Міністерство освіти і науки України
Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна

Факультет *Фізичний*

Кафедра *фізики твердого тіла*

До захисту допущено
кафедрою фізики твердого тіла протокол № 5 від 09.06.2026

В. о. завідувача _____ *Золтан ЗИМАН*
(підпис) (ім'я, прізвище)

КВАЛІФІКАЦІЙНА РОБОТА

здобувача *першого (бакалаврського)* рівня вищої освіти
(першого (бакалаврського) / другого (магістерського))

Дослідження взаємодії інфрачервоного випромінювання зі структурою поверхні полікристалічних зразків алюмінію в процесі деформування.
(тема роботи)

Спеціальність (спеціалізація) *104 Фізика та астрономія*
(код та найменування спеціальності; спеціалізації спеціальності)

Освітня програма *фізика*
(назва освітньої програми)

Здобувач _____ Олексій КРИВОШАПОВ
(підпис) (ім'я, прізвище)

Науковий керівник _____ Роман ШУРІНОВ
(підпис) (ім'я, прізвище)

Харків – 2026

АНОТАЦІЯ

Кривошапов О. В. Дослідження взаємодії інфрачервоного випромінювання зі структурою поверхні полікристалічних зразків алюмінію в процесі деформування. – 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, 2026. – 41 с., – Іл. 15.

Метою роботи є дослідження закономірностей взаємодії інфрачервоного випромінювання зі структурою поверхні полікристалічного алюмінію в процесі пластичного деформування та встановлення зв’язку між параметрами відбитого випромінювання і станом поверхні матеріалу.

Об’єктом дослідження є процес формування та еволюції поверхневого деформаційного рельєфу полікристалічного алюмінію під час деформації.

Предметом дослідження є зміни характеристик інфрачервоного випромінювання, зумовлені структурними змінами поверхні матеріалу.

У роботі використано метод одноосьового розтягу, оптоелектронні методи *in situ* спостереження поверхні, цифрову обробку зображень та статистичний аналіз експериментальних даних.

Встановлено залежність між ступенем пластичної деформації, розвитком поверхневого рельєфу та змінами параметрів відбитого інфрачервоного випромінювання. Новизна полягає у виявленні закономірностей, що пов’язують оптичні характеристики відбитого сигналу зі структурною еволюцією поверхні полікристалічного алюмінію.

Показано, що параметри інфрачервоного випромінювання можуть бути використані як інформативний критерій для оцінювання структурного стану та ступеня деформації алюмінію, що відкриває можливості для застосування неруйнівних оптоелектронних методів контролю металевих матеріалів.

Ключові слова: інфрачервоне випромінювання, квазідифракція, двовимірні полікристалічні зразки алюмінію, пластична деформація, деформаційний рельєф, поверхнева структура, оптоелектронний контроль, цифрова обробка зображень.

ANNOTATION

Kryvoshapov O. V. Investigation of the interaction of infrared radiation with the surface structure of polycrystalline aluminum during deformation. – 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, 2026. – 41 p., – Fig. 15.

The aim of this work is to investigate the regularities of interaction between infrared radiation and the surface structure of polycrystalline aluminum during plastic deformation, and to establish the relationship between the parameters of the reflected radiation and the state of the material surface.

The object of the study is the process of formation and evolution of the surface deformation relief of polycrystalline aluminum during deformation.

The subject of the study is the changes in the characteristics of infrared radiation caused by structural changes in the material surface.

The study employs the uniaxial tensile test method, *in situ* optoelectronic surface observation techniques, digital image processing, and statistical analysis of experimental data.

A relationship has been established between the degree of plastic deformation, the development of surface relief, and changes in the parameters of reflected infrared radiation. The novelty of the work lies in identifying regularities that link the optical characteristics of the reflected signal with the structural evolution of the polycrystalline aluminum surface.

It has been shown that infrared radiation parameters can be used as an informative criterion for assessing the structural state and deformation level of aluminum, which enables the application of non-destructive optoelectronic methods for the control of metallic materials.

Keywords: infrared radiation, quasi-diffraction, two-dimensional polycrystalline aluminum samples, plastic deformation, deformation relief, surface structure, optoelectronic control, digital image processing.

ЗМІСТ

ВСТУП 6

РОЗДІЛ 1. СУЧАСНИЙ СТАН ТА ТЕНДЕНЦІЇ РОЗВИТКУ ОПТИЧНИХ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕННЯ ПОВЕРХНІ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ 7

1.1. Еволюція та аналітичні можливості світлової мікроскопії у полікристалічних середовищах 8

1.2. Оптична інтерферометрія та 3D-профілометрія 9

1.3. Спектроскопічна еліпсометрія як метод аналізу нанорозмірних приповерхневих шарів 10

1.4. Локальна мікро-романівська спектроскопія 16

РОЗДІЛ 2. ДИФРАКЦІЯ ТА РОЗСІЯННЯ СВІТЛА НА ПОВЕРХНІ ПОЛІКРИСТАЛЛІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ ПІСЛЯ ХІМІЧНОГО ТРАВЛЕННЯ 19

2.1. Механізми формування оптичного мікрорельєфу при селективному травленні 20

2.2. Теоретичні моделі розсіяння світла на шорстких поверхнях полікристалів 20

2.3. Лазерна скатерометрія та дифрактометрія у діагностиці параметрів зеренної структури 21

РОЗДІЛ 3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА ДОСЛІДЖЕННЯ ТА АНАЛІЗ ОТРИМАНИХ РЕЗУЛЬТАТІВ 23

3.1. Об’єкт дослідження 23

3.2. Методика проведення експерименту 25

3.3. Експериментальні дослідження та аналіз результатів 32

ВИСНОВКИ 38

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ 39

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ ТА СКОРОЧЕНЬ

LED – світловипромінювальний діод;

XRD – дифракція Х-променів;

АСМ – атомно-силовий мікроскоп;

ДТА – диференціальний термічний аналіз;

ІЧ – інфрачервоне;

SEM – сканувальна електронна мікроскопія;

TEM – просвічувальна електронна мікроскопія;

AFM – атомно-силова мікроскопія;

ДІК – диференційно інтерференційний контраст;

СМ – скануюча мікроскопія;

ГЩУ – Гексагонально щільноупакована;

ІБС – інтерферометрія білого світла;

2D – двовимірне;

3D – тривимірне;

EBSD – метод дифракції зворотного розсіяння електронів;

WLI – Інтерферометрія білого світла;

СЕ – спектроскопічна еліпсометрія.

ВСТУП

Дослідження закономірностей пластичної деформації металів і сплавів є одним із пріоритетних напрямів сучасного матеріалознавства та фізики конденсованого стану. Вивчення структурних змін, що відбуваються в матеріалі під дією зовнішніх навантажень, має важливе теоретичне та практичне значення, оскільки дозволяє встановити механізми формування фізико-механічних властивостей матеріалів та прогнозувати їхню поведінку в процесі експлуатації. Особливий інтерес становлять полікристалічні метали, структура яких характеризується складною сукупністю зерен різної кристалографічної орієнтації, що зумовлює неоднорідність процесів деформації на різних масштабних рівнях.

Серед конструкційних матеріалів важливе місце посідає алюміній та його сплави, які завдяки низькій густині, високій питомій міцності, корозійній стійкості та технологічності широко застосовуються в авіакосмічній, транспортній, енергетичній та інших галузях промисловості. Під час пластичної деформації полікристалічного алюмінію відбуваються складні процеси структурної перебудови, пов’язані з рухом і взаємодією дислокацій, розвитком деформаційної текстури, формуванням субзеренної структури та внутрішньозеренними розворотами кристалічної ґратки. Наслідком цих процесів є зміна морфології поверхні матеріалу та виникнення характерного деформаційного рельєфу.

Сучасні тенденції розвитку експериментальних методів дослідження спрямовані на створення неруйнівних способів контролю структурного стану матеріалів, здатних забезпечувати отримання інформації в режимі реального часу. Одним із перспективних напрямів є використання інфрачервоного випромінювання, взаємодія якого з поверхнею матеріалу визначається її геометричними, структурними та фізичними характеристиками. Параметри відбиття, поглинання та розсіювання інфрачервоного випромінювання є чутливими до змін мікрорельєфу поверхні, що виникають у процесі пластичної

деформації. У зв’язку з цим дослідження особливостей взаємодії інфрачервоного випромінювання зі структурою поверхні деформованих металів відкриває можливості для розроблення нових підходів до діагностики та моніторингу еволюції структурного стану матеріалів.

Незважаючи на значну кількість робіт, присвячених вивченню пластичної деформації полікристалічних матеріалів, питання взаємозв’язку між розвитком поверхневого рельєфу та характеристиками взаємодії інфрачервоного випромінювання з деформованою поверхнею залишаються недостатньо дослідженими. Це визначає актуальність проведення комплексних досліджень, спрямованих на встановлення закономірностей зміни структурної еволюції поверхневих шарів матеріалу за допомогою інфрачервоного випромінювання.

РОЗДІЛ 1. СУЧАСНИЙ СТАН ТА ТЕНДЕНЦІЇ РОЗВИТКУ ОПТИЧНИХ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕННЯ ПОВЕРХНІ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ

Поверхня полікристалічних матеріалів (металів, сплавів, кераміки, напівпровідників) відіграє вирішальну роль у формуванні їхніх фізико-механічних, корозійних, трибологічних та експлуатаційних властивостей. Оптичні методи дослідження є базовим, але водночас високоінформативним інструментом для аналізу топографії, дефектної структури, фазового складу та локальних напружень у приповерхневих шарах твердих тіл [1].

Головними перевагами оптичних методів є їхня неруйнівна природа, відносна експресність, відсутність потреби у складному вакуумному обладнанні (на відміну від електронної мікроскопії) та можливість проведення досліджень *in situ* в умовах реальних температурних або механічних навантажень [2].

Вивчаючи фізико-хімічні процеси, що відбуваються у твердих тілах під дією зовнішніх чинників (механічних навантажень, агресивних середовищ, температурних полів), дослідники неминуче стикаються з проблемою дослідження стану їхньої поверхні. Для полікристалічних матеріалів (металів та

сплавів) ця проблема ускладнюється наявністю яскраво вираженої структурної та кристалографічної анізотропії, зумовленої хаотичною або текстурованою орієнтацією окремих кристалітів (зерен), а також високою концентрацією міжзеренних меж [1].

Як зазначається у працях [2, 3], саме межі зерен та дефекти кристалічної ґратки, що виходять на поверхню, є осередками локалізації напружень, зародження тріщин. У зв'язку з цим розвиток і вдосконалення методів контролю морфології та фазово-структурного стану поверхні є одним із пріоритетних завдань сучасного матеріалознавства.

Аналіз літератури свідчить, що поруч із високороздільними методами електронної та зондової мікроскопії (SEM, TEM, AFM), які вимагають складного вакуумного обладнання та специфічної підготовки зразків, значну нішу утримують оптичні методи. Сучасні оптичні методи дослідження еволюціонували від суто якісної візуалізації до прецизійного кількісного аналізу. Їхні переваги – неруйнівний характер взаємодії, можливість проведення експериментів у режимі реального часу (*in situ*) та відносна апаратна доступність [4].

1.1. Еволюція та аналітичні можливості світлової мікроскопії у полікристалічних середовищах

Класична оптична металографія протягом багатьох десятиліть залишається базовим інструментом матеріалознавця. Проте, як підкреслює Вандер Воорт у своєму класичному керівництві [5], потенціал світлової мікроскопії (СМ) часто недооцінюється через нехтування спеціальними режимами контрастування.

У роботах [5, 6] детально описано методологію застосування різних типів освітлення для виявлення специфічних дефектів полікристалічної структури:

Світлопольова мікроскопія є стандартним підходом для оцінки середнього розміру зерен (згідно зі стандартами ASTM) та виявлення великих пор чи включень, проте вона має низьку чутливість до слабких градієнтів рельєфу.

Темнопольова мікроскопія, за рахунок реєстрації лише дифрагованого та розсіяного світла, дозволяє візуалізувати субмікронні поверхневі дефекти, подряпини та тонкі хімічні неоднорідності, які є «невидимими» у світлому полі [6].

Особливу увагу в оглядовій літературі [7] приділено методам поляризаційної мікроскопії та диференціального інтерференційного контрасту (ДІК) за Номарським. Автори роботи [8] демонструють, що поляризаційна СМ є незамінною під час дослідження матеріалів з гексагональною щільноупакованою (ГЩУ) ґраткою (таких як α-титан або цирконій). Оскільки коефіцієнт відбиття анізотропних кристалів залежить від їхньої кристалографічної орієнтації відносно площини поляризації, це дозволяє диференціювати зерна за орієнтацією без застосування агресивного хімічного травлення.

З іншого боку, метод ДІК, як показано в монографії [9], завдяки розщепленню світлового променя призмою Волластона, перетворює нанометрові фазові зсуви (викликані мікрорельєфом) в амплітудний або колірний контраст. Це дозволяє дослідникам фіксувати ранні стадії пластичної деформації, зокрема появу ліній ковзання та двійників, безпосередньо під час механічних випробувань.

1.2. Оптична інтерферометрія та 3D-профілометрія

Незважаючи на високу інформативність сучасної СМ, вона дає переважно двовимірне (2D) зображення. Для розв’язання задач трибології, контактної жорсткості та оцінки шорсткості поверхонь виникла потреба в отриманні тривимірних (3D) метричних даних. У цьому контексті в останні десятиліття відбувся прорив у розвитку інтерферометрії білого світла (ІБС), відомої також як вертикально-скануюча інтерферометрія [10].

Як зазначає Р. Ліч [11], WLI базується на використанні джерела світла з малою довжиною когерентності. Суть методу полягає в скануванні зразка по

вертикалі та фіксації положення максимального контрасту інтерференційних смуг для кожного пікселя матриці.

На відміну від лазерної конфокальної мікроскопії, де роздільна здатність по вертикалі обмежена числовою апертурою об'єктива, WLI забезпечує стабільну роздільну здатність на рівні ≈ 0.1 нм незалежно від збільшення об'єктива [10, 11].

У роботах [12] показано ефективність застосування WLI для моніторингу процесів кавітаційної ерозії та міжкристалітної корозії. Метод дозволяє будувати точні профілограми та розраховувати параметри шорсткості поверхні (S_a, S_q, S_z) згідно з сучасними стандартами ISO 25178, що суттєво підвищує достовірність моделювання експлуатаційної надійності матеріалів.

1.3. Спектроскопічна еліпсометрія як метод аналізу нанорозмірних приповерхневих шарів

Окремим важливим напрямом в огляді літератури є дослідження тонких пасивуючих та оксидних плівок, які природним чином утворюються на поверхні полікристалічних металів і визначають їхню корозійну тривкість. Найбільш точним та чутливим інструментом для аналізу таких систем визнано спектроскопічну еліпсометрію (СЕ) [13].

Фізичні основи еліпсометрії, закладені в класичних працях Аззама та Башари [14], базуються на вимірюванні зміни стану поляризації світла при відбитті від зразка. Еліпсометричні параметри Ψ (амплітудне співвідношення) та Δ (різниця фаз між p- та s-компонентами хвилі) є інтегральними характеристиками відбивальної системи.

У матеріалознавчих дослідженнях [13, 15] СЕ використовується не просто як метод вимірювання товщини плівок (що можливо з точністю до часток ангстрема), а як інструмент для визначення комплексного показника заломлення:

$$\overline{n} = n - ik$$

де n – показник заломлення, k – коефіцієнт екстинкції.

Сучасний стан розвитку СЕ, висвітлений у [15], демонструє успішне використання наближень ефективного середовища (наприклад, моделі Бруггемана) для математичного моделювання шорсткості, пористості та градієнта хімічного складу оксидних шарів по глибині. Проте, як зауважують автори [16], еліпсометрія є непрямим методом: для отримання фізичних параметрів необхідна побудова адекватної дисперсійної моделі, що вимагає апріорних знань про структуру об’єкта і є певною вадою методу під час аналізу багатофазних, сильно шорстких полікристалічних поверхонь.

Електромагнітний спектр випромінювання являє собою сукупність усіх можливих електромагнітних хвиль, які характеризуються певними значеннями довжини хвилі, частоти та енергії фотонів. Енергія електромагнітного випромінювання безпосередньо пов’язана з його частотою та обернено пропорційна довжині хвилі. В експериментальних дослідженнях для опису випромінювання найчастіше використовують довжину хвилі, тоді як у теоретичних розрахунках зручніше оперувати частотою, оскільки її значення не змінюється під час переходу хвилі з одного середовища в інше.

Діапазон електромагнітного спектра охоплює радіохвилі, мікрохвилі, інфрачервоне, видиме, ультрафіолетове, рентгенівське та гамма-випромінювання (рис. 1). Із зменшенням довжини хвилі зростають частота, енергія фотонів і проникна здатність випромінювання. Найкоротшою теоретично можливою довжиною хвилі вважається планківська довжина, що є фундаментальною фізичною константою та відповідає надзвичайно високим значенням частоти порядку 10^{43} Гц. Ця величина визначає межу, нижче якої сучасні фізичні теорії втрачають свою застосовність і потребують узгодження квантової механіки з теорією гравітації.

З погляду процесів теплообміну особливе значення має електромагнітне випромінювання, поглинання якого призводить до помітного збільшення внутрішньої енергії та температури тіл. Таке випромінювання називають тепловим випромінюванням. Воно виникає внаслідок теплового руху

заряджених частинок речовини і є одним із трьох основних механізмів передачі тепла поряд із теплопровідністю та конвекцією.



Рис. 1. Спектр випромінювання за довжиною хвилі λ [34]

Теплове випромінювання, яке випускає будь-яка нагріта поверхня, охоплює широкий діапазон довжин хвиль. При цьому енергія розподіляється по спектру нерівномірно. Кількість енергії, що припадає на одиничний інтервал довжин хвиль, характеризується спектральним розподілом випромінювання. Як показано на рис. 2, а, інтенсивність випромінювання змінюється залежно від довжини хвилі, тому термін «спектральний» використовується для опису цієї залежності. Загалом теплове випромінювання являє собою безперервний спектр, який можна розглядати як сукупність монохроматичних складових з різними довжинами хвиль та енергіями. Форма спектрального розподілу та загальна інтенсивність випромінювання визначаються температурою й фізичними властивостями поверхні, що випромінює [35].

Ще однією важливою характеристикою є просторовий (кутовий) розподіл випромінювання, або розподіл направленості. Оскільки випромінювана енергія поширюється у просторі в різних напрямках, інтенсивність випромінювання може залежати від напрямку спостереження. Як показано на рис. 2, б, реальні поверхні випромінюють енергію не завжди однаково в усіх напрямках, а формують певний спрямований розподіл випромінювання. Характер цього розподілу визначається властивостями поверхні, її структурою та фізичним станом і відіграє важливу роль під час аналізу процесів радіаційного теплообміну.

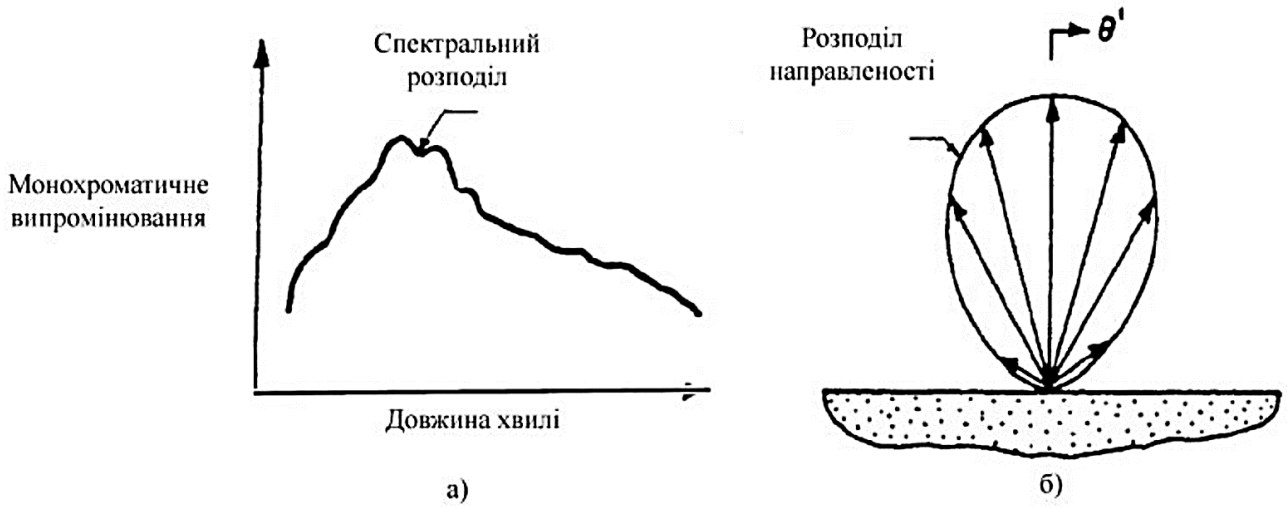


Рис. 2. Випромінювання, що випромінюється поверхнею: (а) спектральний розподіл, (б) розподіл направленості. [36]

Практично всі матеріальні об’єкти, температура яких вища за абсолютний нуль, здатні випромінювати електромагнітну енергію. Характер цього процесу залежить від фізичних властивостей середовища. Для газів, плазми та напівпрозорих матеріалів випромінювання є об’ємним явищем, оскільки генерація та поглинання електромагнітної енергії відбуваються в усьому об’ємі речовини (рис. 3, а). Для більшості рідин і твердих тіл із чітко вираженою межею поділу фаз та високою поглинальною здатністю випромінювання розглядається як поверхневе явище, оскільки основні процеси випромінювання та поглинання зосереджені в тонкому приповерхневому шарі речовини (рис. 3, б).

Фізична природа теплового випромінювання пов’язана з переходами між різними енергетичними станами атомів і молекул. Закони випромінювання встановлюють взаємозв’язок між електронними, коливальними та обертальними рівнями енергії частинок речовини та характеристиками випромінюваної електромагнітної енергії. У результаті таких переходів частина внутрішньої енергії тіла перетворюється на енергію електромагнітного випромінювання.

Після випромінювання енергія поширюється через навколишнє середовище від джерела до об’єкта, що її поглинає. Під час проходження через середовище випромінювання може зазнавати поглинання, розсіювання, відбиття

або заломлення внаслідок взаємодії з частинками речовини та різними неоднорідностями середовища. У результаті цього можуть змінюватися як енергія випромінювання, так і напрямок його поширення. Кінцевим етапом процесу є поглинання випромінювання іншим тілом, при якому енергія електромагнітного поля переходить у внутрішню енергію речовини, спричиняючи її нагрівання або інші фізичні зміни [15].

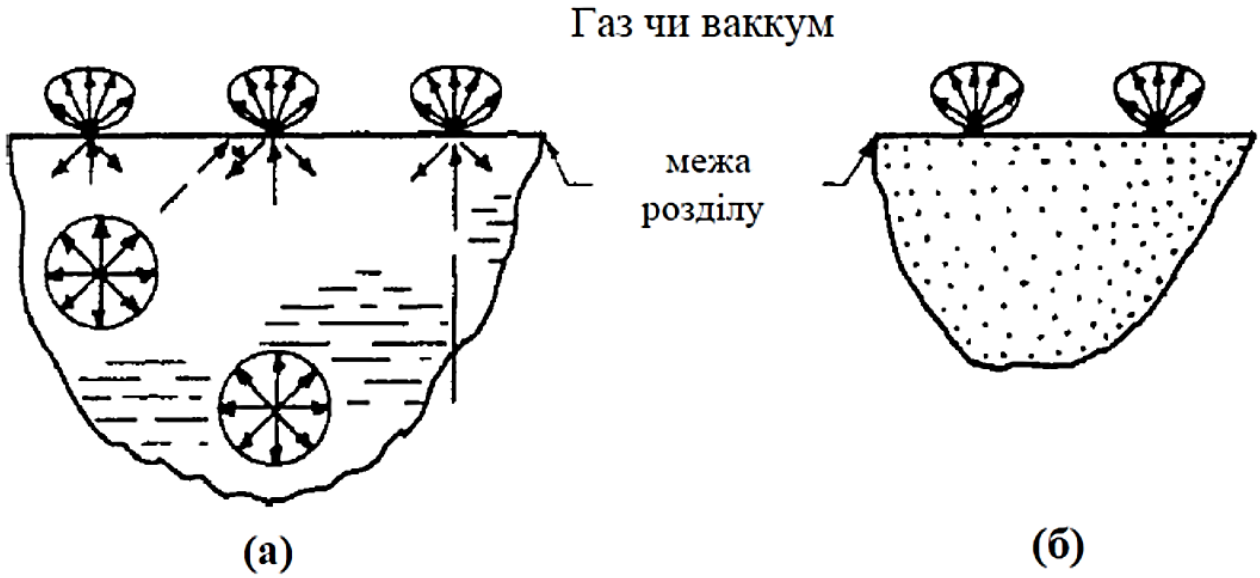


Рис. 3. Випромінювання як об’ємне (а) та поверхневе явище (б). [36]

Передача енергії шляхом випромінювання ґрунтується на трьох фундаментальних процесах: випромінюванні, поглинанні та розсіюванні електромагнітних хвиль. Випромінювання та поглинання являють собою взаємодію електромагнітної енергії з речовиною, під час якої енергія відповідно випускається або поглинається атомами й молекулами. Розсіювання характеризує процес поширення електромагнітних хвиль у середовищі та включає такі явища, як відбиття, заломлення, дифракція, інтерференція та зміна напрямку поширення хвиль унаслідок взаємодії з неоднорідностями середовища.

Незалежно від фізичної природи системи та її геометричних розмірів, процеси радіаційного теплообміну описуються єдиними фундаментальними законами. Для аналізу конкретних задач необхідно враховувати всі три зазначені

процеси. Водночас залежно від співвідношення між характерними розмірами об’єкта та довжиною хвилі випромінювання можуть застосовуватися певні наближення, які суттєво спрощують математичний опис процесів перенесення енергії.

На фундаментальному рівні явища випромінювання та поглинання електромагнітної енергії описуються квантовою електродинамікою (КЕД), яка є релятивістською квантовою теорією електромагнітного поля, а також класичною електродинамікою, що базується на системі рівнянь Максвелла. Проте для більшості інженерних і прикладних задач використання таких складних теоретичних підходів не є необхідним. У практиці теплотехнічних розрахунків зазвичай достатньо застосовувати закони теплового випромінювання, зокрема закон Планка, який встановлює зв’язок між температурою тіла, спектральним розподілом його випромінювання та енергією, що випромінюється.

Здатність матеріалу випромінювати та поглинати електромагнітну енергію характеризується відповідно коефіцієнтом випромінювальної здатності ε та коефіцієнтом поглинання α. Ці параметри залежать від фізичних властивостей матеріалу, довжини хвилі випромінювання та температури і, як правило, визначаються експериментально. Вони відображають зв’язок між мікроскопічними процесами, що відбуваються на рівні атомів і молекул речовини, та макроскопічними характеристиками теплового випромінювання.

Крім того, рівняння Максвелла дозволяють описувати такі хвильові явища, як інтерференція та поляризація електромагнітного випромінювання. Однак у багатьох практичних випадках використовують наближення геометричної оптики, коли характерні розміри тіл значно перевищують довжину хвилі випромінювання, а відстані між взаємодіючими об’єктами є більшими за декілька довжин хвиль. За таких умов хвильові ефекти стають малопомітними, що дає змогу застосовувати спрощені моделі радіаційного теплообміну та аналізувати процеси на основі класичних законів теплового випромінювання [36].

1.4. Локальна мікро-романівська спектроскопія

Дослідження поверхні полікристалів було б неповним без аналізу їхнього локального кристалографічного та напружено-деформованого стану. Останніми роками для розв'язання цих задач усе частіше залучають мікро-романівську спектроскопію, яка поєднує хімічну чутливість коливальної спектроскопії з просторовим розрізненням оптичного конфокального мікроскопа [17].

Як показано у детальному огляді Феррaро [18], комбінаційне розсіювання світла є надзвичайно чутливим до найменших змін симетрії кристалічної ґратки. Це відкриває дві ключові можливості для дослідження полікристалів:

Прикладом є дослідження конструкційної кераміки на основі діоксиду цирконію (ZrO_2). За допомогою мікро-КРС автори [19] успішно візуалізували зони локального фазового переходу з тетрагональної у моноклінну модифікацію навколо вершин втомних тріщин, що дозволило експериментально підтвердити ефект трансформаційного зміцнення.

Наявність залишних або прикладених напружень призводить до мікродеформації кристалічної ґратки, що, відповідно, викликає зміщення або розширення характеристичних романівських піків у спектрі [17, 20].

Одним із перспективних напрямів застосування мікрораманівської спектроскопії є дослідження локального напружено-деформованого стану та кристалографічної структури полікристалічних матеріалів. Використання секулярного рівняння п'єзоспектроскопічного ефекту дозволяє визначати компоненти тензора локальних напружень поблизу меж зерен із просторовою роздільною здатністю до 1 мкм та чутливістю на рівні кількох десятків мегапаскалів [20]. Завдяки цьому мікрораманівська спектроскопія є ефективним доповненням до методу дифракції зворотно розсіяних електронів (EBSD).

У роботі [20] продемонстровано можливість побудови детальних карт розподілу інтенсивності раманівського розсіювання для полікристалічних тонких плівок $CuInSe_2$. На рис. 4 наведено порівняння композитної карти інтенсивності комбінаційного розсіювання та карти орієнтацій, отриманої

методом EBSD. Композитна карта сформована на основі інтенсивностей спектральних ліній при 174 та 214 $см^{-1}$ і дозволяє візуалізувати просторовий розподіл окремих зерен у матеріалі. Порівняння результатів раманівського картографування з даними EBSD показало високу відповідність між формою та розташуванням зерен на обох картах, що підтверджує можливість використання мікрораманівської спектроскопії для аналізу мікроструктури полікристалів.

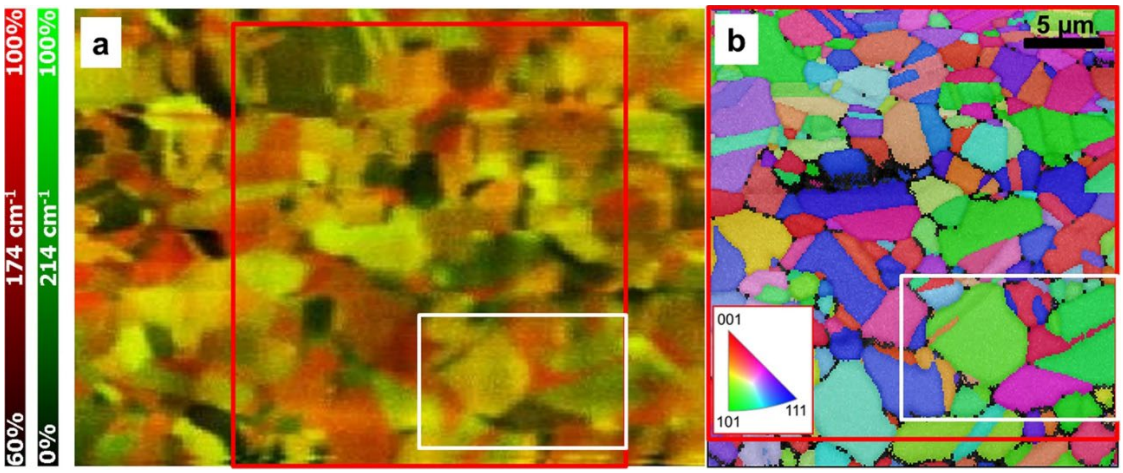


Рис. 4. Порівняння композитної карти інтенсивності комбінаційного розсіювання та карти орієнтацій EBSD для полікристалічної тонкої плівки $CuInSe_2$ [20].

(a) Композитна карта інтенсивності раманівського розсіювання, побудована за сигналами 174 $см^{-1}$ (червоний колір) та 214 $см^{-1}$ (зелений колір).

(b) EBSD-карта розподілу кристалографічних орієнтацій тієї ж ділянки зразка. Орієнтації відображені помилковими кольорами. Через співвідношення параметрів ґратки $c/a \approx 2$ для тетрагонального кристала $CuInSe_2$ під час аналізу використовувалась кубічна модель ґратки. На обох картах однакові області виділені червоною та білою рамками.Важливою перевагою мікрораманівського картографування є можливість одночасного аналізу локальних деформацій. Зміни положення та інтенсивності спектральних ліній дозволяють визначати розподіл деформацій усередині окремих зерен із високою спектральною точністю, що відповідає рівню деформацій порядку 10^{-3}.

Особливу увагу привертає той факт, що метод забезпечує надійне виявлення навіть дрібних зерен із розмірами значно меншими за 1 мкм. Аналіз кристалографічних особливостей дозволив оцінити латеральну роздільну здатність методу на рівні близько 400 нм. Крім того, повторні вимірювання продемонстрували високу відтворюваність отриманих результатів.

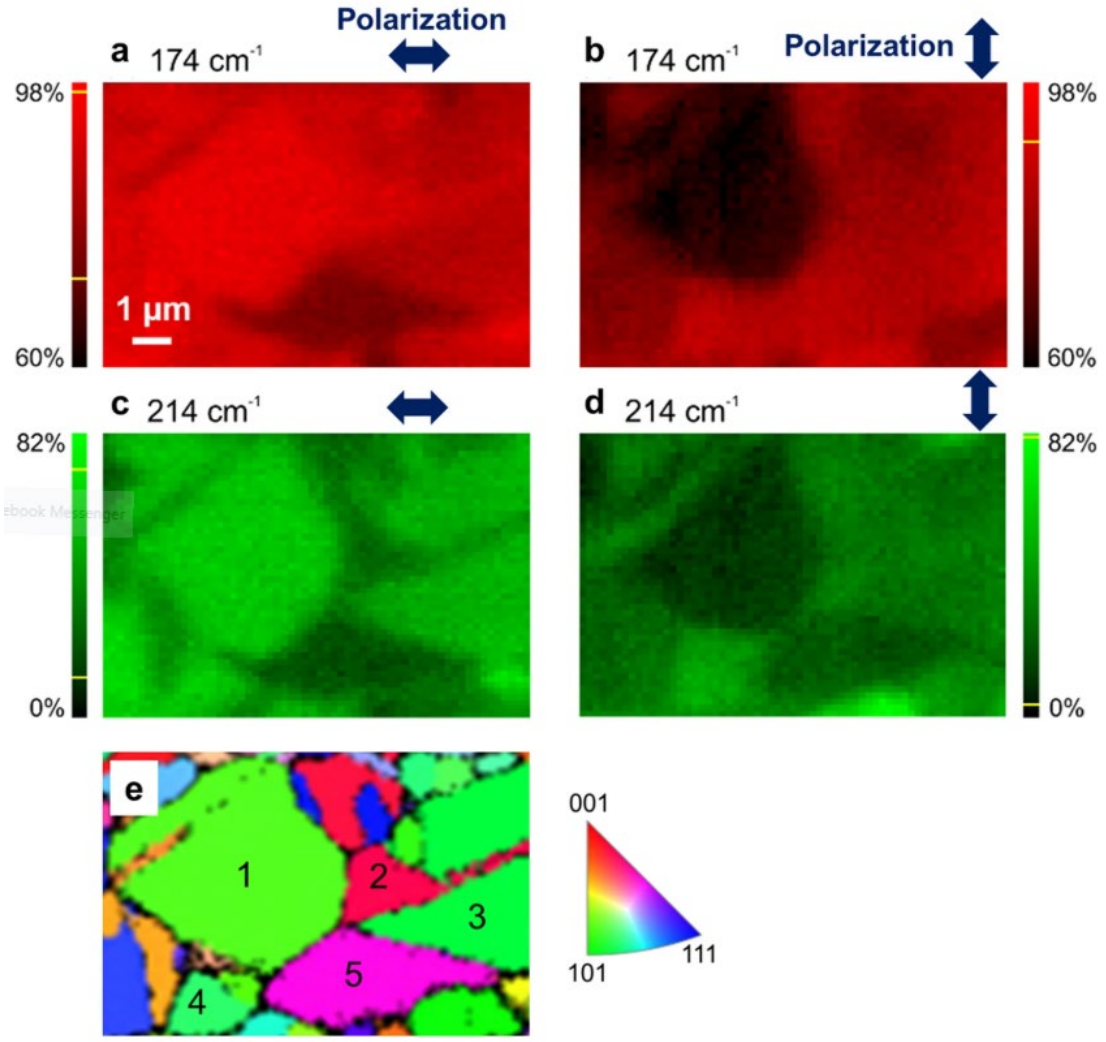


Рис. 5. Карти розподілу інтенсивності комбінаційного розсіювання, отримані за різних напрямків поляризації падаючого лазерного випромінювання, та відповідна карта орієнтацій EBSD зерен 1–5 [20].

На рис. 5 показано вплив поляризації падаючого лазерного випромінювання на інтенсивність раманівських сигналів. Для зерен із різною кристалографічною орієнтацією спостерігаються суттєві зміни інтенсивності

спектральних ліній при зміні напрямку поляризації. Це свідчить про високу чутливість раманівського розсіювання до орієнтаційного стану кристалів та відкриває можливості для визначення локальної текстури матеріалу без застосування електронно-мікроскопічних методів.

Отримані результати демонструють значний потенціал мікрораманівської спектроскопії як неруйнівного методу дослідження мікроструктури полікристалічних матеріалів. Поєднання високої просторової роздільної здатності, чутливості до напружень і деформацій, а також можливості аналізу кристалографічної орієнтації робить цей метод перспективним інструментом для комплексного вивчення структурного стану матеріалів.

РОЗДІЛ 2. ДИФРАКЦІЯ ТА РОЗСІЯННЯ СВІТЛА НА ПОВЕРХНІ ПОЛІКРИСТАЛЛІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ ПІСЛЯ ХІМІЧНОГО ТРАВЛЕННЯ

Процес хімічного або електролітичного травлення є невід’ємною та критично важливою стадією підготовки шліфів полікристалічних матеріалів, яка забезпечує прояв їхньої мікроструктури для подальшого мікроскопічного та оптичного аналізу. Його фізико-хімічна сутність полягає в селективному розчиненні поверхневих шарів матеріалу, швидкість якого визначається сукупністю мікроструктурних факторів, зокрема локальною дефектністю кристалічної ґратки, густиною дислокацій, енергією меж зерен, наявністю домішок, а також кристалографічною орієнтацією окремих кристалітів відносно поверхні зразка [21].

Внаслідок такого вибіркового впливу початково гладка, дзеркально відбиваюча поверхня трансформується у складно структурований мікрорельєф. З оптичного погляду, така поверхня є випадково-неоднорідною фазовою дифракційною ґраткою. Дослідження процесів дифракції та розсіяння світла на подібних об’єктах дозволяє отримувати інтегральну інформацію про параметри мікроструктури полікристалів без необхідності попіксельного сканування [22].

2.1. Механізми формування оптичного мікрорельєфу при селективному травленні

При взаємодії травника з полікристалом утворення неоднорідностей рельєфу відбувається за двома основними механізмами [23]:

Утворення міжзеренних канавок. Через підвищену вільну енергію на межах зерен хімічне розчинення тут протікає інтенсивніше. Формуються V-подібні заглиблення, кут при вершині яких визначається співвідношенням поверхневої енергії межі та вільної енергії грані.

Утворення кристалографічних мікрофасетів. Оскільки швидкість травлення різних кристалографічних площин (наприклад, {100}, {110}, {111} у кубічних ґратках) є суттєво відмінною, кожне окреме зерно після травлення змінює свій нахил відносно вихідної площини шліфа або покривається системою орієнтованих мікросходинок (ямок травлення) [24].

Таким чином, когерентне світлове поле, падаючи на таку поверхню, зазнає просторової фазової модуляції. Амплітуда та кутовий розподіл відбитого (розсіяного) поля стають безпосередньо пов’язаними з геометричними параметрами зазначених мікрофасетів та канавок.

2.2. Теоретичні моделі розсіяння світла на шорстких поверхнях полікристалів

Для інтерпретації результатів розсіяння світла травленими поверхнями в літературі використовуються два класичних теоретичних підходи: наближення Кірхгофа (метод дотичної площини) та метод малих збурень (теорія Релея-Ріса) [25].

У випадку глибокого травлення, коли висота мікронерівностей σ (середньоквадратична шорсткість R_q) порівнянна з довжиною хвилі світла λ або перевищує її ($\sigma \geq \lambda$), домінує наближення Кірхгофа. За умов нормального

падіння пучка інтенсивність дзеркальної складової відбиття стрімко зменшується, а енергія перерозподіляється у дифузну (розсіяну) компоненту.

Для опису загальних втрат на розсіяння використовують модель повного інтегрального розсіяння (Total Integrated Scattering – *TIS*) [26]:

$$TIS = I_{diff} / I_{spec} + I_{diff} \approx 1 - exp[- (4\pi\sigma \cos\theta_I / \lambda)^2]$$

де I_{spec} – інтенсивність дзеркально відбитого світла, I_{diff} – інтегральна інтенсивність дифузно розсіяного світла, θ_i – кут падіння.

Як зазначається у працях [27, 28], для слабко травлених поверхонь, де виконується умова тонкого фазового екрана ($\sigma << \lambda$), кутовий розподіл розсіяного світла (індикатриса розсіяння) є прямо пропорційним просторовому спектру потужності шорсткості поверхні (Power Spectral Density – PSD). Це дозволяє шляхом зворотного Фур'є-перетворення індикатриси розсіяння відновлювати функцію автокореляції профілю поверхні та знаходити середній крок між межами зерен.

2.3. Лазерна скатерометрія та дифрактометрія у діагностиці параметрів зеренної структури

На практиці аналіз кутового розподілу розсіяного світла реалізується за допомогою методів лазерної скатерометрії та дифрактометрії. Їхня спільна ідея полягає у зондуванні підготовленої (зазвичай травленої або полірованої) поверхні когерентним лазерним випромінюванням і реєстрації просторового розподілу інтенсивності відбитого та розсіяного світла.

Зондування здійснюється лазерним пучком із відомими кутовими параметрами падіння. Розсіяне випромінювання реєструється або багатоелементними фотодіодними матрицями, або за допомогою гоніометричних систем детекції, що дозволяє отримати повну кутову картину розсіяння [29].

У роботах [30, 31] описано застосування двовимірної скатерометрії для визначення функції розподілу двонаправленої відбивної здатності (Bidirectional Reflectance Distribution Function – BRDF) рис. 6:

$$BRDF(\theta_i,\ \varphi_i,\ \theta_e,\ \varphi_e) = \mathrm{dL_s}(\theta_e,\ \varphi_{se}) / (\theta_i,\ \varphi_i)$$

де dL_e – диференціал яскравості розсіяного випромінювання у напрямку θ_e, φ_e, а dE_i – диференціал освітленості від падаючого пучка з напрямку $\theta_i,\ \varphi_i$.

Аналіз [31, 32] просторового розподілу розсіяного світла дозволяє отримувати кількісну інформацію про мікроструктуру матеріалу. Основні діагностичні можливості включають:

Зернограничні канавки, що формуються внаслідок хімічного або електролітичного травлення, створюють статистично однорідну, але геометрично складну систему мікронерівностей. При взаємодії з когерентним лазерним випромінюванням така структура формує характерну дифракційну картину у вигляді розширеного «гало» розсіяння.

Ширина цього гало (зокрема кут, при якому інтенсивність зменшується до рівня 1/e або половини максимуму) обернено пропорційна середньому розміру зерен. Це явище є оптичним аналогом закономірностей, що спостерігаються в рентгенівській дифракції (зокрема, у підходах, подібних до аналізу дебаєвських кілець).

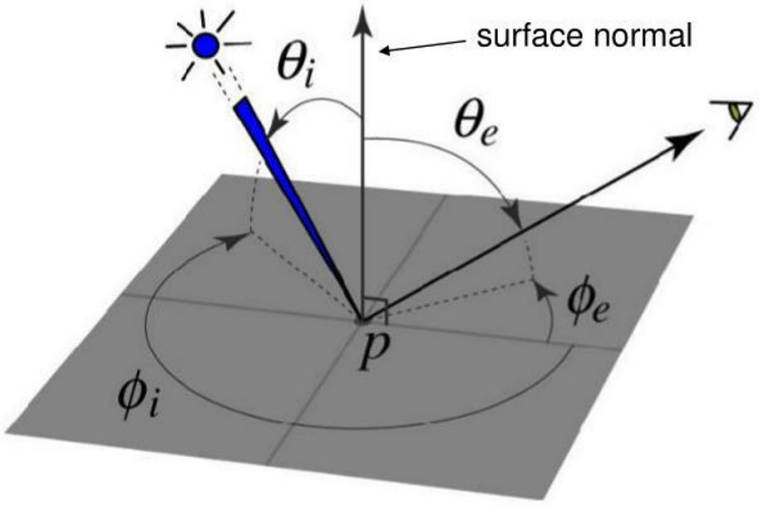


Рис. 6. Геометрія падаючих та відбитих елементарних променів.

Таким чином, зі збільшенням розміру зерен відбувається звуження кутового розподілу розсіяного випромінювання, тоді як дрібнозерниста структура формує більш широке і дифузне гало.

При пластичній деформації, якщо матеріал піддавався прокатці або волоченню, мікрофасети після травлення орієнтуються переважно в одному напрямку. У цьому випадку індикатриса розсіяння втрачає кругову симетрію і стає витягнутою (еліптичною), що дає змогу експресно оцінювати ступінь анізотропії та текстурування матеріалу [33].

РОЗДІЛ 3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА ДОСЛІДЖЕННЯ ТА АНАЛІЗ ОТРИМАНИХ РЕЗУЛЬТАТІВ

3.1. Об'єкт дослідження

Для проведення досліджень використовувалися двовимірні полікристалічні зразки алюмінію з розмірами робочої частини 40 × 20 × 0,15 мм^3, виготовлені з алюмінієвої фольги високої чистоти (99,96 %). Вибір тонкої фольги як матеріалу дослідження обумовлений можливістю реалізації умов плоского напруженого стану та зручністю спостереження за процесами структурної еволюції під час пластичної деформації.

Для формування полікристалічної структури з контрольованим середнім розміром зерен зразки піддавали спеціальній термомеханічній обробці, яка складалася з послідовних етапів деформування та термічного впливу.

На першому етапі проводили релаксаційний відпал з метою усунення залишкових внутрішніх напружень, індукованих процесом виготовлення зразків. Відпал здійснювали в муфельній печі типу МП-2УМ при температурі 400 °C протягом 2 годин з подальшим охолодженням до кімнатної температури. Така термічна обробка забезпечувала зниження рівня внутрішніх напружень, часткове відновлення кристалічної ґратки та формування більш однорідного структурного стану вихідного матеріалу.

На другому етапі зразки піддавали попередній пластичній деформації методом одноосьового розтягування на розривній машині. Ступінь деформації є змінювали в діапазоні від 1 до 10 %. У процесі деформування в матеріалі накопичувалися дислокації, формувалися деформаційні комірки та субзерна, що створювало необхідні передумови для подальшого розвитку рекристалізаційних процесів.

Після деформування проводили вторинний рекристалізаційний відпал при температурах 300 °C та 630 °C із тривалістю ізотермічної витримки 2 години. Температурний контроль у робочому просторі печі забезпечувався термопарою типу хромель–алюмель.

Відпал при температурі 300 °C забезпечував перебіг процесів первинної рекристалізації, які супроводжувалися зародженням і ростом нових рівноважних зерен з низькою густиною дислокацій. Під час відпалу при температурі 630 °C відбувався інтенсивний ріст рекристалізованих зерен і реалізовувався процес збиральної рекристалізації, що супроводжувався переміщенням меж зерен та поглинанням дрібніших зерен більшими.

Застосування зазначеної комбінації режимів пластичної деформації та термічної обробки дозволило сформувати репрезентативну серію полікристалічних зразків із середнім розміром зерен у діапазоні від 5 до 40 мм.

Для дослідження зеренної структури полікристалічного алюмінію та візуалізації меж зерен застосовували метод хімічного травлення, який ґрунтується на селективному розчиненні окремих ділянок поверхні, що відрізняються кристалографічною орієнтацією. Унаслідок різної швидкості розчинення зерен і їхніх меж на поверхні формується характерний мікрорельєф, придатний для подальшого металографічного аналізу.

Як травильний розчин використовували реактив Келлера складу: 30 мл соляної кислоти (HCl), 20 мл азотної кислоти (HNO_3), 5 мл плавикової кислоти (HF) та 30 мл дистильованої води. Зазначений склад забезпечує ефективне виявлення меж зерен у високочистому алюмінії та його сплавах завдяки контрольованому розчиненню поверхневого шару металу.

Травлення проводили шляхом занурення зразків у реактив за кімнатної температури, час експозиції становить 30 с. Після завершення процесу травлення зразки промивали в дистильованій воді для припинення хімічної реакції та видалення залишків травильного розчину. Завершальним етапом підготовки було сушіння зразків у потоці повітря до повного видалення вологи з поверхні.

За таких умов досягався максимальний контраст між окремими зернами та їхніми межами без надмірного розчинення поверхні й втрати структурних деталей. Отриманий у результаті травлення поверхневий рельєф забезпечував чітке виявлення зеренної структури та створював необхідні умови для подальшого оптичного аналізу, визначення розмірів зерен, дослідження морфології меж зерен і вивчення особливостей структурної еволюції матеріалу в процесі пластичної деформації. Фотографія поверхні типового зразку полікристалічного алюмінію наведено на рис. 7



Рис. 7. Фотографія поверхні полікристалічного зразка алюмінію після хімічного травлення.

3.2 Методика проведення експерименту

Механічні випробування двовимірних полікристалічних зразків алюмінію проводили методом одноосьового розтягування в режимі активного навантаження до моменту руйнування матеріалу. Експерименти виконували в повітряному середовищі за кімнатної температури. Швидкість переміщення захватів розривної машини підтримували сталою і становила 0.3 мм/хв, що відповідало умовам квазістатичного навантаження.

Деформування зразків здійснювали за допомогою розривної машини. Фотографію цієї установки та принципову схему наведено на рис. 8 та рис. 9 відповідно. У процесі випробувань реєстрували залежність прикладеного

навантаження від переміщення захватів, що дозволяло визначати основні механічні характеристики матеріалу та аналізувати особливості його деформаційної поведінки.

Для дослідження еволюції поверхневої структури під час пластичної деформації використовували методику безперервного спостереження *in situ*, яка забезпечувала можливість реєстрації структурних змін безпосередньо в процесі навантаження зразків. Такий підхід дозволяє простежувати динаміку формування деформаційного рельєфу, локалізацію пластичної течії та розвиток структурної неоднорідності на різних стадіях деформування.



а б

Рис. 8. Фотографія експериментальної установки для дослідження *in situ* поверхні полікристалічних зразків (а) та програмного комплексу (б).

Усі зразки випробовували в умовах одноосьового активного розтягування зі сталою швидкістю деформації $\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-4} c^{-1}$ до моменту їх повного

руйнування. Такий режим навантаження забезпечував реалізацію квазістатичних умов деформування та дозволяв досліджувати особливості пластичної течії матеріалу залежно від його структурного стану.

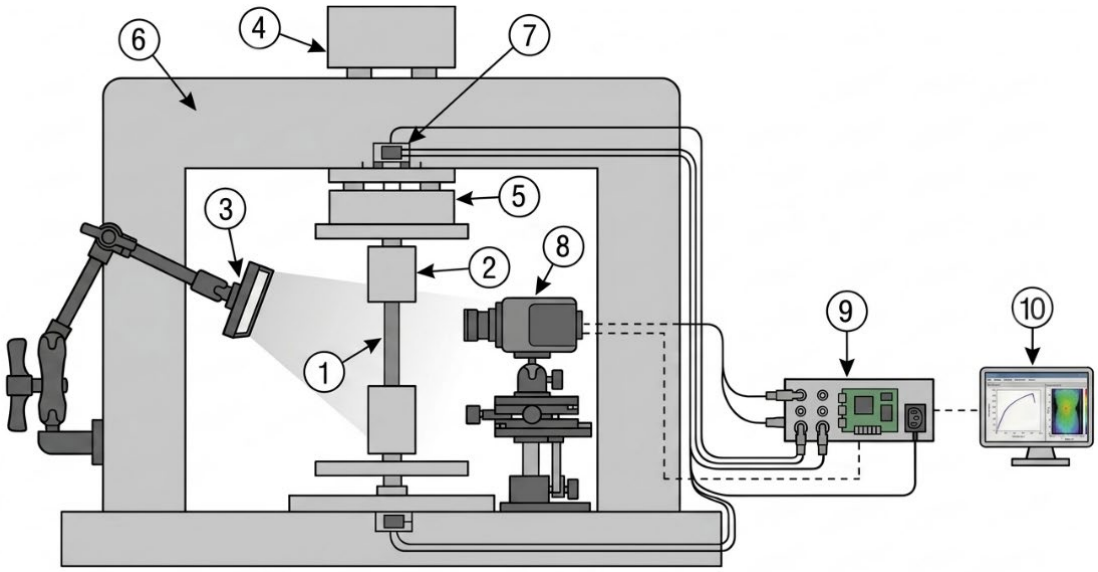


Рис. 9. Схема експериментальної установки для дослідження поверхні полікристалічних зразках *in situ*.

1 – досліджуваний зразок; 2 – захвати; 3 – джерело випромінювання (ІЧ - освітлювач); 4 – електричний привід; 5 – передаточний механізм; 6 – силова рама; 7 – датчик реєстрації напруження; 8 – WEB-камера. 9 – модуль збору даних; 10 – програмний комплекс.

У процесі випробувань реєстрували деформаційні криві, які відображають залежність напруження від ступеня деформації $\sigma = \sigma(\varepsilon)$ та містять інформацію про характер пружної та пластичної деформації, рівень деформаційного зміцнення, а також параметри міцності й пластичності досліджуваного матеріалу.

Типові деформаційні криві для двовимірних полікристалічних зразків алюмінію з однаковою зеренною структурою наведено на рис. 10. Порівняння отриманих залежностей дозволяє оцінити механічну поведінку матеріалу, зокрема на характер пластичної течії, інтенсивність деформаційного зміцнення, межу міцності та величину деформації до руйнування.

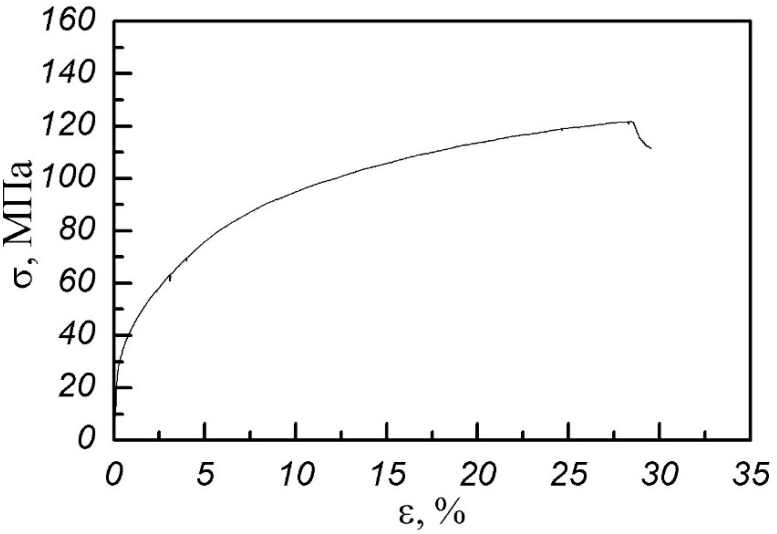


Рис. 10. Деформаційні криві для крупнозернистих двовимірних полікристалічних зразків алюмінію.

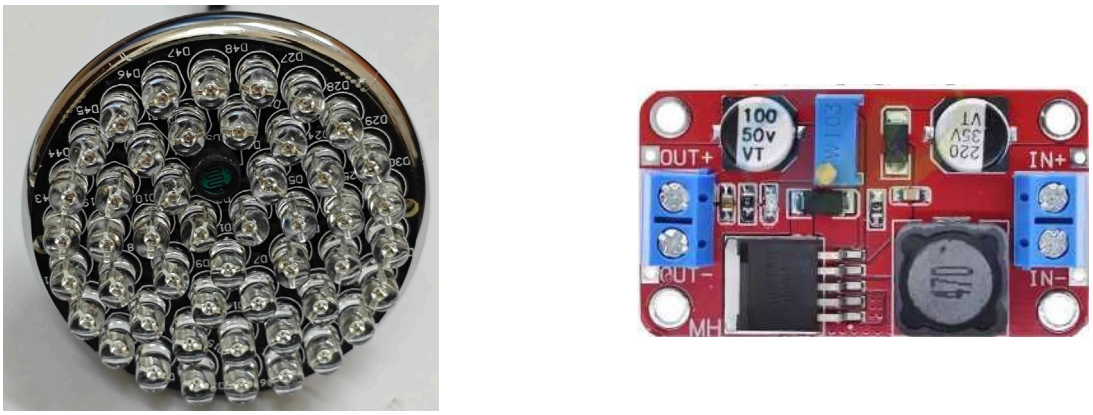
Для освітлення поверхні досліджуваних зразків використовували інфрачервоний світлодіодний освітлювач, зовнішній вигляд якого наведено на рис. 11, а. Джерело випромінювання являє собою світлодіодну матрицю, що містить 48 інфрачервоних світлодіодів, розташованих по концентричних колах. Така конструкція забезпечує рівномірний розподіл інтенсивності випромінювання в зоні спостереження та мінімізує вплив локальних неоднорідностей освітлення на результати вимірювань.

Номінальна напруга живлення освітлювача становить 12 В постійного струму. Для забезпечення його роботи використовувався блок живлення напругою 5 В у поєднанні з підвищувальним DC-DC перетворювачем BS01 XL6019 (рис. 11, б), який забезпечував стабільне живлення джерела випромінювання протягом усього експерименту. Струм споживання в активному режимі становив 350 мА.

Освітлювач генерував інфрачервоне випромінювання з довжиною хвилі в максимумі інтенсивності при довжині хвилі $\lambda = 850$ нм, що належить до ближнього інфрачервоного діапазону спектра. Спектр випромінювання напівпровідникових інфрачервоноих діодів зображено на рис. 12. Обрана довжина хвилі забезпечувала високу чутливість до змін мікрорельєфу поверхні

та дозволяла ефективно реєструвати світло, розсіяне структурними елементами полікристалічного матеріалу.

Конструкція освітлювача забезпечувала однорідне освітлення досліджуваної ділянки зразка та достатню інтенсивність світлового потоку для надійної реєстрації розсіяного випромінювання від поверхні під час пластичної деформації. Це створювало необхідні умови для проведення досліджень еволюції поверхневого рельєфу та аналізу змін оптичних характеристик полікристалічного алюмінію в режимі реального часу.



а б

Рис. 11. Елементи системи інфрачервоного освітлення експериментальної установки: а – світлодіодний освітлювач з довжиною хвилі випромінювання λ = 850 нм; б – фотографія підвищувального перетворювача BS01 XL6019.

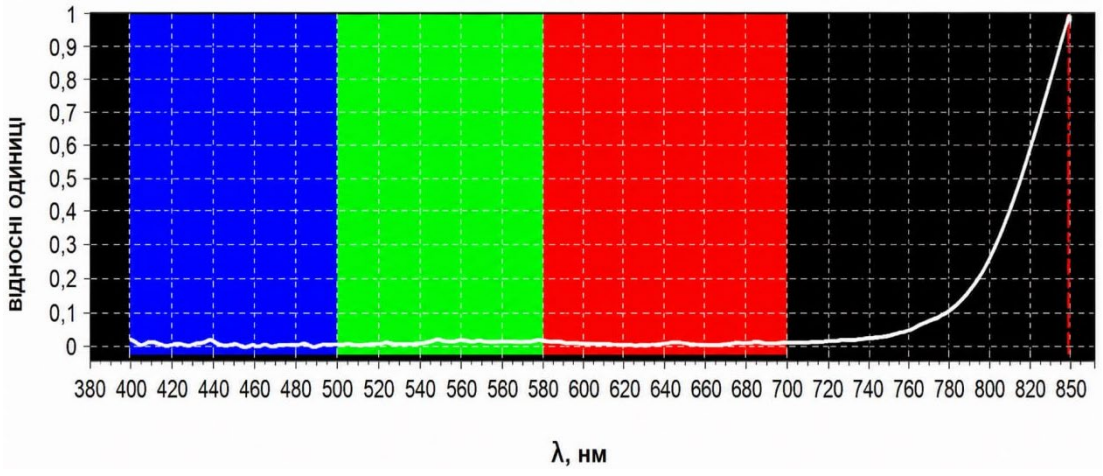


Рис. 12. Спектральна характеристика випромінювання ІЧ-світлодіода (λ = 850 нм).

Під час проведення експериментів освітлювач розміщували під певним кутом до поверхні зразка з метою мінімізації впливу дзеркально відбитого випромінювання та підвищення чутливості системи до змін мікрорельєфу, що виникають у процесі пластичної деформації. Реєстрацію відбитого та розсіяного інфрачервоного випромінювання здійснювали за допомогою цифрової вебкамери Logitech C920 Pro, встановленої перпендикулярно до площини зразка.

Отриманий відеозапис розділяли на послідовність окремих кадрів із заданим часовим інтервалом. Подальшу обробку зображень виконували з використанням програмних засобів цифрового аналізу. Для кожного кадру визначали середню інтенсивність сигналу в обраній області спостереження, а також аналізували просторовий розподіл інтенсивності по поверхні зразка.

Для зменшення впливу зовнішніх чинників усі вимірювання проводили за сталих умов освітлення та незмінного взаємного розташування елементів оптичної системи. Перед початком кожного експерименту виконували калібрування системи реєстрації шляхом отримання контрольного зображення недеформованого зразка.

У процесі пластичної деформації відбувається еволюція поверхневого рельєфу, зумовлена рухом дислокацій, формуванням смуг ковзання та локалізацією пластичної течії в окремих зернах. Такі структурні зміни призводять до зміни умов розсіювання інфрачервоного випромінювання, що проявляється у зміні яскравості окремих ділянок поверхні на зареєстрованих зображеннях.

Подальший аналіз експериментальних даних передбачав встановлення взаємозв’язку між механічними характеристиками процесу деформування та параметрами розсіювання інфрачервоного випромінювання. Для цього часові залежності середньої інтенсивності сигналу синхронізували з даними про навантаження та відносну деформацію зразка, які реєструвалися системою збору даних розривної машини.

З метою підвищення достовірності результатів для кожного структурного стану матеріалу проводили серію повторних експериментів за однакових умов

навантаження. Отримані значення оптичного сигналу усереднювали, після чого визначали його характерні параметри, такі як середню яскравість, амплітуду змін, швидкість зміни інтенсивності в часі та величину локальних флуктуацій. Зазначені параметри використовували як кількісні характеристики еволюції поверхневого стану матеріалу під час пластичної деформації.

Для оцінювання неоднорідності розподілу розсіяного випромінювання додатково аналізували статистичні характеристики цифрових зображень. Зокрема, визначали середнє значення яскравості, середньоквадратичне відхилення та коефіцієнт варіації інтенсивності сигналу в досліджуваній області поверхні. Зростання цих параметрів свідчило про посилення локалізації пластичної деформації та розвиток неоднорідностей поверхневого рельєфу.

Порівняльний аналіз результатів проводили для зразків із різним середнім розміром зерен. Такий підхід дозволив встановити вплив структурного стану полікристалічного алюмінію на особливості формування поверхневого рельєфу та відповідні зміни характеристик розсіювання інфрачервоного випромінювання. Отримані залежності використовували для подальшого дослідження механізмів взаємодії інфрачервоного випромінювання з поверхнею деформованих полікристалічних матеріалів.

Таким чином, розроблена методика експериментальних досліджень забезпечує комплексне вивчення процесів пластичної деформації полікристалічних зразків алюмінію шляхом поєднання механічних випробувань із безконтактним оптичним контролем еволюції поверхневої структури. Запропонований підхід дає змогу здійснювати моніторинг змін мікрорельєфу в режимі реального часу та встановлювати кореляційні залежності між параметрами зеренної структури матеріалу і характеристиками розсіювання інфрачервоного випромінювання. Це створює підґрунтя для подальшого розвитку оптичних методів неруйнівного контролю та дослідження механізмів структурної еволюції полікристалічних матеріалів під час деформування.

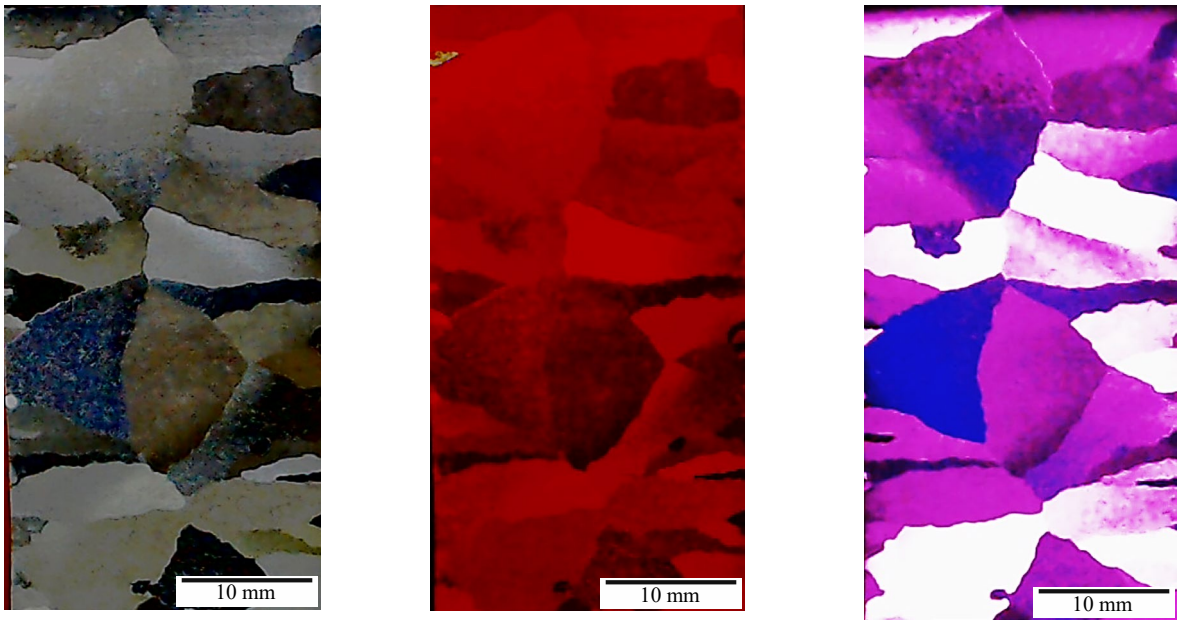
3.3. Експериментальні дослідження та аналіз результатів

Після проведення термомеханічної обробки було отримано серію полікристалічних зразків алюмінію з різним середнім розміром зерен. Металографічний аналіз показав, що варіювання режимів попередньої пластичної деформації та подальшого рекристалізаційного відпалу дає змогу ефективно керувати структурним станом матеріалу в широкому діапазоні розмірів зерен. Після хімічного травлення поверхня зразків набувала характерного контрасту, що забезпечувало візуалізацію меж зерен та визначення їхніх геометричних параметрів.

Сучасна високороздільна та високочутлива методика [38] отримання колірних орієнтаційних карт (КОК) дозволяє здійснювати безперервний моніторинг еволюції кристалографічної структури по всій поверхні зразка в процесі пластичної деформації. Така методики базуються на аналізі відбитого видимого випромінювання та реалізовується із застосуванням джерел білого світла, зокрема люмінесцентних ламп і ламп розжарювання.

З метою порівняльного аналізу особливостей взаємодії електромагнітного випромінювання з поверхнею деформованого полікристалічного алюмінію в даній роботі додатково використовувалися світлодіодні джерела випромінювання з різними довжинами хвиль. Це дало можливість оцінити вплив спектрального складу освітлення на контрастність зображення, чутливість до структурних неоднорідностей та інформативність оптичного контролю поверхні.

Як видно з рис. 13, використання різних спектральних діапазонів суттєво впливає на візуалізацію мікроструктури. Зображення в білому світлі ($\lambda = 400 – 700$ нм) (рис. 13, а) забезпечує базовий рівень контрасту між зернами різної орієнтації. Перехід до монохроматичного червоного світла ($\lambda = 660$ нм) (рис. 13, б) демонструє відсутність більшості границь. Водночас використання інфрачервоного випромінювання ($\lambda = 850$ нм) (рис. 13, в) дає змогу чіткіше виділити межі окремих кристалітів, оскільки в цьому діапазоні спостерігається найбільша інтенсивність розсіювання на поверхні, що деталізує структуру зерен.



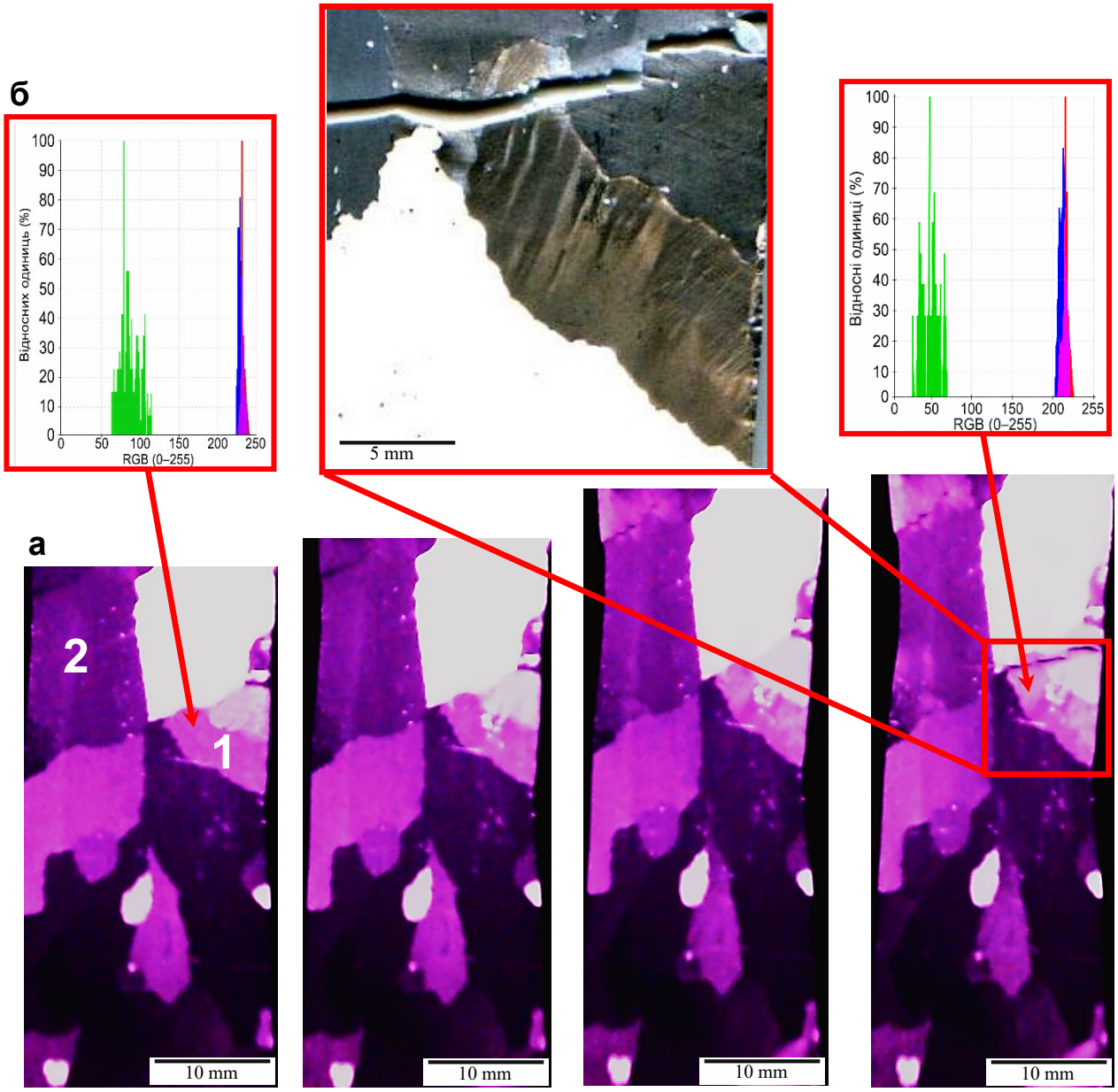
а б в

Рис. 13. Фотографії поверхні полікристалічного зразка алюмінію під час дослідження з різними типами випромінювання: а – біле світло (λ = 400 –700 нм); б – червоне світло (λ = 660 нм), в – інфрачервоне (λ = 850 нм).

Отримані результати свідчать про суттєву залежність контрастності зображення від довжини хвилі освітлювального випромінювання. Підвищення інформативності зображень в інфрачервоному діапазоні може бути пов’язане зі зміною співвідношення між дзеркальною та дифузною складовими відбитого випромінювання, а також з особливостями взаємодії хвиль більшої довжини з мікрорельєфом поверхні, сформованим у процесі травлення. Унаслідок цього навіть незначні відмінності в орієнтації сусідніх зерен та стані їхніх меж призводять до помітних змін інтенсивності зареєстрованого сигналу за допомогою Web-камерою.

На рис. 14 наведено отримані в інфрачервоному випромінюванні колірні орієнтаційні карти поверхні зразка, які відображають еволюцію структурно-орієнтаційного стану полікристалічного алюмінію в процесі пластичної деформації (ε) від 0% до 20,78%, а також збільшений фрагмент зони руйнування. Кожне зерно характеризується певним кольоровим відтінком, інтенсивність і

розподіл якого визначаються особливостями відбиття інфрачервоного випромінювання від поверхні кристалітів різної орієнтації.



ε = 0% ε = 9.55% ε = 16.72% ε = 20.78%

Рис. 14. Фотографії поверхні полікристалічного зразка алюмінію (а) під час дослідження в інфрачервоному випромінюванні (λ = 850 нм) ($\bar{d}$=17 мм); гістограми розподілу інтенсивності кольорів по поверхні окремого зерна в системі RGB (б). (ε – відносна деформація зразка).

У вихідному стані (ε = 0%) межі зерен чітко ідентифікуються завдяки однорідному кольоровому контрасту всередині окремих кристалітів. Із

зростанням ступеня деформації спостерігається поступова зміна форми зерен, їх видовження вздовж напрямку навантаження та поява внутрішньозеренних неоднорідностей. Зокрема, у зерні 2 фіксується формування градієнта кольору, що свідчить про виникнення локальних розворотів кристалічної ґратки та накопичення пластичної деформації в окремих ділянках зерна.

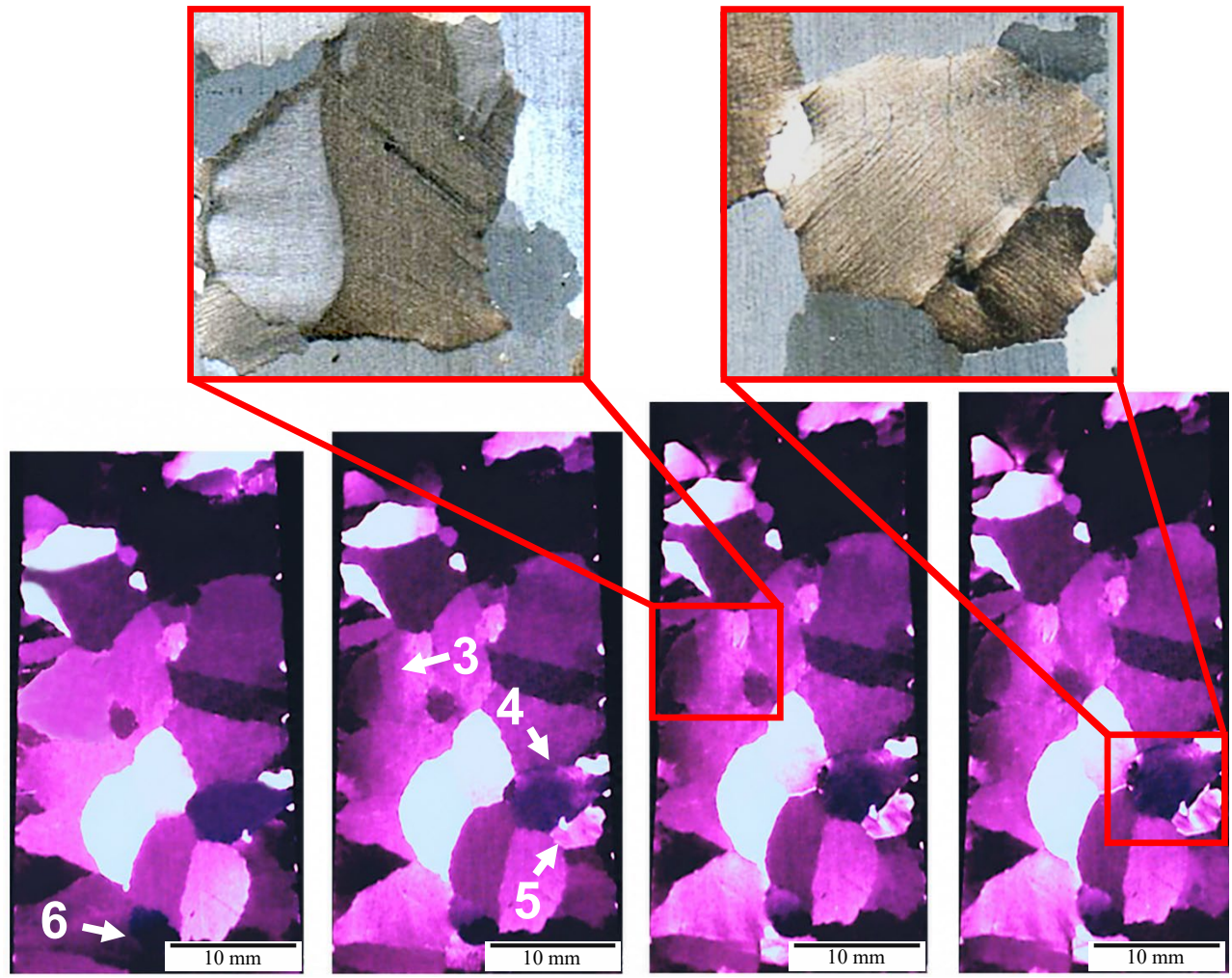
Подальше збільшення відносної деформації супроводжується посиленням кольорової неоднорідності, що вказує на розвиток внутрішньозеренної фрагментації та зростання локальних орієнтаційних неоднорідностей. Такі зміни є наслідком накопичення дислокацій, формування субзеренних меж та неоднорідного розподілу пластичної деформації в об’ємі матеріалу.

Особливий інтерес становить ділянка зерна 2, в якій спостерігається максимальний градієнт кольору по всьому зерну на момент руйнування. Саме в цій області локалізуються найбільші внутрішні напруження, що передують утворенню дислокаційного ковзання і подальшому зародженню тріщин на границі зерен. Встановлено, що відносна деформація цього зерна на момент початку локального руйнування становить ε = 27,81 %.

Локалізація напружень у правому крилі зразка призводить до того, що на момент руйнування (ε = 20,78%) магістральна тріщина зароджується і поширюється саме в межах зерна 1. Як видно зі збільшеного металографічного фрагмента зони руйнування (рис. 14, вирізка), у тілі зерна 1 сформувалася виражена система колективних смуг ковзання. Вихід цих смуг на межу кристаліту спровокував критичну концентрацію напружень, наслідком якої стало формування та розкриття тріщини.

Аналіз кінетики деформації мікроструктури в інфрачервоному діапазоні випромінювання на зразку з середнім розміром зерна $\bar{d}$ = 10 мм (рис. 15) дозволяє простежити еволюцію окремих зерен. У вихідному стані (ε = 0%) позначені зерна 3, 4, 5 та 6 мають чітко окреслені межі й однорідний колірний контраст, що свідчить про низький рівень початкових внутрішніх напружень.

На початковій стадії пластичної деформації (ε = 1,74%) загальна топологія структури зберігається, проте фіксуються перші ознаки геометричного видовження зерен вздовж осі прикладання навантаження.



ε = 0% ε =1.74% ε =8.70% ε =12.5%

Рис. 15. Фотографії поверхні полікристалічного зразка алюмінію під час дослідження в інфрачервоному випромінюванні (λ = 850 нм) ($\bar{d}$ = 10 мм). (ε – відносна деформація зразка).

Із підвищенням ступеня пластичної деформації до ε = 8,70% та ε = 12,5% процеси текстурування стають домінуючими. Найбільш виражені орієнтаційні зміни спостерігаються в об’ємі великого центрального зерна 5, а також суміжних із ним кристалітів 3 та 4. Усередині зазначених зерен виникає виражений градієнт кольорового контрасту. Цей ефект є прямим експериментальним

підтвердженням розвитку ротаційної пластичності – локального розвороту областей кристалічної ґратки та формування дисперсної субзеренної структури в зонах високої концентрації напружень.

Для дрібнозернистих зразків характерний відносно рівномірний розподіл пластичної деформації між окремими зернами. У результаті цього поверхневий рельєф розвивається більш однорідно, а зміни інтенсивності розсіяного інфрачервоного випромінювання мають плавний характер. Значення середньої яскравості сигналу під час навантаження змінюються незначно, а локальні флуктуації інтенсивності залишаються порівняно малими.

У крупнозернистих зразках спостерігається інша картина. Через зменшення кількості міжзеренних меж пластична деформація локалізується в окремих зернах та смугах ковзання. Це призводить до формування більш розвиненого мікрорельєфу поверхні, що суттєво змінює умови відбиття та розсіювання інфрачервоного випромінювання. На цифрових зображеннях такі процеси проявляються у вигляді появи локальних областей підвищеної або зниженої яскравості.

У процесі збільшення ступеня деформації відбувається поступове зростання неоднорідності розподілу інтенсивності розсіяного випромінювання. Найбільш виражені зміни спостерігаються на стадії розвитку локалізованої пластичної течії, коли окремі ділянки поверхні зазнають значно більших деформацій порівняно із середнім рівнем по зразку. Це супроводжується збільшенням середньоквадратичного відхилення яскравості та коефіцієнта варіації сигналу.

Отримані результати свідчать про те, що параметри розсіяного інфрачервоного випромінювання можуть використовуватися як чутливі індикатори структурних змін, які відбуваються в поверхневому шарі матеріалу під час пластичної деформації. Аналіз часової еволюції інтенсивності випромінювання дозволяє реєструвати початок локалізації деформації та оцінювати ступінь розвитку поверхневого рельєфу без застосування контактних методів контролю.

ВИСНОВКИ

У дипломній роботі проведено дослідження взаємодії інфрачервоного випромінювання зі структурою поверхні полікристалічних зразків алюмінію в процесі пластичної деформації. На основі виконаних теоретичних та експериментальних досліджень отримано такі основні результати:

1. Проведено аналіз сучасних оптичних методів дослідження структури полікристалічних матеріалів та встановлено перспективність використання інфрачервоного випромінювання для неруйнівного контролю еволюції поверхневого стану металів у процесі деформування.

2. Розроблено методику експериментальних досліджень, що поєднує механічні випробування полікристалічних зразків алюмінію на одноосьове розтягування з безперервною реєстрацією розсіяного інфрачервоного випромінювання в режимі реального часу.

3. Встановлено, що інфрачервоне випромінювання з довжиною хвилі $\lambda = 850$ нм забезпечує найбільш контрастну візуалізацію меж зерен і структурних неоднорідностей порівняно з випромінюванням видимого діапазону.

4. Показано, що в процесі пластичної деформації зміни інтенсивності розсіяного інфрачервоного випромінювання пов’язані з розвитком поверхневого деформаційного рельєфу, формуванням смуг ковзання та локальними орієнтаційними змінами кристалічної ґратки.

5. Встановлено можливість використання параметрів розсіяного інфрачервоного випромінювання для отримання колірних орієнтаційних карт, моніторингу структурного стану матеріалу та раннього виявлення зон локалізації деформації і зародження руйнування.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Тушинський Л. І., Плохов А. В. *Дослідження структури та властивостей матеріалів оптичними методами*. Київ : Наукова думка, 2004. 240 с.
2. Brandon D., Kaplan W. D. *Microstructure of Materials: Characterization and Evaluation*. New York : John Wiley & Sons, 2008. 552 p.
3. Gleiter H. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure // *Acta Materialia*. 2000. Vol. 48, No. 1. P. 1–29.
4. Hale H. J. Non-Destructive Testing Techniques for Material Characterization // *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2016. Vol. 104. P. 1–45.
5. Vander Voort G. F. *Metallography: Principles and Practice*. Materials Park : ASM International, 1999. 752 p.
6. *ASM Handbook. Volume 9: Metallography and Microstructures* / ed. G. F. Vander Voort. Materials Park : ASM International, 2004. 1184 p.
7. Pluta M. *Advanced Light Microscopy. Vol. 3: Measuring Techniques*. Amsterdam : Elsevier, 1993. 488 p.
8. Lychagin D. V. Polarized light microscopy in study of plastic deformation of HCP polycrystals // *Industrial Laboratory. Materials Diagnostics*. 2014. Vol. 80, No. 5. P. 32–39.
9. Murphy D. B., Davidson M. W. *Fundamentals of Light Microscopy and Electronic Imaging*. Hoboken : John Wiley & Sons, 2012. 520 p.
10. Wyant J. C. White light interferometry // *Proceedings of SPIE*. 2002. Vol. 4737. P. 98–107.
11. Leach R. *Optical Measurement of Surface Topography*. Berlin : Springer-Verlag, 2011. 312 p.
12. Blunt L., Jiang X. *Advanced Metrology for Surface Topography: Metrology and Properties of Engineering Surfaces*. London : Kogan Page Science, 2003. 288 p.
13. Tompkins H. G., Irene E. A. *Handbook of Ellipsometry*. Amsterdam : William Andrew Publishing, 2005. 870 p.

14. Azzam R. M. A., Bashara N. M. *Ellipsometry and Polarized Light*. Amsterdam : North-Holland Physics Publishing, 1987. 539 p.
15. Fujiwara H. *Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications*. Hoboken : John Wiley & Sons, 2007. 382 p.
16. Losurdo M., Hingerl K. *Ellipsometry at the Nanoscale*. Berlin : Springer, 2013. 540 p.
17. Amer N. M. Raman spectroscopy for analysis of residual stresses in crystals and ceramics // *Journal of Applied Physics*. 2011. Vol. 109, No. 3. Art. 031101.
18. Ferraro G., Santos M. P. Raman spectroscopy for materials characterization // *Analytical Chemistry*. 2019. Vol. 91, No. 12. P. 7485–7499.
19. Pezzotti G. Raman piezo-spectroscopic analysis of structural ceramics // *Journal of Raman Spectroscopy*. 2005. Vol. 36, No. 3. P. 210–224.
20. Galeener F. L. Stress dependence of the Raman spectrum of oxides // *Physical Review B*. 1981. Vol. 24, No. 8. P. 4631–4642.
21. Коваленко В. С. *Металографія полікристалічних систем: хімічне та електрохімічне травлення*. Київ : Техніка, 2010. 180 с.
22. Stover J. C. *Optical Scattering: Measurement and Analysis*. 3rd ed. Bellingham : SPIE Press, 2012. 330 p.
23. Mullins W. W. Theory of thermal grooving // *Journal of Applied Physics*. 1957. Vol. 28, No. 3. P. 333–339.
24. Sangwal K. *Etching of Crystals: Theory, Experiment, and Application*. Amsterdam : North-Holland, 1987. 448 p.
25. Beckmann P., Spizzichino A. *The Scattering of Electromagnetic Waves from Rough Surfaces*. Boston : Artech House, 1987. 503 p.
26. Bennett J. M., Mattsson L. *Introduction to Surface Roughness and Scattering*. Washington : Optical Society of America, 1989. 110 p.
27. Church E. L., Takacs P. Z. Instrumental effects in surface profile measurements // *Proceedings of SPIE*. 1989. Vol. 1009. P. 46–55.
28. Germer T. A. Angular dependence of light scattering by features on surfaces // *Applied Optics*. 1997. Vol. 36, No. 33. P. 8798–8805.

29. Torrance K. E., Sparrow E. M. Theory for off-specular reflection from roughened surfaces // *Journal of the Optical Society of America*. 1967. Vol. 57, No. 9. P. 1105–1114.
30. Nicodemus F. E. Directional reflectance and emissivity of an opaque surface // *Applied Optics*. 1965. Vol. 4, No. 7. P. 767–775.
31. Schroeder J. Role of total integrated scattering in the characterization of low-loss optical surfaces // *Optical Engineering*. 1992. Vol. 31, No. 4. P. 740–746.
32. Duparre A., Ferre-Borrull J. Surface characterization techniques for optical components // *Progress in Optics*. 2002. Vol. 43. P. 205–288.
33. Антонов О. В., Кузнецов Ю. М. Дифрактометричні методи контролю текстури деформованих металів // *Фізика металів та матеріалознавство*. 2015. Т. 116, № 4. С. 412–420.
34. Sakhno I. *Introduction to Quantum Mechanics 1: Thermal Radiation and Experimental Facts Regarding the Quantization of Matter*. Wiley-ISTE, 2019. 337 p.
35. DeWitt D. P., Nutter G. D. *Theory and Practice of Radiation Thermometry*. New York : Wiley-Interscience, 1988. P. 409-411
36. Parr A., Datla R., Gardner J. *Optical Radiometry*. Vol. 41. Amsterdam : Academic Press, 2005. 586 p.
37. Schmid T., Schäfer N., Levcenko S., Rissom T., Abou-Ras D. Orientation-distribution mapping of polycrystalline materials by Raman microspectroscopy // *Scientific Reports*. 2016. Vol. 5. Art. 18410.
38. Спосіб виявлення меж зерен на поверхі полікристалічного зразка: пат. 96530 Україна; № а 2010 10293; заявл. 21.08.2010. опубл. 10.11.2011, Бюл. №21.