

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

«Допущено до захисту»
Зав. кафедри кафедри фізики твердого тіла
проф. Зиман З.З
(підпис) _____ 2024 р.

Оцінка « _____ »
Голова ЕК

(підпис) 2024 р.

Сталінський Олексій Сергійович
Неоднорідність пластичної деформації в полікристалічних
матеріалах

Кваліфікаційна робота
на здобуття освітнього ступеня
«Магістр»
спеціальність 104 – «фізика та
астрономія»
освітньо-професійна програма «фізика»

(підпис студента)

Науковий керівник – проф. Бадіян Є. Ю.



Харків 2024

АНОТАЦІЯ

Сталінський О. С. Неоднорідність пластичної деформації в полікристалічних матеріалах.- Рукопис.

Дипломна робота на здобуття освітнього ступеня «Магістр» за напрямом підготовки 104 – “фізика та астрономія” освітньо-професійна програма –“фізика”. – Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна, Харків, 2024. - 39с. - Рис. 20.

У цій роботі розглядається проблема неоднорідності пластичної деформації та її локалізації в полікристалічних зразках алюмінію. Представлено результати досліджень, спрямованих на виявлення та вивчення різних механізмів локалізації пластичної деформації, пов'язаної з внутрішньо зернистими розворотами кристалічної решітки.

Виявлено різні механізми цих розворотів, що призводять до неоднорідності (локалізації) пластичної деформації.

Ключові слова: неоднорідність пластичної деформації, полікристалічні матеріали, алюміній, дислокаційне ковзання, кристалографічна орієнтація, субзеренна структура, зерномежові розвороти.

ABSTRACT

Stalinsky O. S. Heterogeneity of plastic deformation in polycrystalline materials.

Dissertation for the degree of Master of science in the field of study 104 - “Physics and Astronomy”, Educational and professional program - “Physics.”
- V. N. Karazin Kharkiv National University, Kharkiv, 2024. - 39 p. - Fig. 20.

This paper deals with the problem of plastic deformation inhomogeneity and its localization in polycrystalline aluminum samples. The results of studies aimed at identifying and studying various mechanisms of plastic strain localization associated with intragranular reversals of the crystal lattice are presented.

Different mechanisms of these reversals, which lead to the heterogeneity (localization) of plastic deformation, have been revealed.

Key words: plastic deformation inhomogeneity, polycrystalline materials, aluminum, dislocation slip, crystallographic orientation, subgrain structure, grain boundary reversals.

ЗМІСТ

Вступ	5
1. Літературний огляд.....	6
1.1. Закономірності розвитку пластичної деформації в моно- і полікристалічних матеріалах	6
1.1.а. Деформаційні криві для монокристалів із гексагональною щільноупакованою ґраткою.	6
1.1.б. Деформаційні криві для монокристалів із кубічною гранецентрованою ґраткою	8
1.1.в. Деформаційні криві для монокристалів із кубічною об'ємноцентрованою ґраткою	13
1.1.г. Деформаційні криві для полікристалічних зразків.	13
1.2. Вплив границь зерен на розвиток пластичної деформації.	17
1.3. Вплив середнього розміру зерен на розвиток пластичної деформації. Закон Холла-Петча.	22
2. Експериментальна частина: дослідження неоднорідності пластичної деформації в двовимірних полікристалах алюмінію за умов одновісного активного розтягнення	26
2.1. Зразки для досліджень і методика проведення експерименту.....	27
2.2. Результати експериментальних досліджень	29
Висновки.....	35
Список використаних джерел.....	36

Вступ

Добре відомо, що пластична течія в кристалічних зразках протікає неоднорідно на будь-якому етапі деформування. Універсальність цього положення простежується на різних масштабних рівнях пластичної течії від мікроскопічного до макроскопічного на всіх стадіях пластичної течії як монокристалів, так і полікристалів. Причому, механізми розвитку пластичної деформації полікристала значно складніші, ніж монокристалів. Це зумовлено тим, що в них зерна відрізняються між собою за формою, розмірами, кристалографічною орієнтацією по відношенню до деформуючого напруження, а також наявністю протяжної сітки границь зерен, що характеризуються різними властивостями, залежними від кута разорієнтування сусідніх зерен. Всі ці фактори в процесі деформування полікристалічних зразків призводять до неоднорідності протікання пластичної деформації.

Для розуміння природи і механізмів пластичної деформації кристалічних матеріалів важливе значення має вивчення розподілу і зміни розподілу пластичних деформацій локальних областей у зразку на різних стадіях пластичного деформування полікристалічних зразків. Саме динаміка змін, що відбуваються в локальних областях, порівнянних, наприклад, з розмірами зерен, відповідальна за зміни багатьох макроскопічних характеристик матеріалу. У зв'язку з цим дослідження механізмів виникнення локальних неоднорідностей у процесі пластичного деформування зразка, їхньої локалізації та зв'язку з дефектною структурою матеріалу, кінетики розвитку неоднорідності пластичної деформації, становлять науковий інтерес і є актуальними

1. Літературний огляд

1.1. Закономірності розвитку пластичної деформації в моно- і полікристалічних матеріалах

Закономірності деформації під час розтягування і стиснення інтенсивно вивчаються багатьма вченими в моно- і полікристалах з різним розміром зерен і типом кристалічної ґратки в широкому температурному інтервалі. Експериментально встановлено, що для пластичних металів і сплавів залежності "напруження - деформація" ($\sigma - \epsilon$) в ділянці пластичної деформації характеризуються чітко виділеними стадіями, що розрізняються інтенсивністю деформаційного зміцнення. Для розуміння природи і механізмів пластичної деформації металевих матеріалів важливе значення має вивчення явища стадійності цих залежностей. Нині виявлено, що стадійність пластичної деформації залежить від природи і структурного стану досліджуваних матеріалів, а також значною мірою зумовлена еволюцією дефектної структури металів і сплавів.

1.1.a. Деформаційні криві для монокристалів із гексагональною щільноупакованою ґраткою.

При кімнатній температурі монокристали з гексаганальною щільно упакованою (гпу) ґраткою деформуються в основному шляхом ковзання по базисній площині. Площини базису $[0001]$ - найбільш щільно упаковані площини в гпу-ґратці. Якщо в кристалах із гпу-ґраткою виконується співвідношення $c/a \geq 1,633$, то під час розвитку пластичної деформації діє тільки одна система ковзання і деформування здійснюється шляхом ковзання по базисних площинах, як, наприклад, для Mg, у якого $c/a = 1,624$) або Zn, для якого $c/a = 1,856$ [1].

Типова деформаційна крива для такого випадку наведена на рис.1.

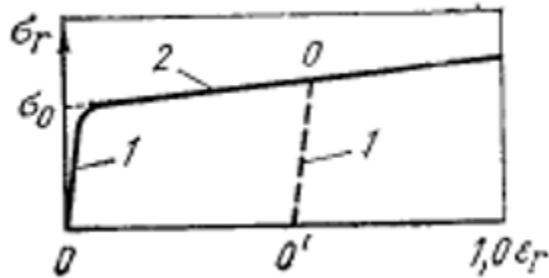


Рис. 1. Залежність напруження зсуву від деформації зсуву для гпу - монокристалів, орієнтованих для базисного ковзання

Вона складається з початкової ділянки пружної деформації (1) і наступної ділянки пластичної деформації (2). На початковій ділянці деформація зростає з напруженням відповідно до закону пружності $\sigma = G \epsilon$, де G - модуль зсуву. Ця деформація зворотна. Вона зникає при знятті навантаження.

Початку пластичної деформації відповідає вигин кривої напруження - деформація. За більш високих напружень на кривій деформації знову з'являється лінійна ділянка (див. рис. 1), нахил якої дорівнює $\sim 10^{-4} G$. При цьому деформація зразка може досягати 100-200%. За великих деформацій швидкість деформаційного зміцнення підвищується. Навіть після деформації 100% напруження течія лише незначно перевищує напруження, що спричинило початкову пластичну деформацію та вигин кривої деформації. Така пластична течія з досить низькою швидкістю зміцнення називається *легким ковзанням*. Відповідна ділянка кривої деформації називається *областю легкого ковзання*.

Вид кривої напруження - деформація дуже сильно залежить від орієнтування базисної площини відносно осі розтягування. Очевидно, що кристал, орієнтований так, як показано на рис. 2 а, буде давати найбільшу пластичну деформацію; кристал з орієнтуванням, показаним на рис. 2 в,

абсолютно не здатний до ковзання базисною площиною; у разі орієнтування, зазначеного на рис. 2 б, наведене напруження зрушення максимально, а зсувна деформація має помірну величину.

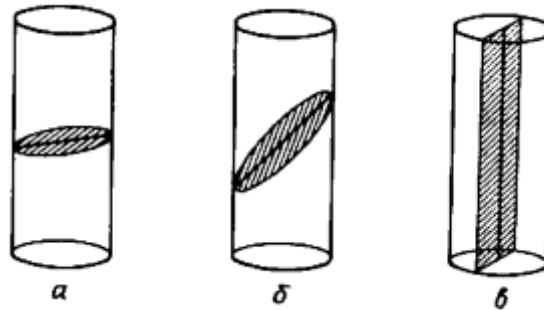


Рис. 2 . Тип орієнтування базисної площини

У випадку, коли розглядаємо розвиток пластичної деформації в монокристалах із гпу-граткою з відношенням $c/a < 1,633$, тоді ковзання в кристалах можливе і за іншими системами ковзання, а саме, за призматичними та пірамідальними. У цьому випадку стадія легкого ковзання

може бути відсутня за будь-якого орієнтування монокристала, оскільки вже на початковій стадії деформування спостерігаються пересічні площини ковзання [2].

1.1.б. Деформаційні криві для монокристалів із кубічною гранецентрованою граткою

Пластична деформація в металах із гцк-граткою відбувається шляхом ковзання дислокацій по одній із щільноупакованих площин $\{111\}$ в одному з кристалографічних напрямків $\langle 110 \rangle$. У кристалах із гцк-граткою 12 систем ковзання.

Розглянемо пластичну деформацію монокристала з гцк-граткою, сприятливо орієнтованого до ковзання при одновісному розтягуванні в

інтервалі температур 0,2 - 0,25 Тпл., тобто до початку інтенсивного розвитку термічного повернення в процесі деформації. Це означає, що ковзання дислокацій на початковій стадії деформування відбувається в одній системі ковзання, в якій діє максимальне дотичне напруження зсуву. На рис. 3 представлено типову криву напруження-деформація, характерну для гцк-монокристалів, деформованих у зазначених умовах [2].

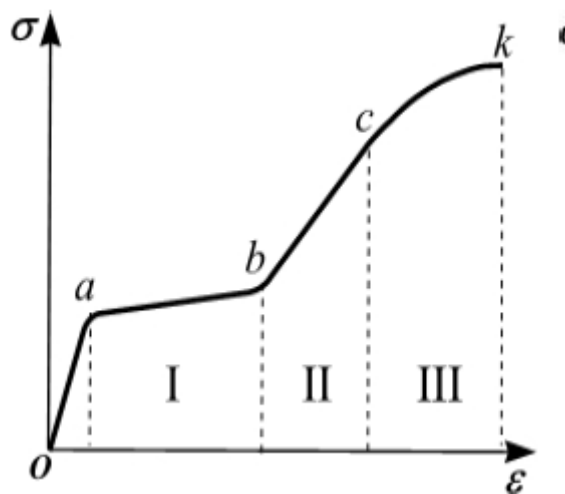


Рис. 3. Типові криві напруження - деформація для монокристалів із кубічною гранецентрованою ґраткою із зазначенням стадій зміцнення

Початкова ділянка кривої Oa (рис.3) відповідає пружній деформації, де коефіцієнт деформаційного зміцнення визначається модулем пружності. Оскільки величина пружної деформації зазвичай дуже мала, ділянка Oa на експериментальних кривих практично збігається з віссю напружень (рис. 3).

На кривій, що описує *закономірність розвитку пластичної деформації*, можна виділити *три стадії* (див. рис. 3), що характеризуються різним коефіцієнтом деформаційного зміцнення і відповідають трьом основним стадіям еволюції дислокаційної структури. А. Зеєгер у 1955 році показав,

що залежність напруження-деформація має тристадійний характер: легке ковзання, лінійне зміцнення і параболічне [1-3].

Перша стадія зміцнення (аб) - це стадія легкого ковзання

За такого кристалографічного орієнтування гцк-монокристали спочатку деформуватимуться ковзанням тільки по одній системі паралельних площин. Ця ситуація аналогічна базисному ковзанню деяких гпу-кристалах. Тут дислокації переміщуються відносно безперешкодно, забезпечуючи прогресуюче подовження (деформація досягає 5-20%) без помітного зростання діючих напружень. Коефіцієнт зміцнення на цій стадії малий ($\sim 10^{-4} G$). Щільність дислокацій відносно невелика, яка з деформацією зростає незначно (на один - два порядки). Кожна дислокація може пройти відстань, порівнянну з розміром зразка, і значна частина дислокацій виходить на поверхню кристала.

На поверхні зразка спостерігаються тонкі, довгі лінії ковзання (до 1 мм), паралельні одна до одної (рис. 4 а) - сліди виходу дислокацій, що ковзають в одній площині й одному напрямку. По мірі збільшення ступеня деформації на цій стадії кількість ліній ковзання зростає, а відстань між ними зменшується до десятків нанометрів. Електронномікроскопічно на стадії легкого ковзання фіксують здебільшого дислокації, що ковзають паралельно одна одній (рис. 5 а).

Подальша деформація починає спричиняти викривлення ліній ковзання, на поверхні з'являються характерні "смуги скидання", в яких відбувається це викривлення (див. рис. 4 б). Утворення смуг скидання зумовлене початком інтенсивного ковзання в інших системах і тому означає кінець стадії легкого ковзання [3-5].

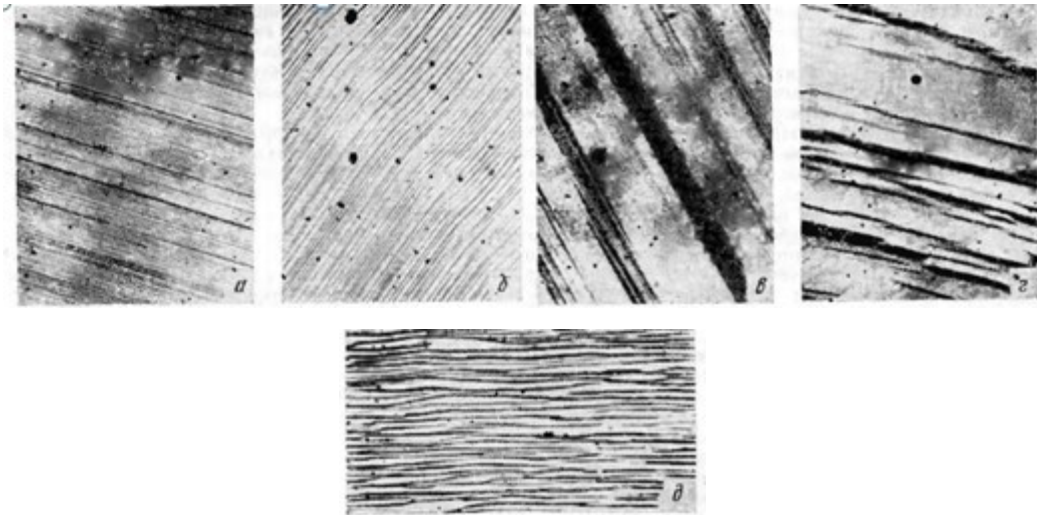


Рис.4. Лінії та смуги ковзання на різних стадіях пластичної деформації: а, в, г - мідь (Ван Бюрен), б, д -алюміній (Кан)

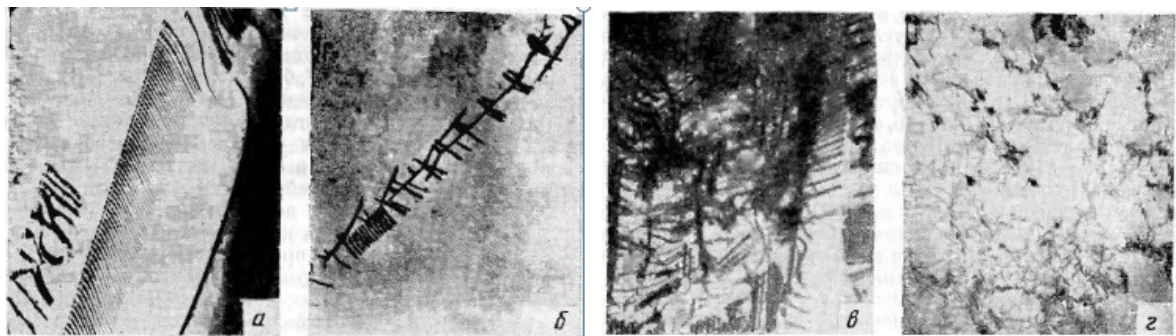


Рис. 5. Типи дислокаційних структур, що формуються на різних стадіях розвитку пластичної деформації: а-в - алюмінієва бронза; г - сплав на основі алюмінію.

При подальшій деформації швидкість зміцнення зростає і на кривій деформації з'являється друга лінійна область деформації *bc* (II стадія) (див. рис. 3) - *стадія множинного ковзання* дислокацій у двох і більше системах. Деформація стає дедалі неодноріднішою. На цій стадії ковзання розвивається за кількома системами ковзання. Дислокації сильно взаємодіють і заважають одна одній вільно переміщатися по кристалу, що призводить до збільшення напруження, тобто до зміцнення кристала.

Нахил кривої більш ніж у 30 разів перевищує нахил кривої деформації на стадії I і дорівнює $\sim 3 \times 10^{-3} G$). У міру збільшення ступеня деформації зростає щільність дислокацій порівняно з початковим станом на 4-5 порядків і досягає $10^{11} \div 10^{12} \text{ см}^{-2}$. Лінії ковзання короткі, густо розташовані (рис.4 в). Зі збільшенням ступеня деформації та зростанням щільності дислокацій їхній розподіл стає суттєво неоднорідним. Подальша деформація починає спричиняти викривлення ліній ковзання, на поверхні з'являються характерні "смуги скидання", в яких відбувається це викривлення, виникають бар'єри Ломер-Коттрелла (див. рис. 4 б).

На стадії множинного ковзання простого зв'язку між картинами ліній ковзання на поверхні та дислокаційною структурою всередині зразка вже немає. На поверхні спостерігається фрагментація смуг ковзання (див. рис. 4 г), поява хвилястих ліній і їх перетин (див. рис. 4 д), що пов'язують з інтенсивним розвитком поперечного ковзання гвинтових дислокацій.

Взаємодія дислокацій основної та вторинних систем ковзання призводить до утворення дислокаційних згущень і формування дислокаційної комірчастої структури. Електронно-мікроскопічні дослідження показують, що на цій стадії утворюються дуже складні дислокаційні сплетіння, хвости, сходинки, які ускладнюють переміщення дислокацій (рис. 5 г).

За деформацій близько 30-50% (точне значення цієї деформації залежить від температури випробування) *настає третя стадія (ск)*, на якій швидкість деформаційного зміцнення зменшується зі зростанням деформації, а *деформація збільшується з напруженням приблизно за параболічним законом*. Ця стадія починається за високих напружень, достатніх для того, щоб дислокації, раніше нерухомі, стали долати потенційні бар'єри. *Одним із таких механізмів є поперечне ковзання гвинтових дислокацій*. Ця стадія характеризується появою грубих смуг ковзання з частим поперечним ковзанням (рис. 4 г). Чим вища температура

деформації, тим раніше починається стадія III. Ця стадія може бути відсутня, якщо зразок деформувати за температури, близької до абсолютного нуля [3].

1.1.в. Деформаційні криві для монокристалів із кубічною об'ємноцентрованою граткою

Для кристалів із кубічною об'ємноцентрованою (оцк) граткою характерна наявність найбільшої кількості систем ковзання (48!). Тому навіть на ранніх стадіях пластичної деформації за будь-якого орієнтування кристалів з оц-граткою важко реалізувати ковзання в одній системі, тобто стадія легкого ковзання або коротша, або зовсім відсутня.

Другою особливістю оцк-металів є відносна легкість поперечного ковзання, зумовлена збільшенням числа можливих систем ковзання. Це призводить до того, що в металах поперечне ковзання відбувається вже після незначної деформації.

Під час аналізу картини пластичної деформації аж до руйнування відзначаються всі ознаки поперечного ковзання як за картинами ліній ковзання (їхня хвилястість, перетини, фрагментація смуг), так і за дислокаційною структурою. У результаті 1 та 11 стадії на кривій деформаційного зміцнення монокристала з оцк-граткою скорочуються. Більша частина кривої припадає на 111 стадію інтенсивного поперечного ковзання [2-5].

1.1.г. Деформаційні криві для полікристалічних зразків.

Більшість конструкційних матеріалів, що використовуються на практиці, мають полікристалічну будову. Принципова відмінність полікристалів від монокристалів полягає в тому, що полікристали являють собою сукупність зерен різної орієнтації та мають протяжну мережу границь зерен з різною структурою. Зерна полікристалів відрізняються між собою

за формою, розмірами та типом, мають різне орієнтування відносно діючого напруження.

Елементарні процеси, які забезпечують розвиток пластичної деформації полікристалів, є такими самими, як у випадку деформації монокристалів, але мають *низку важливих особливостей*

Оскільки зерна - це монокристали, які хаотично орієнтовані один відносно одного, то ковзання під час дії зовнішніх сил розпочинається не у всіх зернах одночасно, тобто деформація від самого початку протікає *неоднорідно*. Зерна, що найсприятливіше орієнтовані відносно напрямку діючого напруження, починають деформуватися першими. Таких зерен у зразку, як правило, відносно мало і вони розміщені в зразку на відстані. Для подальшої деформації зразка необхідна участь у деформації більшості зерен. Отже, необхідно забезпечити самоузгоджену деформацію всіх зерен, виключаючи можливість порушення суцільності зразка в процесі деформування.

Дислокації всередині сприятливо орієнтованих зерен на початкових стадіях деформації ковзають без серйозних перешкод і доходять до границь зерен. Останні є ефективним бар'єром для рухомих дислокацій, утворюються скупчення дислокацій на границі зерен, які створюють концентратори напружень. За цих умов можуть почати працювати дислокаційні джерела і тим самим стимулювати ковзання в сусідніх зернах. У результаті чого відбувається передача деформації від зерна до зерна в полікристалі (див. схему на рис. 6). Поступово таким чином деформація охоплює весь кристал. Головне під час деформування полікристала - зберегти суцільність зразка.

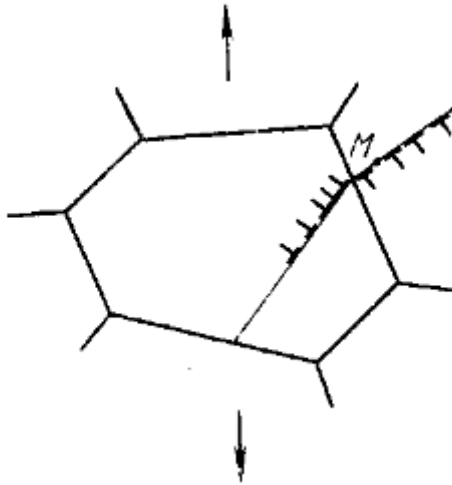


Рис. 6 . Схема передачі деформації через границю зерна

Тому у цих ділянках зерна раніше, ніж в об'ємі зерна, починається множинне ковзання, що сприяє узгодженій зміні форми суміжних зерен і їх взаємному зміщенню, тобто розвитку акомодативних процесів. Відповідно до критерію Мізеса під час деформації полікристалів для збереження цілісності за границями зерен необхідно, щоб у прикордонних областях діяло як мінімум п'ять різних систем ковзання в кожному зерні. На рис. 7 наведено схему розвитку множинного ковзання в окремому зерні полікристала (а) і приклад розвитку множинного ковзання в зерні продеформованого полікристала алюмінію (б) [3].

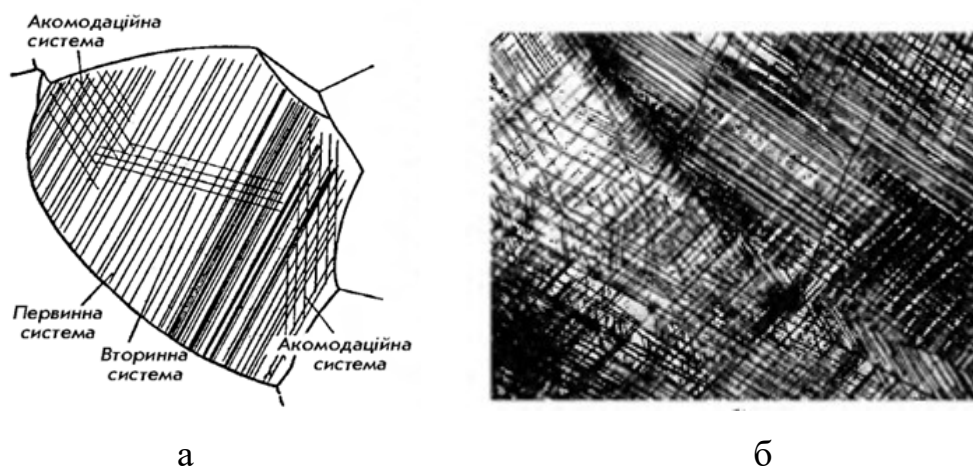


Рис. 7. Схема деформації окремого зерна полікристала (а) і множинного ковзання в зерні полікристалічного Al ($\times 200$) (б)

Діаграма деформації пластичної деформації полікристалів, як і діаграма деформації для монокристалів, має стадійний характер. На рис. 8 представлена схема типової деформаційної кривої для полікристала, на якій можна виділити кілька стадій. Слід зазначити, що стадія легкого ковзання при деформації полікристалів відсутня.

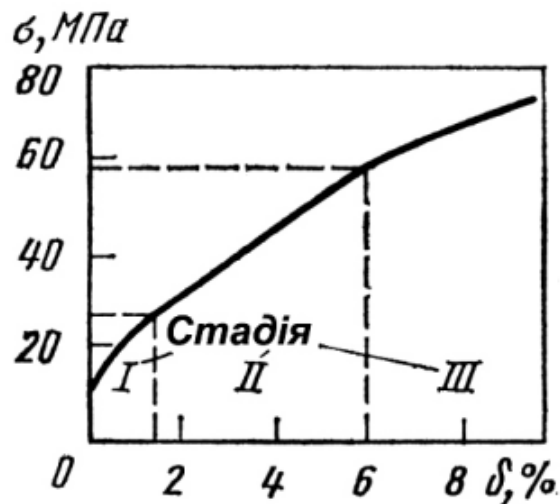


Рис. 8. Стадії пластичної деформації полікристалів із гцк-граткою

Як правило, на деформаційній кривій спостерігаються три стадії зміцнення (рис. 8): одразу ж за пружною областю і до деформації 1-2% спостерігається перша стадія з дотриманням параболічної залежності (ступінь $n \approx 0,5$), далі йде прямолінійна ділянка кривої з $n \approx 1$ - друга стадія, за нею настає третя стадія, параболічна залежність ($n \approx 0,5$). За підвищених температур переважає третя стадія. На цій стадії дислокації, колись блоковані перешкодами на своїх площинах ковзання, виявляються здатними до поперечного ковзання в результаті спільного впливу напруження і термічної активації. При цьому пластична деформація протікає зі зменшенням деформаційного зміцнення [3].

Авторами [6,7] показано, що в більш загальному випадку залежність $\sigma = f(\epsilon)$ є чотирістадійною (рис. 9). Стадії деформації розрізняються інтенсивністю зміцнення: перехідна стадія, що слідує за межею

плинності, стадія II з високим постійним або майже постійним зміцненням, стадія III зі зменшуваним значенням θ і стадії IV з низьким і майже постійним коефіцієнтом зміцнення. Автори резюмують, що стадії пластичної деформації зобов'язані своєю появою закономірностям еволюції субструктур. Як зазначено в [6,7] перехід від однієї стадії пластичної деформації до іншої зумовлений перетвореннями в дислокаційній підсистемі кристала.

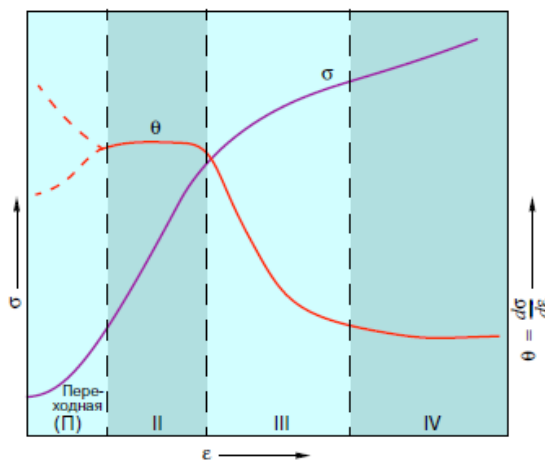


Рис. 9. Типова чотиристадійна крива напруження – деформація і залежність $\theta=f(\epsilon)$ (схема). Штрихові прямі - межі стадій деформації

1.2. Вплив границь зерен на розвиток пластичної деформації.

Є велика кількість експериментальних даних, які свідчать про те, що на поведінку матеріалу в процесі пластичної деформації великий вплив має тип границь зерен [1-9]. Особливу роль у полікристалах відіграють границі зерен, які мають різну структуру, і, як наслідок, різну енергію, дифузійну проникність, здатність до переміщення в кристалі, різні способи взаємодії з різними дефектами кристалічної будови. Від протяжності границь зерен у кристалі залежить і розмір зерна. Розглянемо вплив цих структурних характеристик на розвиток пластичної деформації в полікристалах [3,5,8-10].

Границями зерен називають поверхню, по обидва боки від якої кристалічні ґратки різняться просторовою орієнтацією. Границі зерен за розорієнацією сусідніх зерен відносять до *малокутових і висококутових*.

Малокутові границі, якщо кут розорієнтації менше $12-15^{\circ}$, утворюються системами дислокацій. Для опису будови малокутової границі використовують дислокаційну модель (рис. 10). За кутів розорієнтації зерен $\theta \geq 12-15^{\circ}$ вказана дислокаційна модель не придатна для опису будови границі зерен, оскільки при близькому розташуванні їхні ядра зливаються і дислокації втрачають свою індивідуальність. До малокутових границь відносять усі субзеренні границі у зв'язку з тим, що розорієнтація цих областей не більше 1° [10].

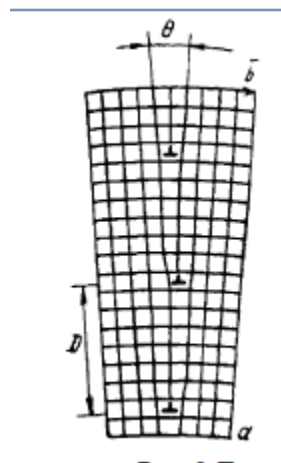


Рис. 10. Дислокаційна модель будови симетричної малокутової границі

Висококутові границі, для яких кут розорієнтування $\geq 12-15^{\circ}$, поділяють на *спеціальні та довільні границі*, що відрізняються за будовою. До *спеціальних границь зерен* відносять границі з особливим кристалографічним розорієнтуванням сусідніх зерен. Як показали Кронберг і Вільсон, під час розвороту на певний кут двох сусідніх зерен навколо спільної кристалографічної осі частина вузлів однієї ґратки збігається з вузлами іншої ґратки (рис. 11). Характерним дискретним кутом повороту відповідає певна щільність вузлів, що збігаються. *Виникає*

так звана ґратка співпадаючих вузлів РСУ з певною щільністю співпадаючих вузлів. Для характеристики РСУ частіше використовують зворотну щільність співпадаючих вузлів, яку позначають Σ - число вузлів ґратки металу, що припадають на один співпадаючий вузол у спільній надґратці. На рис. 11 схематично показано структуру двох зерен, розорієнтованих на певні кути, для яких границя поділу являє собою спеціальну границю.

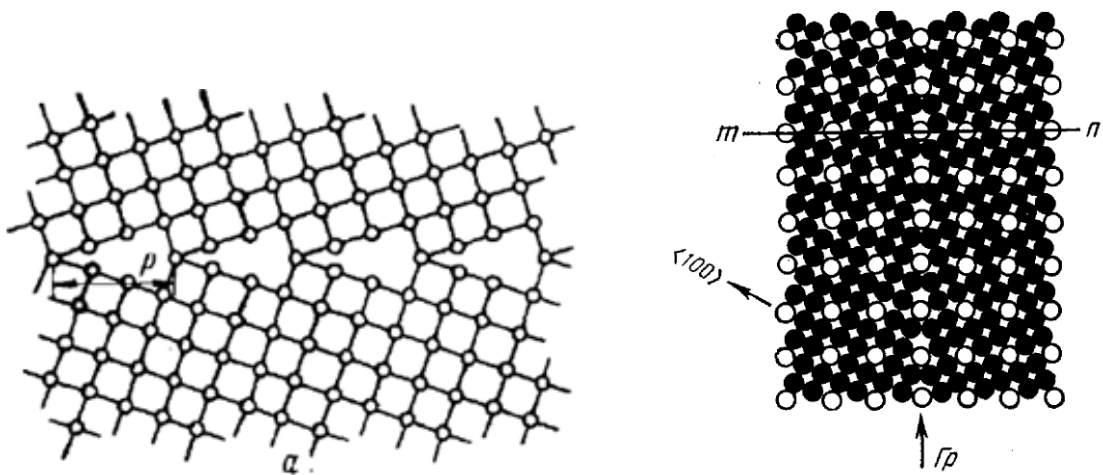


Рис.11. Спеціальні границі між зернами для кубічної ґратки з кутом нахилу 37° навколо осі $\langle 001$ (а) та $36,9^\circ$ навколо осі $\langle 001$ (б, світлі кружки - збіжні вузли ($\Sigma 5$))

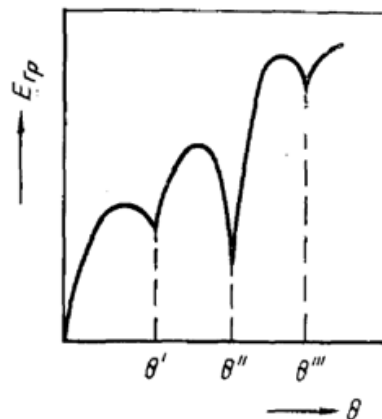


Рис. 12. Залежність енергії границь зерен залежно від кута їхнього розорієтування

Виникає так звана ґратка співпадаючих вузлів РСУ з певною щільністю співпадаючих вузлів. Для характеристики РСУ частіше використовують зворотну щільність співпадаючих вузлів, яку позначають Σ - число вузлів ґратки металу, що припадають на один співпадаючий вузол у спільній надґратці. На рис. 11 схематично показано структуру двох зерен, розорієнтованих на певні кути, для яких границя поділу являє собою спеціальну границю.

Структура границь вузлів, що збігаються, досконала, у зв'язку з цим їхня енергія значно знижена (*спостерігаються мінімуми*) (рис. 12). Така границя є спеціальною і її поведінка під впливом різних зовнішніх факторів буде відрізнятися від звичайних, довільних границь зерен [10].

З інформації, наведеної вище, випливає, що в структурі реальних полікристалів є різні границі зерен з різною структурою і властивостями. Відомо [10-13], що за напружень, які відповідають границі плинності, зернограничні джерела дислокацій починають працювати насамперед на границях загального типу. За напружень, більших за границю плинності, найбільший опір поширенню зсуву також чинять границі загального типу. Водночас через спеціальні границі передача ковзання від зерна до зерна полегшена. На сьогодні встановлено, що пластичність і міцність полікристалічних матеріалів значною мірою визначаються часткою границь спеціального типу в зернограничному ансамблі. Експериментально встановлено, що малокутові та низькоенергетичні спеціальні границі мають високий опір руйнуванню.

Експериментально вивчалось питання про кількісне співвідношення в кристалі малокутових і висококутових границь, границь загального і спеціального типу. Встановлено, що на їхнє співвідношення впливає низка чинників: природа і чистота матеріалу, вихідна дефектна структура, термічна обробка тощо. Так, шляхом різної механічної обробки та відпалу за температури, нижчої за температуру рекристалізації, у зернограничному

ансамблі можна отримати частку границь спеціального типу до 80% і більше. Оскільки полікристал слід розглядати як сукупність довільно орієнтованих монокристалів (зерен), відокремлених один від одного границями зерен, то під час розтягування такого полікристала слід урахувати вплив границь зерен різного типу на розвиток пластичної деформації [12]. Про розвиток ковзання в окремому зерні йшлося вище.

Під час вивчення закономірностей розвитку пластичної деформації необхідно враховувати, що границі зерен слугують ефективними бар'єрами для рухомих дислокацій, і характер їхньої взаємодії багато в чому визначається типом і структурою границі. Саме з гальмуванням дислокацій пов'язані найважливіші механічні властивості.

Важливо, що границі зерен *можуть містити різного типу точкові й одномірні дефекти*. До одномірних дефектів границь зерен належать власні та невластні зернограничні дислокації (ЗГД).

Сітка *власних ЗГД* виконує роль акомодатії, пристосовуючи структуру границі до конкретної розорієнтації зерен, що відповідає існуванню границі збіжних вузлів. *Невластні ЗГД є результатом впровадження гратчастих дислокацій у висококутові границі*. Таке впровадження відбувається під час пластичної деформації. Захоплена границями гратчаста дислокація, абсорбуючись границями, може дисоціювати на дві або більшу кількість зернограничних дислокацій, які й називаються невластними (або сторонніми, внесеними) ЗГД. Така дисоціація енергетично вигідна, призводить до зменшення далекодіючого поля пружного напруження [11].

У процесі розвитку пластичної деформації ковзанням дислокацій *границі зерен можуть і поглинати, і випускати гратчасті дислокації*. Останнє можливе, якщо відбудеться об'єднання кількох ЗГД з малими векторами Бюргерса в одну гратчасту дислокацію або ж станеться стискання делокалізованого ядра. Уступи, злами границь і потрійні стики зерен є

найвірогіднішими місцями випускання гратчастих дислокацій, тому що близько них, як бар'єрів, утворюються скупчення ЗГД, які потім об'єднуються під дією прикладеного навантаження в гратчасту дислокацію. Малокутова границя притягує до себе точкові дефекти, зокрема і домішкові атоми, внаслідок пружної взаємодії з ними дислокацій, що є складовою границі. Домішкові атмосфери гальмують міграцію малокутових границь, стабілізуючи субструктури [10-13].

Експериментальні дані показують, що взаємодія висококутових границь зерен з дефектами кристалічної гратки призводить до зміни їхньої дифузійної проникності, і, як наслідок, зміни швидкості зернограничного прослизання, міграційної рухливості дифузійно-контрольованих процесів. На анігіляційні процеси й активізацію стоку дислокацій у границі зерен зменшення розміру зерна діє аналогічно підвищенню температури. Експериментально встановлено, що збільшення чутливості напруження течії та щільності дислокацій в ультрадрібнозернистій Cu до температурних змін визначається процесами за участю вакансій у великій кількості утворених границь зерен [14].

1.3. Вплив середнього розміру зерен на розвиток пластичної деформації. Закон Холла-Петча.

На поведінку полікристалічного матеріалу в процесі пластичної деформації великий вплив чинять зерна: їхній розмір, форма і тип. Що дрібніше зерно, то частіше зустрічаються на шляху ковзаючих дислокацій границі зерен, які є ефективними бар'єрами для рухомих дислокацій. У зв'язку з цим для продовження пластичної деформації вже на початкових її стадіях потрібні великі напруження. Це підтверджується експериментальними кривими деформації, наведеними на рис. 13 [3].

Видно, що в міру подрібнення зерна границя плинності зростає. Численні експерименти показали, що нижня границя плинності визначається виразом

$$\sigma_{т.н.} = \sigma_t + K d_y^{-1/2}, \quad (1)$$

де σ_t і K_y - константи матеріалу за певної температури випробування і швидкості деформування; d - розмір зерна (або субзерна за полігонізованої структури). Співвідношення (1) називається рівнянням Холла-Петча. Воно дає кількісний опис зростання границі плинності полікристалічного матеріалу зі зменшенням розміру зерна.

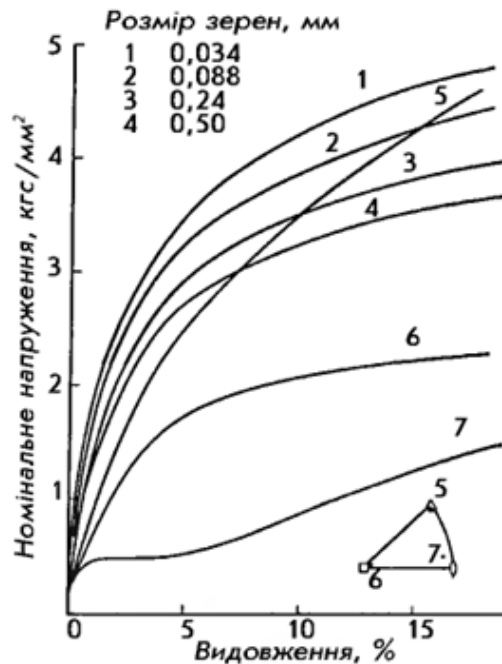


Рис. 13. Деформаційні криві полікристалів алюмінію з різним розміром зерна (1-4) і монокристалів алюмінію різної орієнтації (5-7)

Закон Холла-Петча універсальний і добре описує вплив розміру зерна не тільки на $\sigma_{т.н.}$, а й на умовну границю плинності та взагалі на будь-яке напруження течії в області рівномірної деформації. Як приклад, на рис. 14 наведено залежності $\sigma_{т.н.} - d^{-1/2}$, які отримані для різних матеріалів з

різним розміром зерна. Видно, що закон Холла-Петча добре виконується для всіх металевих матеріалів [1].

Фізичне трактування емпіричного рівняння (1) базується на вже розглянутих уявленнях про природу плинності матеріалів. Константу σ_t розглядають як напруження, необхідну для переміщення дислокацій усередині зерна, а доданок $K_y d^{1/2}$ - як напруження, потрібну для приведення в дію дислокаційних джерел у сусідніх зернах.

Параметр K_y характеризує нахил прямої $\sigma_T - d^{1/2}$ - за Коттреллом, $K_y = \sigma_d \times (2l)^{1/2}$, де σ_d напруження, яке необхідне для розблокування дислокацій у сусідньому зерні (наприклад, відриву від домішкової атмосфери); l - відстань від границі зерна до найближчого дислокаційного джерела.

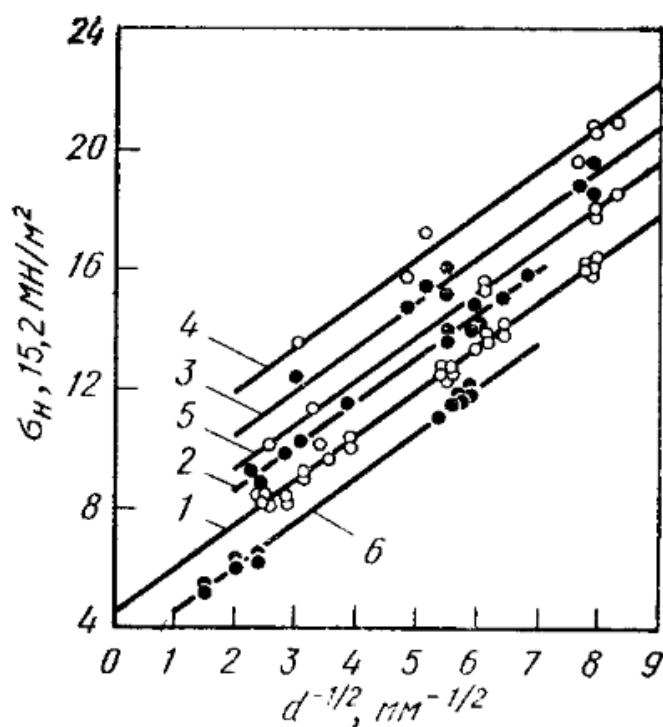


Рис. 14. Залежність нижньої межі плинності від зворотної величини кореня квадратного з розміру зерна d : 1 - відпалена м'яка сталь; 2 - сталь, загартована з 6500 С; 3 - сталь, загартована та зістарена протягом 1 год. при 2000 С; 4 - відпалене залізо

Таким чином, K_y визначає труднощі передачі деформації від зерна до зерна [1]. Фізичний зміст параметрів σ_t ; і K_y не змінюється, якщо рівняння виду (1) використовується для розрахунку умовної границі плинності.

Закон Холла-Петча добре виконується для великих розмірів зерна ($d \geq 1$ мм), для широкого діапазону розмірів зерна і матеріалів.

В останнє десятиліття в експериментальних роботах виявлено, що в нанометровому діапазоні розміру зерна для наноматеріалів спостерігаються відхилення від стандартної залежності Холла-Петча. Така аномальна залежність при $d < 15-20$ нм є наслідком зміни структурного механізму пластичної течії - з класичного дислокаційного механізму на зерномежорядне мікропрослизання, що здійснюється тим легше, чим менший розмір зерен. Найефективніше зернограничне мікропрослизання реалізується в нанокристалах, отриманих контрольованим відпалом аморфного стану, коли утворюються аморфні зернограничні прошарки. Подібні прошарки розглядаються як "розмиті" границі зерен. Деформація такої структури здійснюється по аморфних прошарках шляхом утворення в них локалізованих смуг зсуву [14,15]. Значний вплив на міцність і пластичність ультрадрібнозернистих сплавів чинить вплив не тільки розмір зерна, а й його форма, тип меж (малокутові та великокутові), а також морфологія та розподіл у структурі вторинних фаз [16].

2. Експериментальна частина: дослідження неоднорідності пластичної деформації в двовимірних полікристалах алюмінію за умов одновісного активного розтягнення

Неоднорідність пластичної деформації, її локалізація завжди мають місце в полікристалічних зразках. Вони обмежують можливість використання полікристалічних матеріалів у різного виду конструкціях. Дослідженню цієї проблеми останнім часом присвячено чималу кількість експериментальних і теоретичних наукових праць, зокрема питанням експериментального дослідження локалізації пластичної деформації та можливостям її делокалізації. У роботах [17 - 20] наведені й описані методи дослідження механізмів локалізації пластичної деформації. Вони є досить ефективними, проте їхнє використання видається складним і скрутним, і, головне, вони не дають змоги безперервно в процесі деформування зразка аж до його руйнування стежити за виникненням і розвитком локалізації пластичної деформації одночасно в усіх ділянках поверхні зразка. Тільки такий метод експериментального дослідження може дозволити виявити різноманітні можливі механізми локального деформування і визначити їхню природу.

Локалізація деформації, що призводить до її неоднорідності, добре відоме, але недостатньо вивчене і не передбачуване явище, яке відбувається за будь-яких умов деформування.

У [21 - 25] наведено опис оригінальної методики, основою якої є дифракція світла на квазіперіодичній структурі поверхні зразка, що змінюється в процесі його деформування. Вона може бути використана, коли деформація зразка здійснюється і контролюється ковзанням дислокацій або специфічною перебудовою субзеренної структури [10]. З використанням методу візуалізації лінійна роздільна здатність цієї методики становить ≈ 1 мкм, а кутова - кілька кутових хвилин. Відмінною

особливістю методики є можливість безперервного (протягом усієї деформації зразка) дослідження виникнення локалізації деформації за будь-якого її механізму в будь-якій ділянці поверхні зразка.

2.1. Зразки для досліджень і методика проведення експерименту

Для проведення експерименту використовувалися полікристалічні зразки чистого алюмінію (99,97%). Середній розмір зерен в зразках становив 5 мкм та 10 мкм. Такі зразки були отримані зі стрічки алюмінію товщиною 0,15 мм. Необхідний розмір зерен досягався підбором режиму термомеханічної обробки, що полягав у попередньому відпалі зразків за температури 300°C, деформації зразків в умовах одновісного розтягування на 2-3%, та рекристалізаційному відпалі протягом 5 годин за температури 640°C. Обидві поверхні зразка ретельно полірували і на одній із них за допомогою відомого стандартного травителя виявляли границі зерен. Друга поверхня зразка залишалася недоторканою. За допомогою рентгенівського методу Лауе визначали кристалографічну орієнтацію всіх зерен, що складають зразок, відносно основних напрямків у кристалічній ґратці до і після деформування. Слід зазначити, що всі досліджені зразки містили тільки наскрізні границі зерен. Таким чином, зразки алюмінію для досліджень являли собою двовимірні полікристали.

Ця обставина видається досить важливою, оскільки у двовимірних полікристалах через відсутність обмеженості в напрямку, перпендикулярному до вільної поверхні зразка, виявлено локалізацію пластичної деформації, пов'язана зі специфічною закономірністю змін субзеренної структури та особливостями дислокаційного ковзання, коли ковзання дислокацій не обов'язково відбувається активними системами ковзання з максимальним фактором Шміда (специфіка тонкого зразка [27], коли $h \ll b \ll l$, де h - товщина зразка, b - його ширина, а l - довжина).

Усі зразки деформувалися до руйнування на спеціальному деформуючому пристрої (рис. 15) в умовах активного одновісного розтягування з постійною швидкістю, що давало змогу

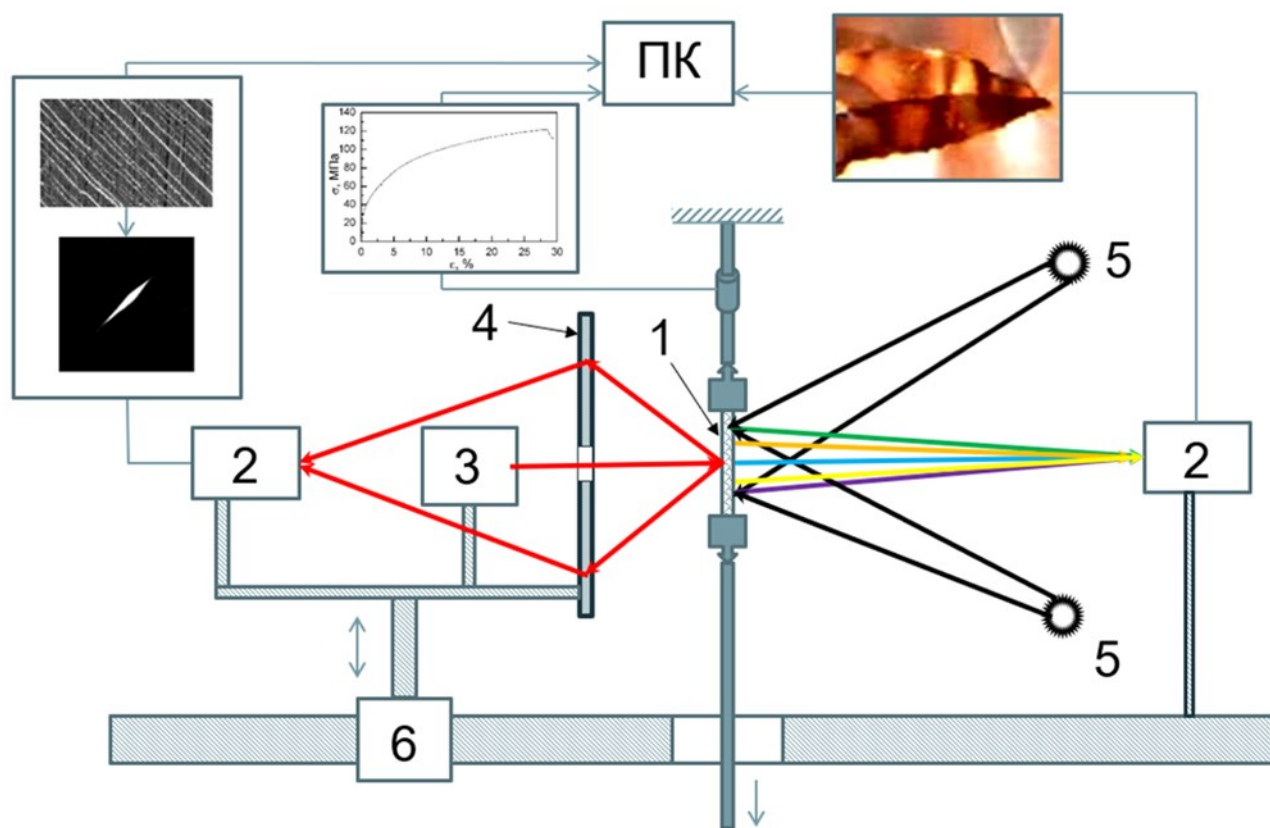


Рис. 15. Схема пристрою для виявлення внутрішньо зеренних розворотів під час пластичного деформування полікристалічних зразків.

безперервно в процесі деформування зразка сканувати лазерним пучком (3) всю поліровану поверхню (неотравлену) зразка (1) з метою виявлення на поверхні зразка в різних його ділянках виникнення та розвитку дислокаційного ковзання. Ця методика давала змогу не тільки виявити початок дислокаційного ковзання, а й простежити за його розвитком і можливою зміною напрямку ковзання та виникнення ковзання в інших системах ковзання. Картини дифракції лазерного випромінювання на деформаційному рельєфі з ліній ковзання, що виникав, реєстрували за допомогою цифрової камери, підключеної до ПК (2). На іншу поверхню

зразка з виявленою на ній унаслідок хімічного травлення не тільки границь зерен і з різною квазіперіодичною структурою в зернах з різною кристалографічною орієнтацією спрямовувалося біле світло. За допомогою другої камери від усієї поверхні зразка безперервно в процесі деформації реєструвалися колірні орієнтаційні карти (ЦОК), що характеризують субструктурні та орієнтаційні зміни на поверхні зразка. Використання методу візуалізації колірних орієнтаційних карт дало змогу значно збільшити роздільну здатність і чутливість методу. Таким чином, у процесі деформування зразка реєструвалися деформаційна крива в координатах $\sigma = \sigma(\epsilon)$, де σ - напруження, що деформує, ϵ - відносна деформація зразка, і безперервно одержувалася інформація про виникнення та розвиток дислокаційного ковзання, про орієнтаційні та субструктурні зміни в межах кожного зерна одночасно для всіх зерен, із яких складається зразок.

2.2. Результати експериментальних досліджень

Використання високочутливих оригінальних методик, що дають змогу одночасно і безперервно в процесі деформування двовимірних полікристалів алюмінію одержувати інформацію щодо виникнення та розвитку дислокаційного ковзання і змін субзеренної структури, дало змогу визначити різні механізми локалізації пластичної деформації, що призводить до її неоднорідності.

На рис. 16 приведені збільшені фрагменти фотографії зеренної структури досліджених зразків, а на рис. 17 результати визначення кристалографічної орієнтації методом Лауе за допомогою основного

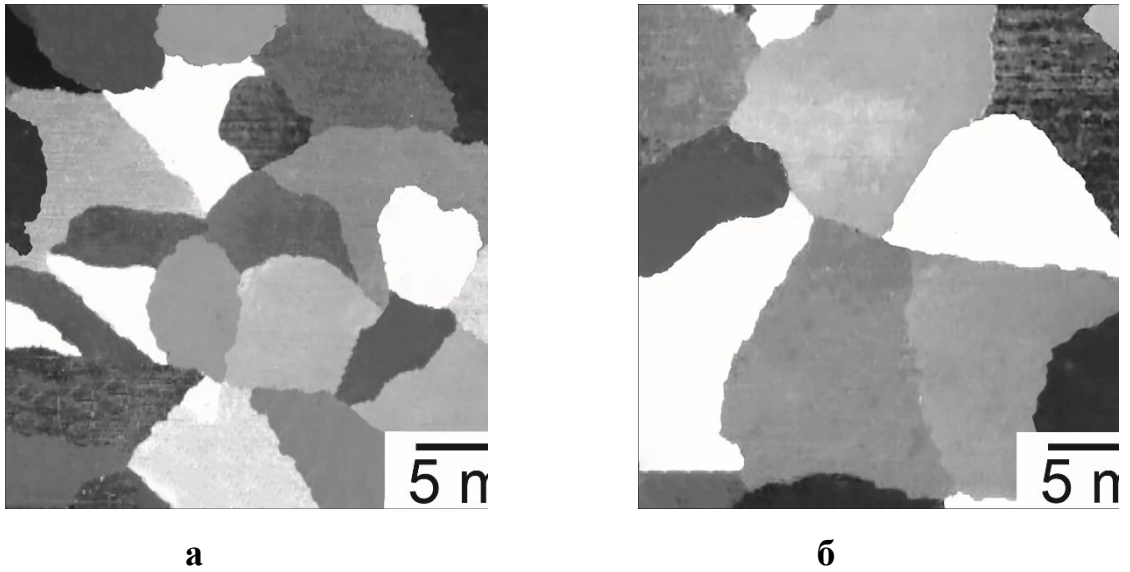


Рис. 16. Мікрофотографії ділянки поверхні зразків алюмінію з різним середнім розміром зерен \bar{d} після виявлення меж зерен. а) $\bar{d}_1=5 \text{ мкм}$, б) $\bar{d}_2=10 \text{ мкм}$.

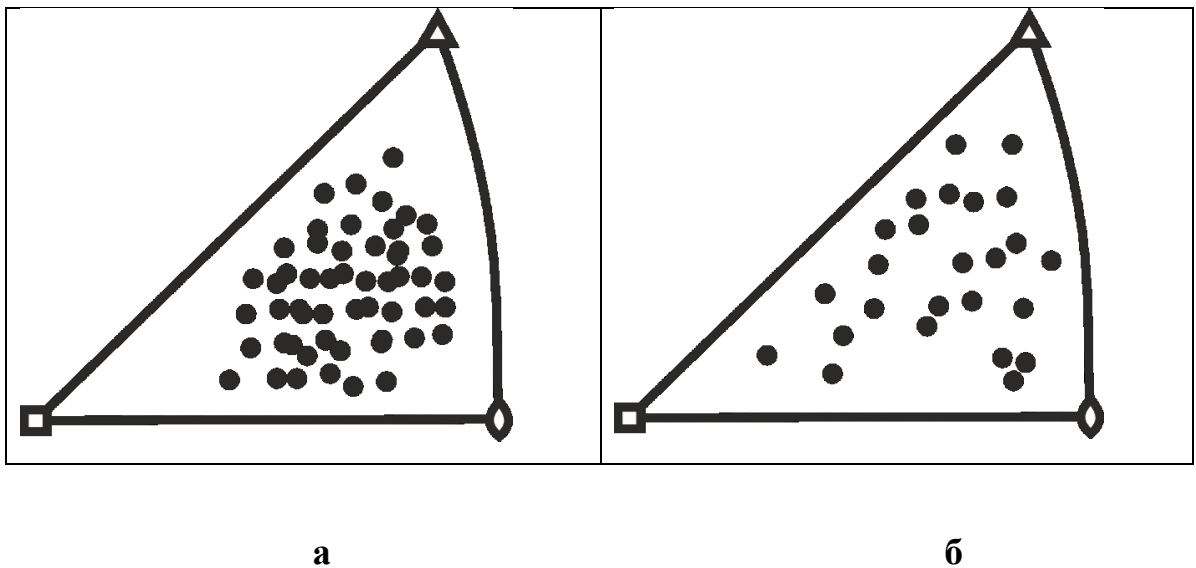


Рис. 17. Спектр розорієнтації зерен для полікристалічних зразків алюмінію з різним середнім розміром зерен \bar{d}_1 и \bar{d}_2 .

У стандартному стереографічному трикутнику наведено орієнтацію осі розтягування зразка відносно основних кристалографічних напрямків.

стереографічного трикутника для всіх зерен. Форма всіх зерен і для одного і для іншого зразка з різним середнім розміром зразка відносно рівновісна, що стосується спектра розподілу зерен за кристалографічною орієнтацією, то він виявляється ширшим для крупно зернистих зразків. Можливим поясненням цього результату може слугувати специфіка зразків - двовимірні полікристали (наскрізні межі зерен).

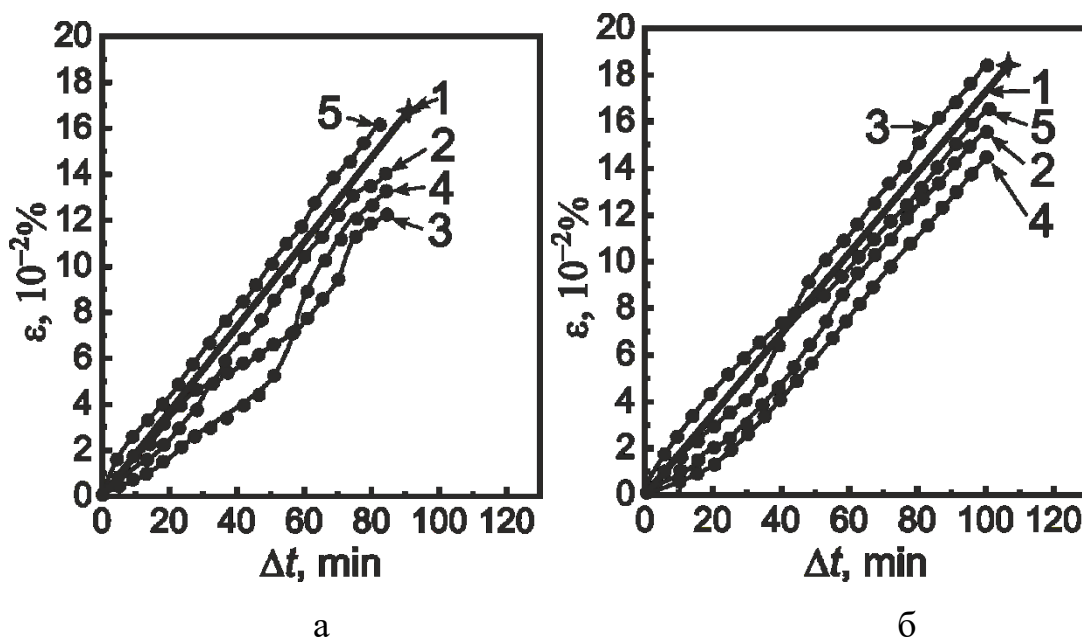


Рис. 18. Розвиток відносної деформації окремих зерен у зразках алюмінію з різним середнім розміром зерен а) $\bar{d}_1 = 5 \text{ mm}$, б) $\bar{d}_2 = 10 \text{ mm}$. 1 – відносна деформація зразка; 2, 3, 4, 5 - відносна деформація зерен .

У процесі деформування зразків безперервно реєструвалося зображення поверхні полікристалічного зразка алюмінію з границями, виявленими хімічним травленням. Це дало змогу простежити за розвитком деформації всіх зерен, що складають зразок. Результати цих досліджень наведено на рис. 18 а, б. Залежності $\varepsilon_3 = \varepsilon_3(t)$ (де ε_3 - відносна деформація зерен) мають немонотонний характер, відносна деформація зерна може перевищувати відносну деформацію всього зразка. Слід зазначити, що деформацію зразків здійснювали в умовах активного

навантаження з постійною швидкістю (крива а) і така аномалія в деформаційній поведінці окремих зерен свідчить про локалізацію пластичної деформації в них.

Використання вищевказаних методик отримання колірних орієнтаційних карт (КОК) і візуалізації на них колірних відтінків дали змогу виявити низку механізмів внутрішньо зеренних розворотів, що призводять до локалізації пластичної деформації в зернах. Для виявлення орієнтаційних змін у зразках від поверхні всіх зерен отримували лауеграми до і після деформування зразка. Для частини зерен такі дослідження виявляли орієнтаційні зміни, для інших - ні. На рис. 19 наведено приклад розвороту одного із зерен в процесі деформування зразка, що призводить до зміни кристалографічної орієнтації зерна як цілого.

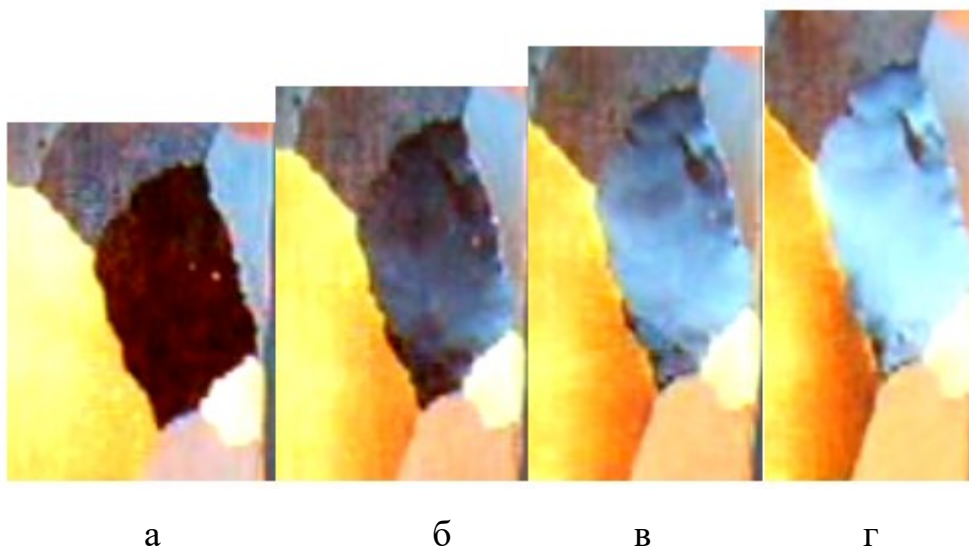


Рис. 19. Розвороти кристалічної ґратки зерна в процесі пластичної деформації в залежності від деформації зразка: а – $\varepsilon = 0\%$; б – 12% ; в – 18% ; г – 24% .

І, в результаті, в такому зерні відносна деформація зерна може перевищувати відносну деформацію зразка в цілому.

Можливі й інші механізми, що сприяють розворотам зерен. Методика отримання КОК і візуалізації на ній колірних відтінків [25] дає змогу не тільки визначити середній розмір субзерен і розподіл їх за відтінком, а й показати розташування субзерен певного розміру й орієнтації в будь-який момент деформації на поверхні зерна. Так, поблизу границь деяких зерен у процесі деформації зразка виникають субзерна мікронного розміру, які безперервно змінюють свою орієнтацію. Такий механізм орієнтаційних змін також сприяє збільшенню деформації зерен.

Це далеко не весь перелік можливих ефектів орієнтаційних змін, що виникають під час пластичної деформації полікристалічних зразків алюмінію.

На рис. 20 наведено ілюстрацію ще одного механізму внутрішньо зеренних розворотів. У зернах, орієнтація яких є несприятливою для виникнення й розвитку дислокаційного ковзання, відбувається розворот окремих областей, що призводить до виникнення в них умов, сприятливих для виникнення й розвитку ковзання дислокацій (рис.20). Таких областей у зерні може бути декілька. Експериментально показано, що такий характер виникнення ковзання може відбуватися і більш складним чином. В одному із зерен відбувається розворот певної його частини (області). Надалі в процесі деформації зразка, у цій ділянці виникає свій розворот, що призводить до розвитку в ній ковзання. Такий механізм виникнення і розвитку ковзання може мати місце одночасно або послідовно в різних зернах зразка. Форма і розмір цих областей різноманітний.

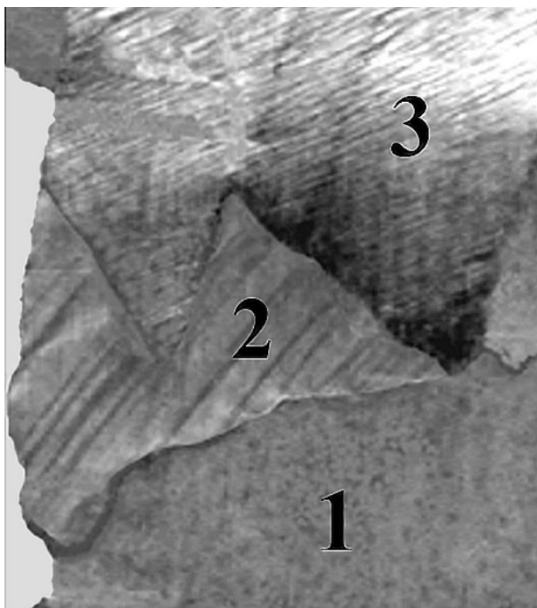


Рис. 20. Виникнення ковзання дислокацій в окремих областях зерна після їх розвороту. 1 - область зерна, яка не змінила своєї орієнтації; 2, 3 - області, в яких з'явилися лінії ковзання після їхнього розвороту.

Характер розподілу цих субзерен за розміром і кристалографічною орієнтацією може бути різним.

Висновки

1. Приведені результати експериментальних досліджень виникнення та розвитку неоднорідностей пластичної деформації полікристалічних зразків алюмінію зі скрізними границями зерен.
2. Експериментально показано, що в полікристалічних одно кристальних по товщині зразках алюмінію, одержаних методом рекристалізації, спектр разорієнтації зерен ширший в зразках з більшим середнім розміром зерен ($\bar{d} \approx 10\text{мм}$).
3. Показано, що розвиток відносної пластичної деформації зерен має немонотонний характер, причому відносна деформація окремих зерен може перевищувати відносну деформації всього зразка.
4. За допомогою високо роздільної методики, основою якої є дифракція світла на квазіперіодичній структурі поверхні зразків, виявлений механізм розвороту зерна як цілого, що полягає в специфічній перебудові субзеренної структури цього зерна.
5. Експериментально показано, що в деяких зернах в процесі деформування відбувається зміна орієнтації частини або частин зерна на орієнтацію, сприятливу для виникнення й розвитку ковзання дислокацій, що призводить до локалізації пластичної деформації.

Список використаних джерел

1. R.W. Cahn, P. Haasen. Physical Metallurgy. Elsevier Science Publishers B. V., 1983, v.2. – 624 p.
2. Hönigsmann R. Plastic deformation of metals. Edward. 1984, – 483 p.
3. Зиман З.З., Сіренко А.Ф. Основи фізичного матеріалознавства: Навчальний посібник. Х.: ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2005. 288 с.
4. Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В. Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з фізичного матеріалознавства: 1. Вивчення пластичної деформації та визначення механічних характеристик металів і сплавів. 2. Вирощування монокристалів. - Х.: ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2007. - 36 с.
5. Кшнякин. В. С., Опанасюк А. С., Дядюра К. О. Основи фізичного матеріалознавства: Навчальний посібник. – Суми: Сумський державний університет, 2015. – 466 с.
6. Koneva N.A., Lychagin D.V., Teplyakova L.A., Kozlov E.V. Parameters of dislocation structures and factors determining flow stress at stages III and IV // Strength of metals and alloys. Proceed. of ICSMA – 8. – Oxford: Pergamon press, 1988. – P. 385-390],
7. Kozlov E.V., Koneva N.A., Lychagin D.V., Trishkina I.I. Role of internal stress fields at various stages of strain hardening // The Physics of Metals and Metallograph. 2000. V.90. Suppl. P. 559 – 567/
8. Brandon D.G. The structure of high-angle grain boundaries. // Acta met. 1966. V.14. P.1479 - 1484.
9. Bolman W. Crystal Defects and Crystalline Interface. Berlin: Springer Verlag. 1970. 368 p.
10. Sutton A.P., Balluffi R. W. Interfaces in crystalline materials. Oxford: Clarendon press, 1995. 807 p.

11. Демченко Л.Д. Дефекти в кристалах. Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2021. – 250 с.
12. Lehockey E.M., Palumbo G., Aust K.T, Erb U., Lin P. On the role of intercrystalline defects in polycrystal plasticity. // *Scripta Mater.* 1998. V.39. №3. P.341-346.
13. Sandig M. G., Ezaz T., Sehitoglu H., Robertson I. M. Energy of slip transmission and nucleation at grain boundaries. // *Acta Mater.* 2011. V. 59. № 1. P. 283 - 296.
- 14 Perevezentsev V.N., Pupynin A.S., Svirina J.V. Analysis of Intragranular Deformation Influence on the Grain Boundary Diffusive Properties,” // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2005. - vol. 410-411. - P.273-276.
15. Valiev R. Z.. Approach to Nanostructured Solids through the Studies of Grain Boundaries in Submicron-Grained Polycrystals // *Nanostruct. Mater.* 1995, 6, p.73–83.
16. Wang Z. W., Wang Y. B., Liao X. Z., Zhao Y. H., Lavernia E. J., Zhu Y. T., Horita Z., Langdon T. G. Influence of stacking fault energy on deformation mechanism and dislocation storage capacity in ultrafine-grained materials. // *Scripta Mater.* 2009. V. 60. P. 52 – 55.
17. Dhruv Anjaria, Milan Heczko, Rephayah L. Black, Chris Bean, Mike A. Reynolds, Kun Zhang, Damien Texier, Valery Valle, Michael J. Mills, Darren C. Pagan, J. C. Stinville. Plastic deformation delocalization at cryogenic temperatures in a nickel-based superalloy // *Acta Materialia*, – 2024. 120106
18. F. Bourdin, J.C. Stinville, M.P. Echlin, P.G. Callahan, W.C. Lenthe, C.J. Torbet, D. Texier, F. Bridier, J. Cormier, P. Villechaise, T.M. Pollock, V. Valle. Measurements of plastic localization by heaviside-digital image correlation // *Acta. Materialia.* – 2018, Volume 157, P. 307-325
19. A. Weidner, H. Biermann. Review on Strain Localization Phenomena Studied by High-Resolution Digital Image Correlation // *Adv. Eng. Mater.* – 2021. Volume 23).

20. T B Britton, A J Wilkinson, Measurement of residual elastic strain and lattice rotations with high resolution electron backscatter diffraction // *Ultramicroscopy*. – 2011, Volume 111, Issue 8, P. 1395-1404
21. 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.
22. 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.
23. 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.
24. 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.
25. E. E. Badiyan, A. G. Tonkopryad, O. V. Shekhovtsov, R. V. Shurinov, T. R. Zetova, K. S. Kazachkova Determination of Characteristics of Substructure and Orientation Inhomogeneity in Polycrystalline Specimens // *Functional Materials*. – 2014.– V. 21, № 3. – P. 307–312.
26. E.E. Badiyan, A.G. Tonkopryad, Ye.V. Ftomov, O.V. Shekhovtsov Strain hardening of flat samples of two-dimensional high purity al polycrystals // ISSN 1562-6016. ВАНТ. -2020. №1(125). p. 51-55.

27. E.E. Badiyan, Ye.V. Ftomov, O.V. Shekhovtsov, A.G. Tonkopryad Crystal lattice rotations during plastic deformation of two-dimensional polycrystalline al samples // ISSN 1562-6016. BAHT. 2020. - №1(125). p. 56-59.