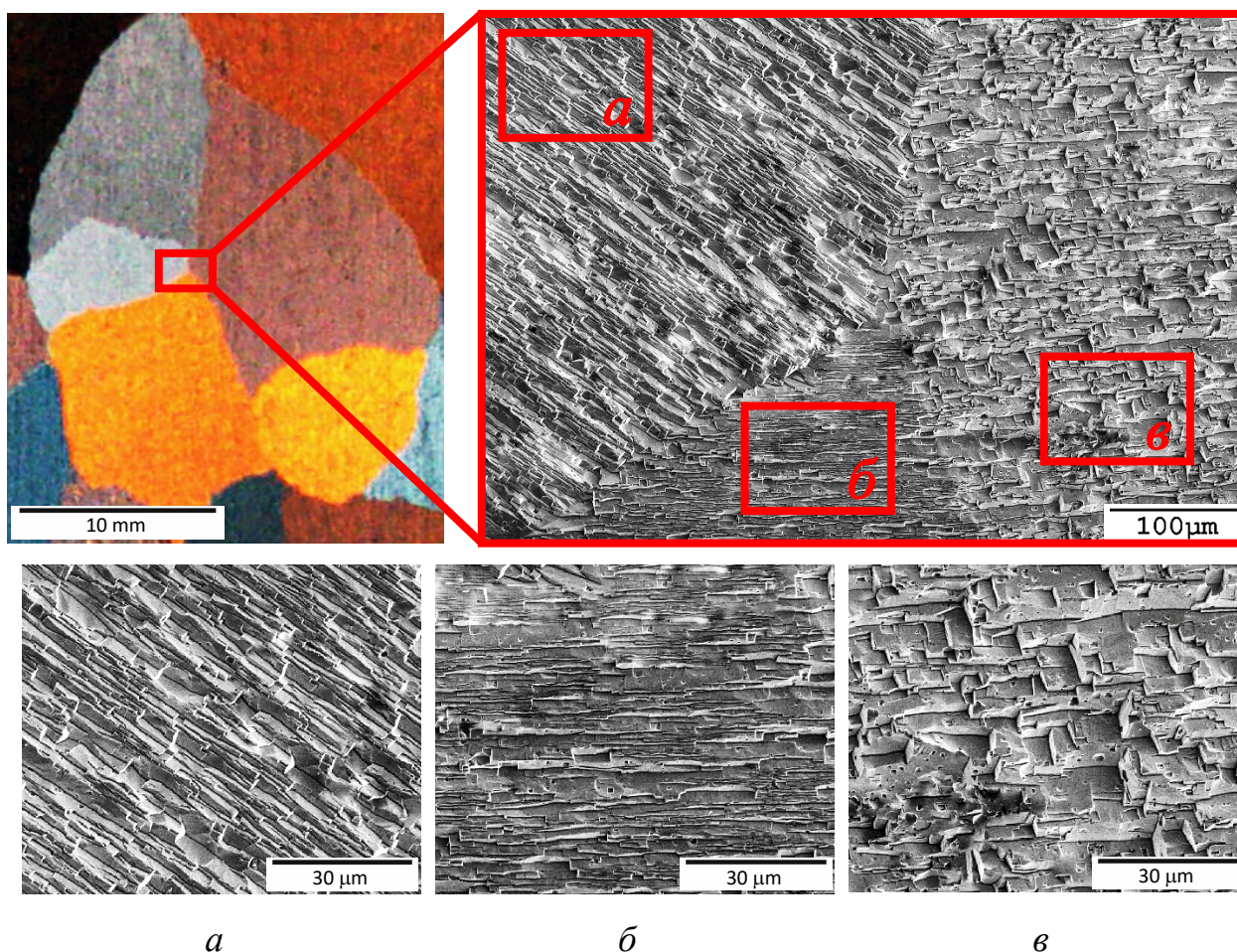
світла на ній. Це дозволяло отримувати з усієї поверхні зразка колірні орієнтаційні карти, де кольорове зображення поверхні зерен у кольоровому просторі RGB однозначно відповідало їх кристалографічній орієнтації.



**Рис. 5.** Схема пристрою для деформування з метою реєстрації деформаційної кривої ( $\sigma = \sigma(\epsilon)$ ), орієнтаційних і структурних змін in situ у процесі пластичної деформації полікристалічних зразків:

1 – зразок; 2 – цифрова WEB-камера; 3, 4 – джерела світла; 5 – цифровий мультиметр UT70D; 6 – вимірювальний міст; 7 – система переміщення захвату; 8 – монітор; ПК – програмний комплекс.

Дуже важливою обставиною є той факт, що всі межі зерен у зразках були наскрізними. По-перше, це дозволяло уникнути наявності поверхневих та внутрішніх (приповерхневих) зерен і таким чином виключити можливий їхній вплив на результати дослідження розворотів зерен, розташованих на поверхні зразка. По-друге, в таких зразках через відсутність стисненості в напрямку перпендикулярної поверхні зразка стають помітними орієнтаційні зміни, які не виявляються у звичайних тривимірних полікристалах, і це показано експериментально..



**Рис. 6.** Колірні орієнтаційна карта поверхні полікристалу алюмінію та мікрофотографії поверхні окремих зерен, одержані за допомогою растрового електронного мікроскопа.

На рис. 6 як приклад наведено колірні орієнтаційні карти 13 зерен полікристалічного зразка алюмінію з різною кристалографічною орієнтацією відносно осі розтягування. Вона зображена за допомогою основного стереографічного трикутника. На рисунку також представлена квазіперіодична структура, що виникає на поверхні кожного із зерен у результаті хімічного травлення поверхні зразка, а також дифракційні картини, отримані в результаті взаємодії лазерного випромінювання з кожною з цих структур поверхні зерен. Ці результати свідчать про однозначну відповідність між кристалографічною орієнтацією зерна та його кольоровим зображенням. Іншими словами, якщо в процесі деформування зразка змінюється кольорове

зображення певної ділянки поверхні зерна – це означає, що в цій ділянці відбулася орієнтаційна зміна.

### **2.3. Результати експериментальних досліджень та їх обговорення**

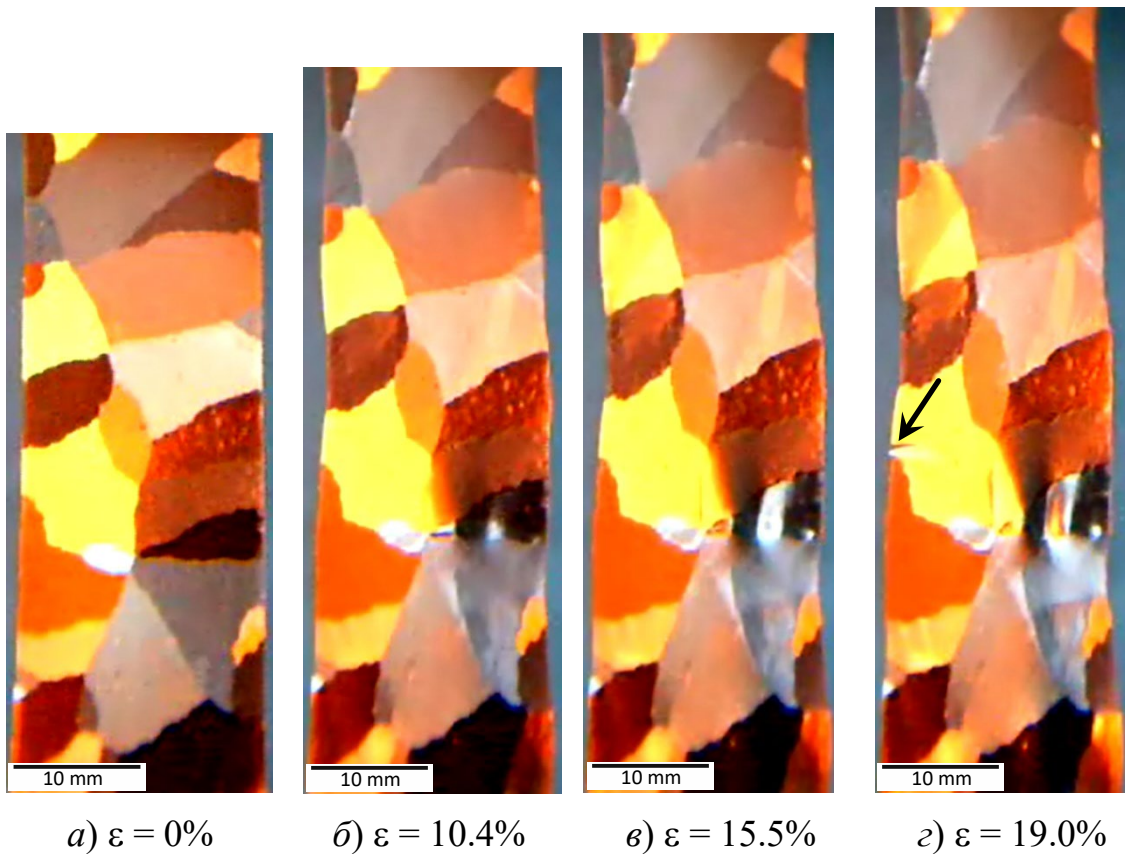
Використання високороздільної та високочутливої методики [19] отримання колірних орієнтаційних карт (КОК) з усієї поверхні зразка, безперервно в процесі його деформування, дозволило експериментально виявити не лише велике різноманіття можливих способів розворотів кристалічної ґратки, але й визначити їх механізми.

Об'єктом дослідження були обрані двовимірні полікристали алюмінію. Специфічною особливістю таких зразків є наявність у них лише наскрізних меж зерен. Експериментально показано, що, з одного боку, у таких зразках через відсутність обмежень у напрямку, перпендикулярному до поверхні зразка, ротаційні ефекти проявляються найяскравіше [20]. З іншого боку, відсутність внутрішніх і особливо приповерхневих зерен, які зазвичай впливають на розвороти кристалічної ґратки на поверхні зразка, за якими ведеться спостереження, дозволяє отримати надійну та об'єктивну інформацію про розвороти кристалічної ґратки в процесі деформування.

Експериментально показано, що в досліджених двовимірних полікристалах алюмінію розвороти кристалічної ґратки відбуваються на всіх етапах деформації зразка в будь-яких його областях і можуть призводити до утворення або розвитку субструктур, а також виникнення і поширення тріщин.

На рис. 7 і рис. 8 наведено результати дослідження розворотів кристалічної ґратки для одного з полікристалічних зразків алюмінію безперервно в процесі його деформування у вигляді колірних орієнтаційних карт.

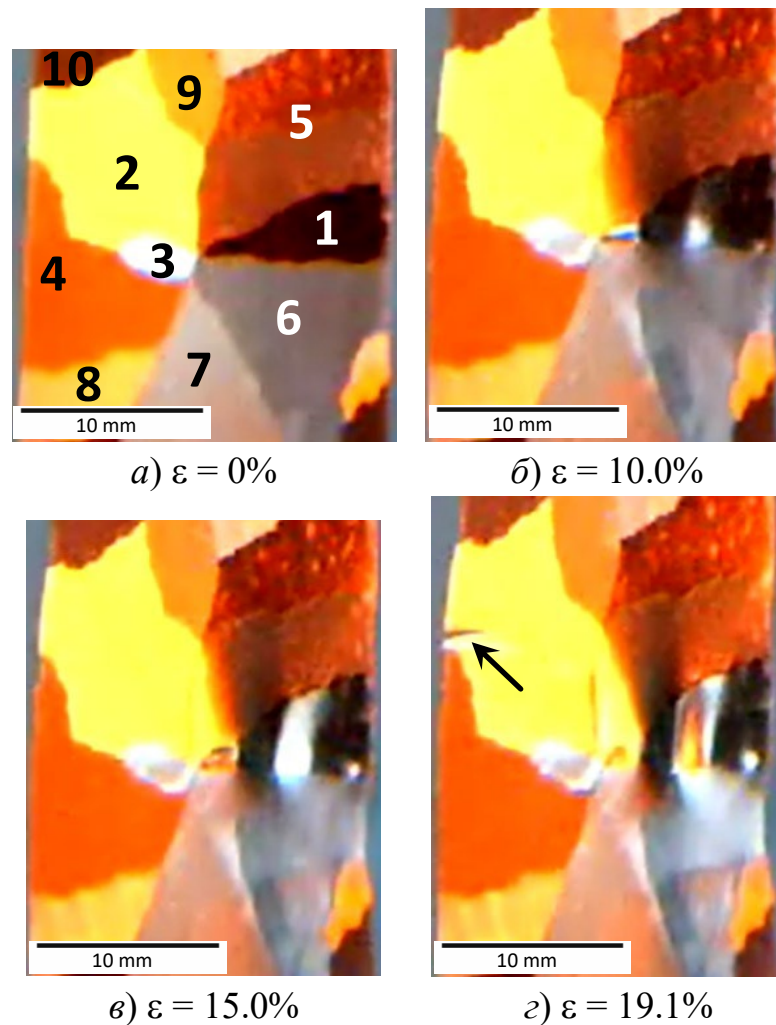
Слід ще раз підкреслити, що будь-яка зміна кольорового зображення певної ділянки поверхні зразка свідчить про зміну кристалографічної орієнтації цієї ділянки (розворот кристалічної ґратки). В одній із ділянок цього зразка виявлено специфічний характер розвороту кристалічної ґратки (рис. 7).



**Рис. 7.** Колірні орієнтаційні карти, отримані від усієї поверхні полікристалічного зразка алюмінію в процесі його деформування ( $\varepsilon$  – відносна деформація зразка).

На рисунку 8 наведено збільшений фрагмент колірної орієнтаційної карти, що містить цю область. З рисунка видно, що при досягненні деформації  $\approx 10\%$  в області зерна 1 відбувається розворот кристалічної ґратки. Цей процес відбувається в тілі самого зерна та зачіпає сусідні зерна 3, 5, 6 і 7.

Первісно четверний стик зерен, з різким зображенням їх меж мігрує, змінюючи форму меж зерна 1. Зображення меж зерен стає розмитим. У тілі зерна 1 відбувається розворот кристалічної ґратки в невеликій ділянці поблизу межі. При досягненні деформації  $\approx 15\%$  ця ділянка розширюється і досягає протилежної межі зерна.



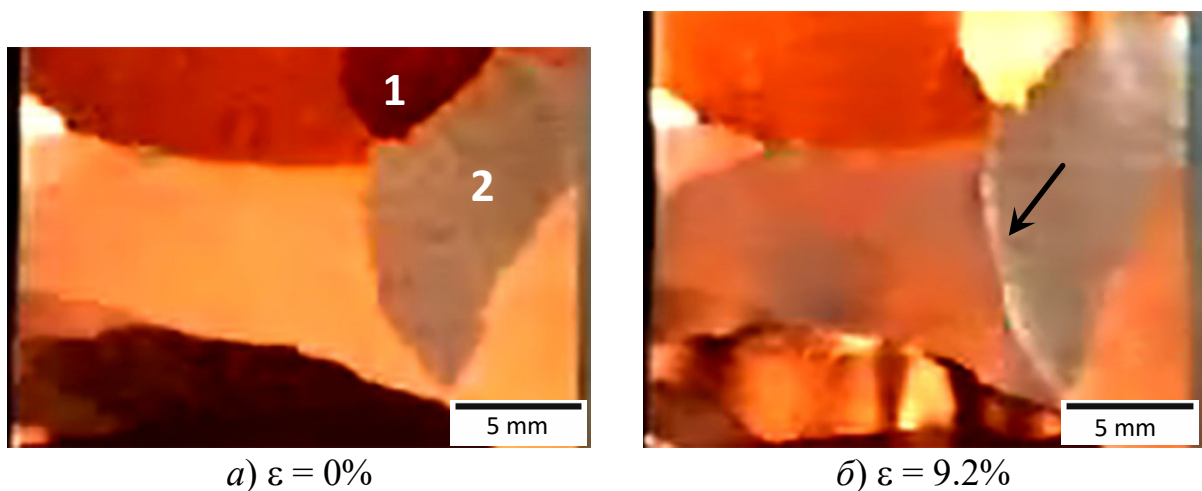
**Рис. 8.** Збільшена область колірної орієнтаційної карти, отримана від усієї поверхні зразка, що містить зерно 1 в області якого відбувається специфічний розворот кристалічних ґрат ( $\varepsilon$  – відносна деформація зразка).

Таким чином, зерно 1 виявляється поділим на три області з різною кристалографічною орієнтацією. При досягненні деформації  $\approx 19\%$  на кольоровому зображенні поверхні зразка чотирикратне з'єднання більше не демонструє стиків меж зерен. Слід зазначити, що в досліджуваному полікристалічному зразку алюмінію виявлено нетиповий характер виникнення і розвитку тріщини. Як правило, вони зароджуються в тій області зразка, де добре розвинена ротаційна структура [21].

У досліджуваному зразку, незважаючи на добре розвинену ротаційну структуру в області зерна 1, тріщина виникає в іншому зерні, яке не зазнало розворотів кристалічної ґратки. Проте в процесі свого розвитку вона

переміщується в область зерна 1, де було виявлено різноманітні розвороти кристалічної ґратки.

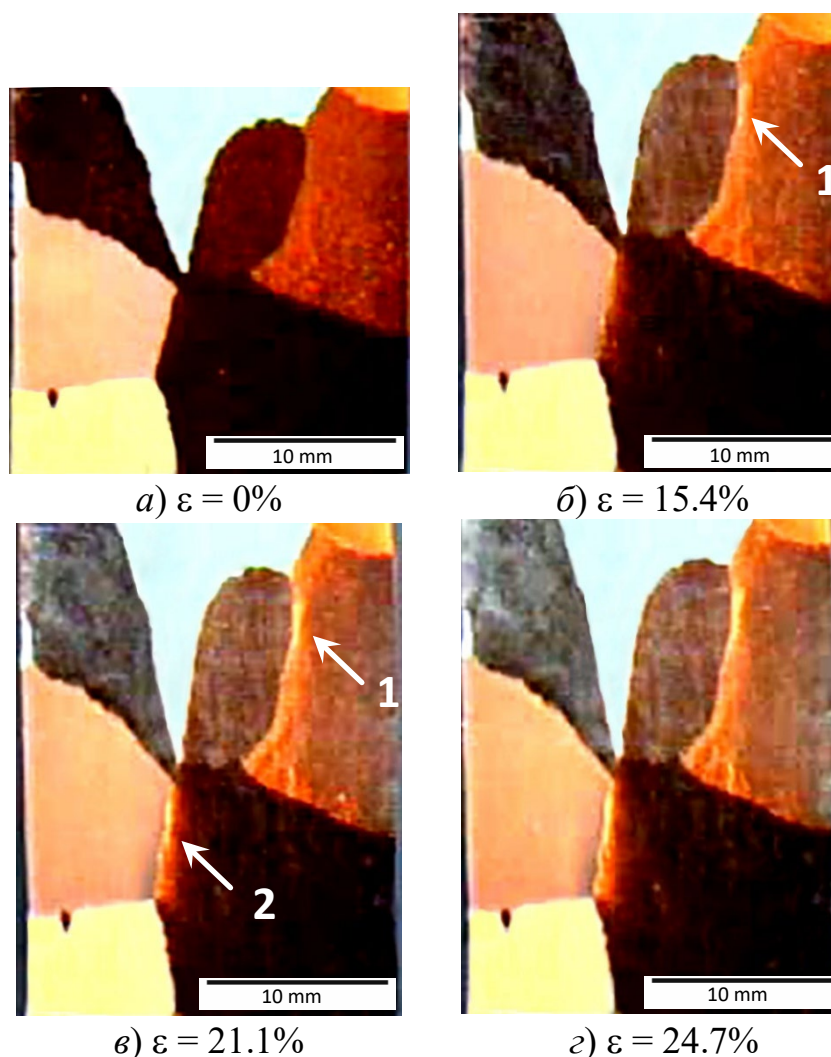
На рис. 9 та рис. 10 проілюстровано інший варіант розвороту кристалічної ґратки. Розворот виникає в області межі зерна. Такі розвороти кристалічної ґратки, як правило, з'являються за значної деформації зразка або тоді, коли вичерпано або неможливі інші шляхи релаксації напруженого стану, наприклад, розворот зерна як єдиного цілого або формування в тілі зерна розвиненої субструктури (рис. 9).



**Рис. 9.** Фрагмент колірної орієнтаційної карти, що ілюструє виникнення розвороту у межі зерна ( $\varepsilon$  – відносна деформація зразка).

На рис. 9 стрілкою вказано розворот кристалічної ґратки поблизу межі зерен. Він відбувається при досягненні відносної деформації приблизно 10%. На момент виникнення цього розвороту в тілі зерна 2 вже сформувалася розвинена субзеренна структура, а зерно 1 зазнало повного розвороту як єдине ціле.

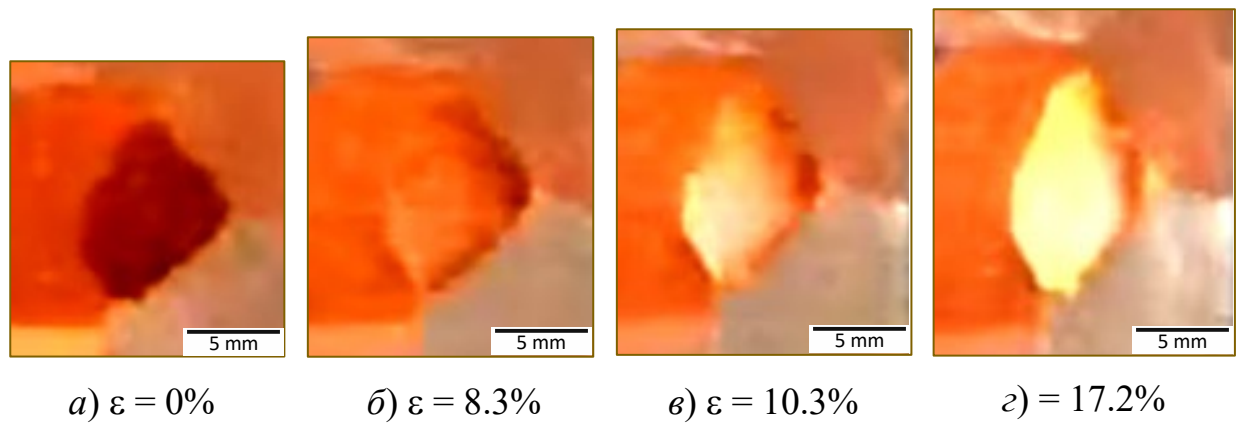
На (рис. 10), де представлені орієнтаційні колірні карти від поверхні іншого зразка полікристалічного алюмінію. При досягненні відносної деформації зразка  $\approx 16\%$  розворот відбувається в області межі 1, а при подальшому збільшенні деформації понад 20% — в області нової межі 2.



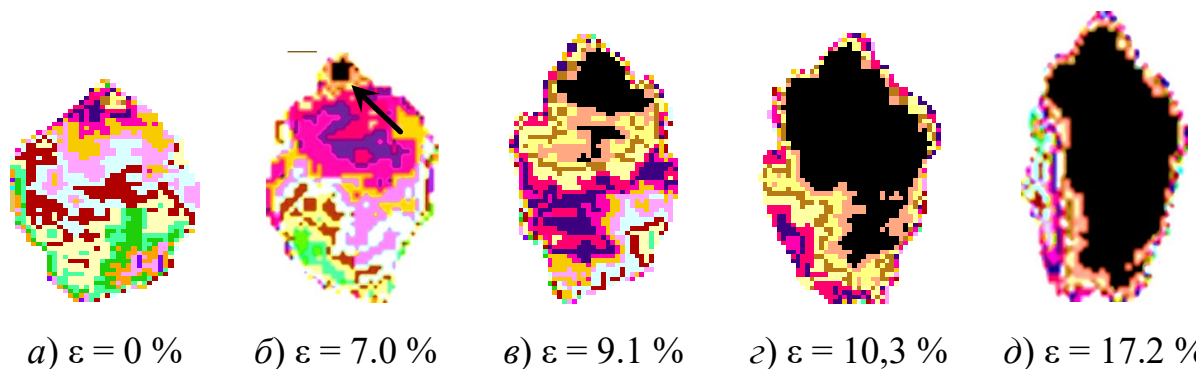
**Рис. 10.** Збільшений фрагмент колірної орієнтаційної карти, що ілюструє виникнення послідовних розворотів у двох межах зерен ( $\varepsilon$  – відносна деформація зразка).

Слід зазначити, що при такому характері розвороту, який виникає в області меж зерен, в тілі самих зерен з цією межею майже ніколи не спостерігаються інші помітні механізми релаксації напруженого стану. Орієнтаційні зміни в тілі таких зерен, виявляються лише за допомогою методу візуалізації [22] невидимих відтінків кольору, які характеризують орієнтаційні зміни.

На рис. 11 наведено колірні орієнтаційні карти з поверхні зерна, яке змінює свою орієнтацію в процесі пластичної деформації зразка. Відносна деформація цього зерна на момент руйнування зразка становить 26,5%, що перевищує відносну деформацію усього зразка, яка дорівнює 23%.



**Рис. 11.** Збільшений фрагмент колірної орієнтаційної карти, який ілюструє розворот зерна як єдиного цілого ( $\varepsilon$  – відносна деформація зразка).

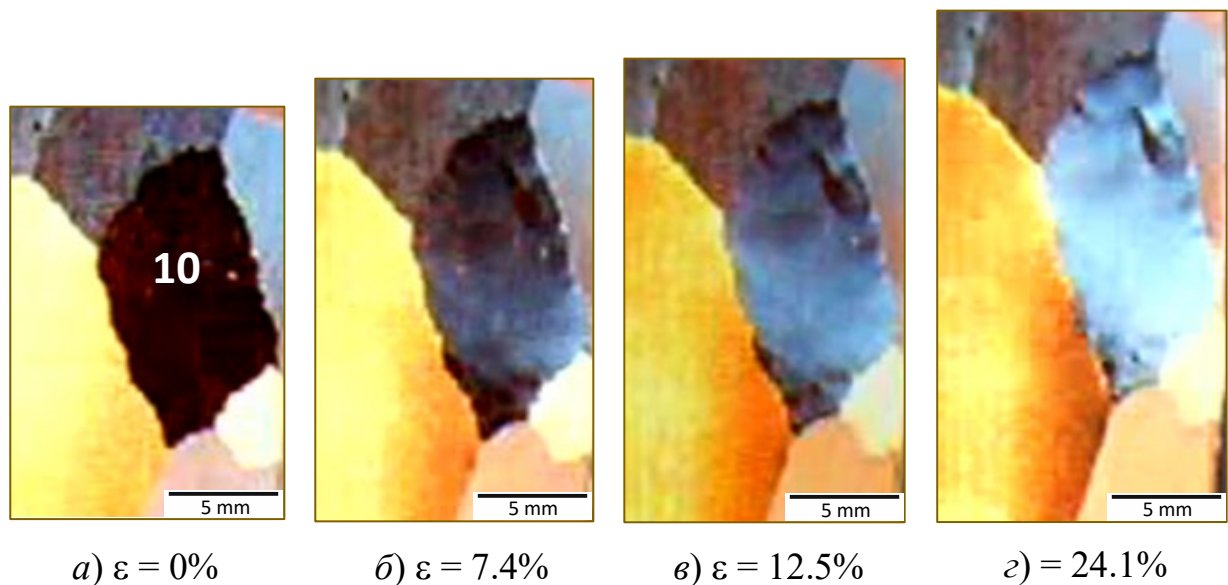


**Рис. 12.** Колірні орієнтаційні карти, отримані від одного із зерен полікристалічного зразка алюмінію на різних етапах деформації, після візуалізації на них субструктурної та орієнтаційної неоднорідності. [23]

На рис. 12 показано колірні орієнтаційні карти з поверхні цього зерна за різних величин відносної деформації з використанням візуалізації невидимих відтінків кольору.

Особливості орієнтаційних змін у цьому зерні полягають у тому, що, на відміну від інших зерен, вони мають специфічний характер. У верхній частині зерна (на зображенні) відбувається розворот, який призводить до формування нового субзерна з певною кристалографічною орієнтацією. На колірній орієнтаційній карті ця область позначена стрілкою. У процесі деформації ця зона розширюється шляхом утворення нових субзерен з такою ж орієнтацією. Цей процес має “естафетний характер”. До моменту руйнування зразка зерно

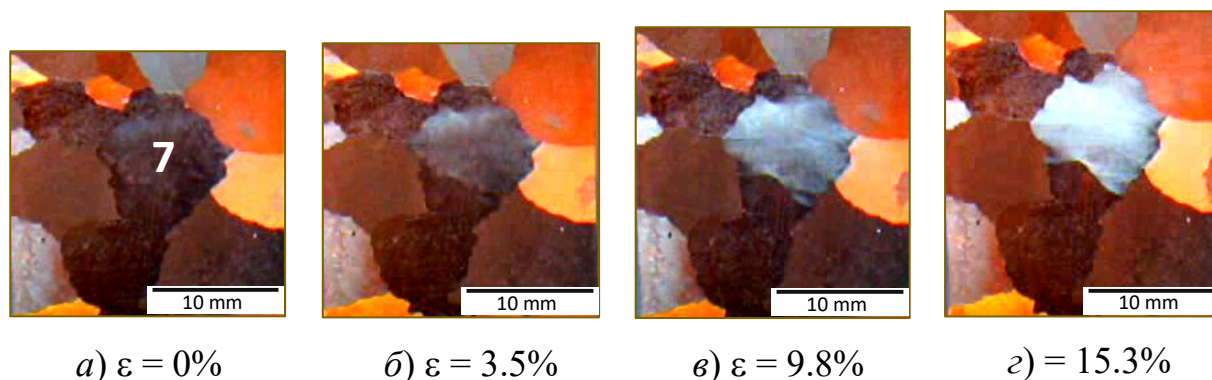
практично стає одноблоковим і повернутим як єдине ціле. Величина цього розвороту становить приблизно  $2,5^\circ$ . Це підтверджується лауєграмами, отриманими від цього зерна до та після деформації зразка. При такому характері орієнтаційних змін у зерні в процесі пластичної деформації його відносна деформація може перевищувати відносну деформацію всього зразка. Слід зазначити, що подібний розвиток розворотів у зерні при пластичній деформації зразка трапляється досить рідко.



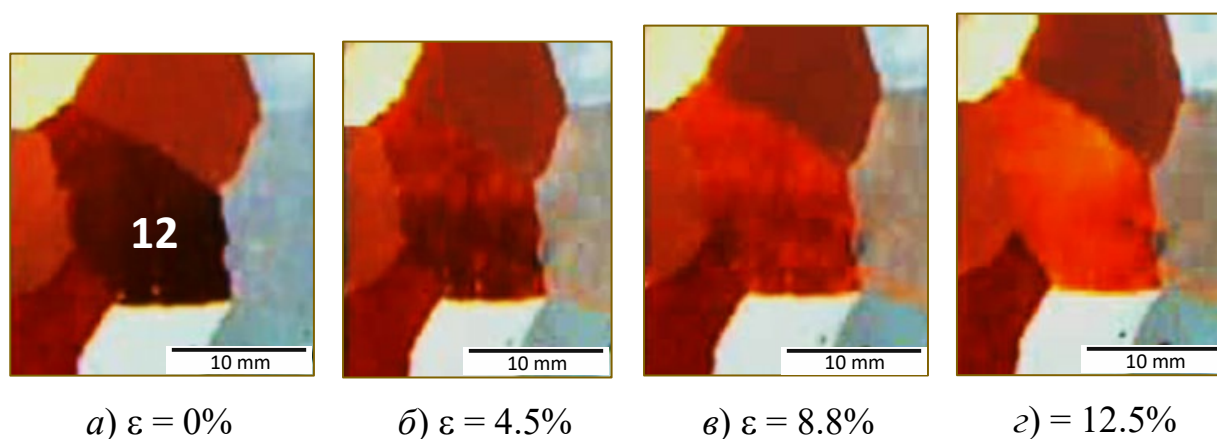
**Рис. 13.** Фрагменти колірних орієнтаційних карт, отриманих у процесі деформації полікристалічного зразка алюмінію, які ілюструють зміну орієнтації зерна 10 як цілого. ( $\varepsilon$  – відносна деформація зразка).

На рис. 13, 14 та рис. 15 наведено інший, також експериментально виявлений за допомогою методики візуалізації, спосіб кристалографічних розворотів у тілі зерна, що призводить до зміни кристалографічної орієнтації всього зерна. Орієнтаційні зміни у тілі таких зерен мають хаотичний характер.

Таких розворотів кристалічної ґратки в досліджених полікристалічних зразках алюмінію багато. Досліджені зміни кристалографічної орієнтації таких зерен методом Лаує до та після деформування виявляють розворот усього зерна як цілого на 2–3%.

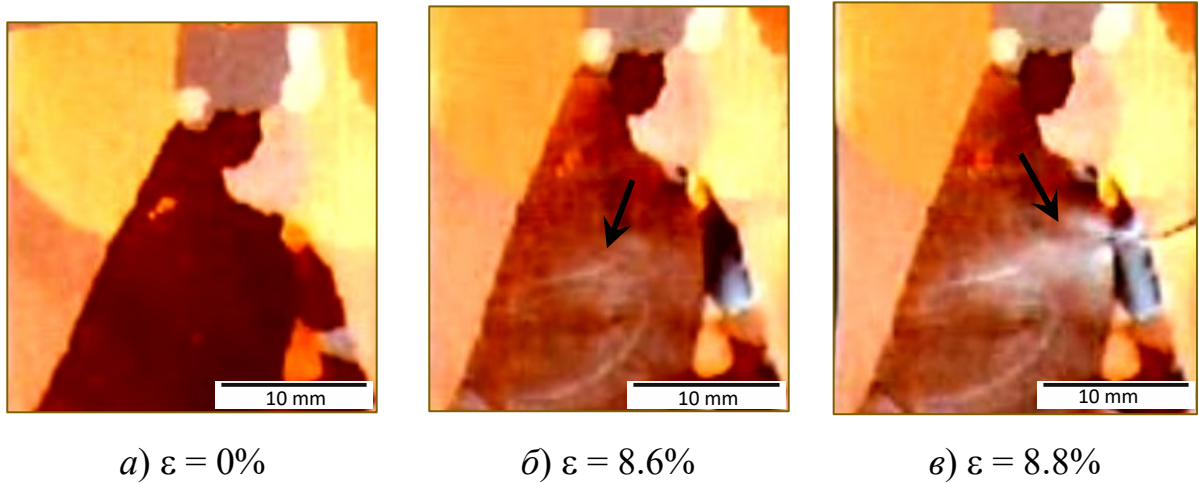


**Рис. 14.** Фрагменти колірних орієнтаційних карт, отриманих у процесі деформації полікристалічного зразка алюмінію, які ілюструють зміну орієнтації зерна 7 як цілого ( $\varepsilon$  – відносна деформація зразка).

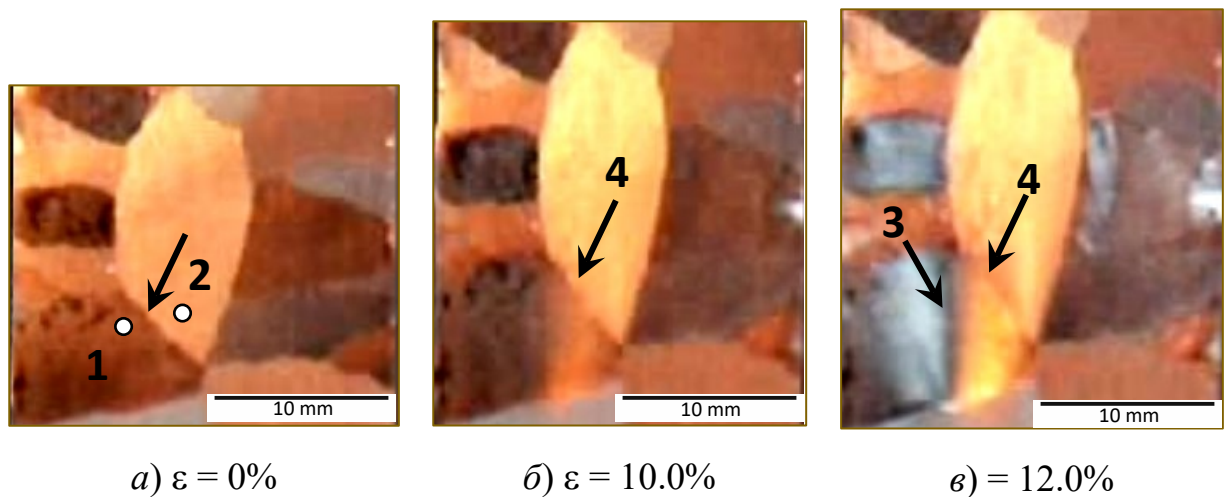


**Рис. 15.** Фрагменти колірних орієнтаційних карт, отриманих у процесі деформації полікристалічного зразка алюмінію, які ілюструють зміну орієнтації зерна 12 як цілого. ( $\varepsilon$  – відносна деформація зразка).

Дуже цікавий і незвичний спосіб розвороту кристалічної ґратки представлено на рис. 16. При досягненні відносної деформації зразка  $\sim 10\%$  в області одного з зерен виникає «Факел розворотів». Розворот практично одночасно виникає в різних частинах зерна. У процесі розвитку “факела” в безпосередній близькості від нього утворюється тріщина, що призводить до руйнування зразка.



**Рис. 16.** Фрагменти колірних орієнтаційних карт, отриманих від поверхні полікристалічного зразка, що показують виникнення та розвиток факела розворотів кристалічної ґратки ( $\varepsilon$  – відносна деформація зразка).



**Рис. 17.** Збільшений фрагмент колірної орієнтаційної карти, отриманої від області поверхні зразка та ілюструючої зникнення межі зерен (4) та появу нової межі (3) ( $\varepsilon$  – відносна деформація зразка).

На рис. 17 показано ще один спосіб розвороту кристалічної ґратки. Він відбувається на межі двох зерен 1 і 2. При досягненні відносної деформації зразка  $\sim 12\%$  ця межа повністю зникає. Виникає нова межа поділу – 3, що формує нове зерно.

## ВИСНОВКИ

Використання високороздільної методики отримання колірних орієнтаційних карт від усієї поверхні досліджуваного зразка, безперервно в процесі його деформування, дозволило виявити різноманіття способів розвороту кристалічної ґратки та визначити їх можливі механізми.

1. Експериментально показано, що в досліджених двовимірних полікристалах алюмінію розвороти кристалічної ґратки можуть відбуватися протягом усього процесу деформації зразка в будь-яких його ділянках і можуть призводити до виникнення або розвитку субструктури чи появи та розвитку тріщини.

2. Специфічний характер ґраткових розворотів виявлено в області одного із зерен при досягненні деформації зразка 10%. У цьому зерні в процесі деформування зразка виникають дві нові межі поділу, які розділяють зерно на три субзерна. Спочатку четвертий стик зерен переміщується та розвивається на два потрійні стики. Ще однією особливістю розвитку розворотів зерна є те, що вони не призводять до виникнення та розвитку тріщини в області зерна.

3. Експериментально показано можливість розвороту в області межі зерен, у тілі яких не виявляють помітні орієнтаційні зміни. Як правило, це відбувається на останніх стадіях пластичного деформування.

4. Для низки зерен виявлено ефект їх обертання як цілого. Визначено два механізми таких розворотів. Для одного з них характерне утворення в тілі зерна субзерна з новою кристалографічною орієнтацією та послідовною (естафетною) перебудовою сусідніх субзерен із зміною їх орієнтації за орієнтацією першого зерна. У другому механізмі субзерна нової орієнтації виникають у тілі зерна хаотично в часі та просторі. Лауеграми, отримані від таких зерен до і після деформування зразка, фіксують їх розворот на 2–3 градуси. Слід зазначити, що при таких способах розвороту зерен їх відносна деформація завжди перевищує відносну деформацію всього зразка.

5. В одному з досліджених зразків алюмінію виявлено нетиповий, рідкісний спосіб розвороту кристалічної ґратки. На відміну від раніше

виявлених способів розвороту, він відбувається в тілі зерна одночасно у різних його частинах у вигляді «факела». Цей «факел» розворотів отримує свій розвиток у процесі деформації зразка. При досягненні деформації приблизно 10% в області «факела» виникає тріщина.

6. Останній результат, отриманий у ході експериментальних досліджень, свідчить про зміну зернограничної конфігурації в зразку. Нові межі зерен, внаслідок розвороту кристалічної ґратки, можуть з'являтися, а деякі – зникати. Такий характер розвороту кристалічної ґратки в полікристалічних зразках алюмінію в процесі їх деформування зустрічається досить часто.

**СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ**

1. Callister W.D. Jr., Rethwisch D.G. Materials science and engineering: an introduction / W.D. Callister Jr., D.G. Rethwisch. – 10th ed. – Wiley, 2018. – P. 975.
2. Hull D., Bacon D.J. Introduction to dislocations / D. Hull, D.J. Bacon. – 5th ed. – Butterworth-Heinemann, – 2011. – P. 242.
3. Hall E. O. The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results // Proc. Phys. Soc. B. – 1951. – Vol. 64, No. 9. – P. 747–753.
4. Cai M., Levine L.E., Langford S.C., Dickinson J.T. “Observation” of dislocation motion in single crystal and polycrystalline aluminum during uniaxial deformation using photoemission technique // Materials Science and Engineering A. – 2005. – Vol. 400–401. – P. 476–480.
5. Balusu K., Kelton R., Meletis E.I., Huang H. Investigating the relationship between grain orientation and surface height changes in nickel polycrystals under tensile plastic deformation // Mechanics of Materials. – 2019. – V. 134. – P. 165.
6. Weidner A., Biermann H. Review on Strain Localization Phenomena Studied by High-Resolution Digital Image Correlation // Advanced Engineering Materials. – 2021. – Vol. 23, No. 4. – Article 2001409.
7. Buchheit T.E., Carroll J.D., Clark B.G., Boyce B.L. Evaluating deformation-induced grain orientation change in a polycrystal during in situ tensile deformation using EBSD // Microscopy and Microanalysis. – 2015. – Vol. 21, No. 4. – P. 969–984.
8. Sasaki K., Kamaya M., Miura T., Fukuya K. Correlation between microstructural scale plastic strain and misorientation // Journal of the Japan Institute of Metals. – 2010. – V. 74, № 7. – P. 467–474.
9. Hestroffer J.M., Latypov M.I., Stinville J.-C., Charpagne M.-A., Valle V., Miller M.P., Pollock T.M., Beyerlein I.J. Development of grain-scale slip activity and lattice rotation fields in Inconel 718 // Acta Materialia. – 2022. – V. 226. – Article ID 117627.
10. Qu P., Yang W., Liu C., Qin J., Wang Q., Zhang J., Liu L. Creep anisotropy dominated by orientation rotation in Ni-based single crystal superalloys at 750 °C /

- 750 MPa // *Journal of Materials Science and Technology*. – 2024. – V. 186. – P. 91–103.
11. Wright S. I., Suzuki S., Nowell M. M. In situ EBSD observations of the evolution in crystallographic orientation with deformation // *JOM*. – 2016. – Т. 68, № 10. – P. 2730–2736.
12. Zhang Z., Lunt D., Abdolvand H., Wilkinson A.J., Preuss M., Dunne F.P.E. Quantitative investigation of micro slip and localization in polycrystalline materials under uniaxial tension // *International Journal of Plasticity*. – 2018. – Vol. 108. – P. 88–106.
13. Beckert M., Klemm H. *Handbuch der metallographischen Ätzverfahren*. Leipzig: VEB, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie; 1966. – 388 P.
14. Патент 93021 Україна. Спосіб визначення кристалографічної орієнтації зерен на поверхні полікристалічного зразка / Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шурінов Р.В., Зетова Т.Р.; Заявник і патентовласник ХНУ імені В.Н. Каразіна. – № а 2010 02923; заявлено 15.03.10; опубліковано 27.12.10, Бюлетень №24.
15. Патент 89743 Україна. 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; заявлено 22.06.09; опубліковано 25.02.10, Бюлетень №4.
16. E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, T.R. Zetova, R.V. Shurinov, S.V. Talakh, A.V. Dergacheva Features of structure of copper two-dimensional polycrystals obtained by recrystallization method and nature of its changes in process of plastic deformation // ISSN 1562-6016. *Problems of Atomic Science and Technology*. 2016. №1(101), p. 88-91.
17. E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, O.V. Shehovtsov, R.V. Shorinov, T.R. Zetova. Substructure and orientation heterogeneity of polycrystalline aluminum and its changes during plastic deformation // *Functional Materials*. – 2016.– V. 23, № 4. – P. 561–569.

18. E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, O.V. Shehovtsov, R.V. Shorinov, T.R. Zetova. Optical Technique for the In Situ Study of Orientation and Structure Changes Accompanied the Plastic Deformation of Polycrystalline Specimens of Aluminum // *Inorganic Materials*. – 2011. – №15. – P. 1663 – 1666.
19. Патент 96530 Україна. Спосіб виявлення меж зерен на поверхні полікристалічного зразка / Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шурінов Р.В.; Заяв. і патентовласник ХНУ імені В.Н. Каразіна. – № а 2010 10293; заявлено 21.08.10; опубліковано 10.11.11, Бюлетень №21.
20. E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, O.V. Shekhovtsov, R.V. Shurinov. Effects of temperature on the laws of plastic deformation and mechanical characteristics of Al foils coated with titanium nitride // *Problems of Atomic Science and Technology*. – 2016. – № 2(102). – P. 92–98.
21. E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, O.V. Shehovtsov, R.V. Shorinov. Changes of orientations and development of cracks during plastic deformation of two-dimensional polycrystals of aluminium // *Metallofizika i Noveishie Tekhnologii*. – 2008. – V. 30, № 3. – p. 361 – 371.
22. E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, O.V. Shekhovtsov, R.V. Shurinov, T.R. Zetova. Substructure and orientation heterogeneity of polycrystalline aluminum and its changes during plastic deformation // *Functional Materials*, 23 – 2016. – № 4. – P. 561-569.
23. E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, M.R. Shurinov, R.V. Shurinov, T.R. Zetova. Structural, substructural, and orientational changes in various grains of polycrystalline aluminium samples in the process of plastic deformation // *Problems of Atomic Science and Technology. Series “Pure Materials and the Vacuum Technologies”* – 2024. – №1(149), – p. 77-81.