

PACSnumbers: 61.72.Ff, 61.72.Lk, 61.72.Mm, 61.72.Nn, 62.20.fq, 68.35.Gy, 81.40.Lm

Пластические ротации в поликристаллических фольгах алюминия

Е. Е. Бадиан, А. Г. Тонкопряд, О. В. Шеховцов, Р. В. Шуринов

*Харьковский национальный университет им. В. Н. Каразина,
физический факультет, кафедра физики твёрдого тела,
пл. Свободы, 4,
61022 Харьков, Украина*

Экспериментально исследованы процессы переориентации кристаллической решётки, развивающиеся на макроскопическом уровне при пластической деформации поликристаллической фольги алюминия, содержащей только сквозные границы зёрен. Использование оригинальной оптической методики для определения ориентационной неоднородности на поверхности образцов позволило выявить многообразие ротационной структуры, возникающее при их деформировании, по форме, размерам, способу и характеру возникновения и развития. Обнаружены оборванные (клиновидные и тупоугольные), сквозные и коллективные полосы переориентации, а также вторичные ротации, образующиеся в области ранее появившихся полос переориентации. Показано, что кристаллографическая ориентация последних способствует развитию в них скольжения. Клиновидные и тупоугольные полосы переориентации возникают в ходе деформирования подобно двойникам деформации. Формирование коллективных и сквозных полос переориентации является многостадийным. Все макроскопические полосы переориентации зарождаются вблизи границ зёрен и распространяются в тело одного из них. В пределах зерна ротации имеют одинаковую кристаллографическую ориентацию и образуют с телом зерна границы деформационного происхождения с одной и той же разориентацией. Получены распределения границ деформационного происхождения по углу разориентировки и по величине обратной плотности совпадающих узлов. Спектр границ деформационного происхождения содержит малоугловые ($\cong 10\%$) и высокоугловые границы ($\cong 90\%$); из числа последних специальные границы и близкие к ним составляют приблизительно 85%.

Експериментально досліджено процеси переорієнтації кристалічної ґратниці, що розвиваються на макроскопічному рівні при пластичній деформації алюмінієвої полікристалічної фольги, яка містить тільки наскрізні

межі зерен. Використання оригінальної оптичної методики для встановлення орієнтаційної неоднорідності на поверхні зразків уможливило виявити різноманіття ротаційної структури, що виникає при їх деформуванні, за формою, розмірами, способом і характером виникнення та розвитку. Виявлено обірвані (клиновидні й тупокутні), наскрізні та колективні смуги переорієнтації, а також вторинні ротації, що утворюються в області смуг, які з'явилися раніше. Показано, що кристалографічна орієнтація останніх сприяє розвитку в них ковзання. Клиновидні й тупокутні смуги переорієнтації виникають в ході деформування подібно двійникам деформації. Формування колективних і наскрізних смуг переорієнтації є багатостадійним. Усі макроскопічні смуги переорієнтації зароджуються поблизу меж зерен і поширюються в тіло одного з них. У межах одного зерна смуги мають однакову кристалографічну орієнтацію й утворюють з тілом зерна межі деформаційного походження з однією і тією ж дезорієнтацією. Одержано розподіли меж деформаційного походження за кутом дезорієнтації та за величиною оберненої густини збіжних вузлів. Спектр меж деформаційного походження містить малокутові ($\cong 10\%$) й великокутові ($\cong 90\%$) межі; серед останніх спеціальні межі й близькі до них складають приблизно 85%.

The processes of lattice reorientation developing on a macroscopic level during the plastic deformation of polycrystalline aluminium foils containing only the through grain boundaries are studied experimentally. The variety of rotational structure in shape, size, method and nature of the origination and development, which appears during the plastic deformation, is detected using original optical technique for the study of orientation inhomogeneity of the specimen surface. Broken reorientation bands with obtuse-angular or wedge-shaped tops, through bands, collective reorientation bands, and secondary rotations, which appear within the body of reorientation bands arisen earlier, are observed. As shown, the crystallographic orientation of the secondary rotations promotes development of sliding therein. Reorientation bands with obtuse-angular or wedge-shaped tops arise during plastic deformation like deformation twins. The arising of collective and through reorientation bands is a multistage process. All macroscopic reorientation bands appear near the grain boundaries and develop into the body of one of them. Reorientation bands arising within the bounds of one grain have identical crystallographic orientations and form the boundaries of deformational origin with the same disorientation with grain body. The misorientation angle distribution and the reciprocal density distribution for the coincident nodes are obtained. The spectrum of boundaries of deformational origin contains small-angular ($\cong 10\%$) and large-angular boundaries ($\cong 90\%$). Special boundaries and close to special ones are about 85% of the boundaries of deformational origin.

Ключевые слова: поликристаллы алюминия, пластическая деформация, полосы переориентации, границы деформационного происхождения.

(Получено 2 июля 2014 г.; окончат. вариант — 23 апреля 2015 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Проблема прочности и пластичности твёрдых тел играет важнейшую роль при разработке новых конструкционных и инструментальных материалов, функциональных материалов с заданным комплексом свойств. Одна из ключевых задач физики прочности и пластичности состоит в выяснении механизмов возникновения и взаимодействия в процессе деформации дефектов различного масштаба, таких как дислокации, дисклинации, границы деформационного происхождения и др. [1]. Попытки описания на дислокационном уровне развитой стадии пластической деформации с характерным для этой стадии образованием переориентированных областей в кристалле столкнулись с существенными трудностями. Накопленный значительный экспериментальный и теоретический материал свидетельствует о том, что пластические ротации возникают при всех используемых на практике режимах нагружения в широком интервале температур и скоростей деформации твёрдых тел [2–5]. Поэтому всестороннее изучение пластических ротаций привлекает внимание и является достаточно актуальным [6–8]. В данной работе экспериментально исследованы процессы переориентации кристаллической решётки, развивающиеся на макроскопическом уровне при пластической деформации поликристаллических фольг алюминия, содержащих только сквозные границы зёрен. Экспериментально показано, что в таких образцах из-за отсутствия стеснённости в направлении, перпендикулярном поверхности образца, ротационные эффекты, возникающие при пластическом деформировании, проявляются наиболее ярко [9–13].

2. ОБЪЕКТ ИССЛЕДОВАНИЯ И МЕТОДЫ ВЫПОЛНЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Поликристаллические образцы с размерами рабочей части $100 \times 20 \times 0,15 \text{ мм}^3$ вырезали из алюминиевой фольги толщиной 150 мкм и чистотой 99,96%. Для создания паркетной структуры использовали метод термомеханической обработки: образцы отжигали в течение 2 часов при температуре 400°C , а затем деформировали одноосным растяжением до $\varepsilon = 2,5\%$ и подвергали рекристаллизационным отжигам при температурах 300°C (2 часа) и 630°C (2 часа). Такая обработка позволила получить средний размер зёрен 10–15 мкм. Зёрненную структуру выявляли методом химического травления с использованием известного травителя Келлера.

Механические испытания выполняли при комнатной температуре. Образцы деформировали в условиях активного растяжения с постоянной скоростью деформации $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и доводили до разрушения. Для изучения структурных и ориентационных изменений

на поверхности поликристаллического образца *in situ* в процессе пластической деформации использовали оптическую методику [14, 15].

С целью определения кристаллографической ориентации зёрен и аттестации границ зёрен и границ деформационного происхождения использовался метод Лауэ. Для определения параметров взаимного разворота двух кристаллитов, определяющих тип границ раздела, использовали матрицу разориентировки [16]:

$$\widehat{R} = \begin{pmatrix} R_{11} & R_{12} & R_{13} \\ R_{21} & R_{22} & R_{23} \\ R_{31} & R_{32} & R_{33} \end{pmatrix}, \quad (1)$$

элементы которой являются косинусами углов между кристаллографическими направлениями [100], [010], [001] базиса в одном из сопрягающихся по границе зёрен и теми же направлениями базиса в другом зерне. Угол разориентировки θ и компоненты вектора \mathbf{u} , задающего направление оси разориентировки кристаллитов, определяются через элементы матрицы разориентировки (1):

$$\theta = \arccos \left(\frac{1}{2} \left(\sum_{i=1}^3 R_{ii} - 1 \right) \right), \quad (2)$$

$$u_1 = (R_{32} - R_{23}) / (2 \sin \theta), \quad u_2 = (R_{13} - R_{31}) / (2 \sin \theta), \quad u_3 = (R_{32} - R_{23}) / (2 \sin \theta). \quad (3)$$

Выбор системы кристаллографических координат в каждом кристаллите неоднозначен вследствие симметрии кристаллической решётки. В связи с этим экспериментально полученное описание разориентировки \widehat{R}_0 является одним из множества эквивалентных. Переход к другим эквивалентным описаниям осуществляется посредством соотношения:

$$\widehat{R} = \widehat{M}_i \widehat{R}_0 \widehat{M}_j^{-1}, \quad (4)$$

где матрицы \widehat{M} описывают операции перехода от данной к кристаллографически эквивалентным системам координат. В качестве основного описания данной разориентировки выбирали, как это принято [16], такое, чтобы угол разориентировки был минимальным, а соответствующее ему направление оси разориентировки лежало в стандартном стереографическом треугольнике.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В результате выполненных экспериментальных исследований установлено, что пластические ротации, возникающие в процессе

пластической деформации, проявляются на макроскопическом уровне в виде полос переориентации различного вида (рис. 1).

В [17] исследовано возникновение полос переориентации в зёрнах, которые имеют, так называемую, «кубическую» ориентацию или близкую к ней. Наличие в таких зёрнах 4-х систем скольжения

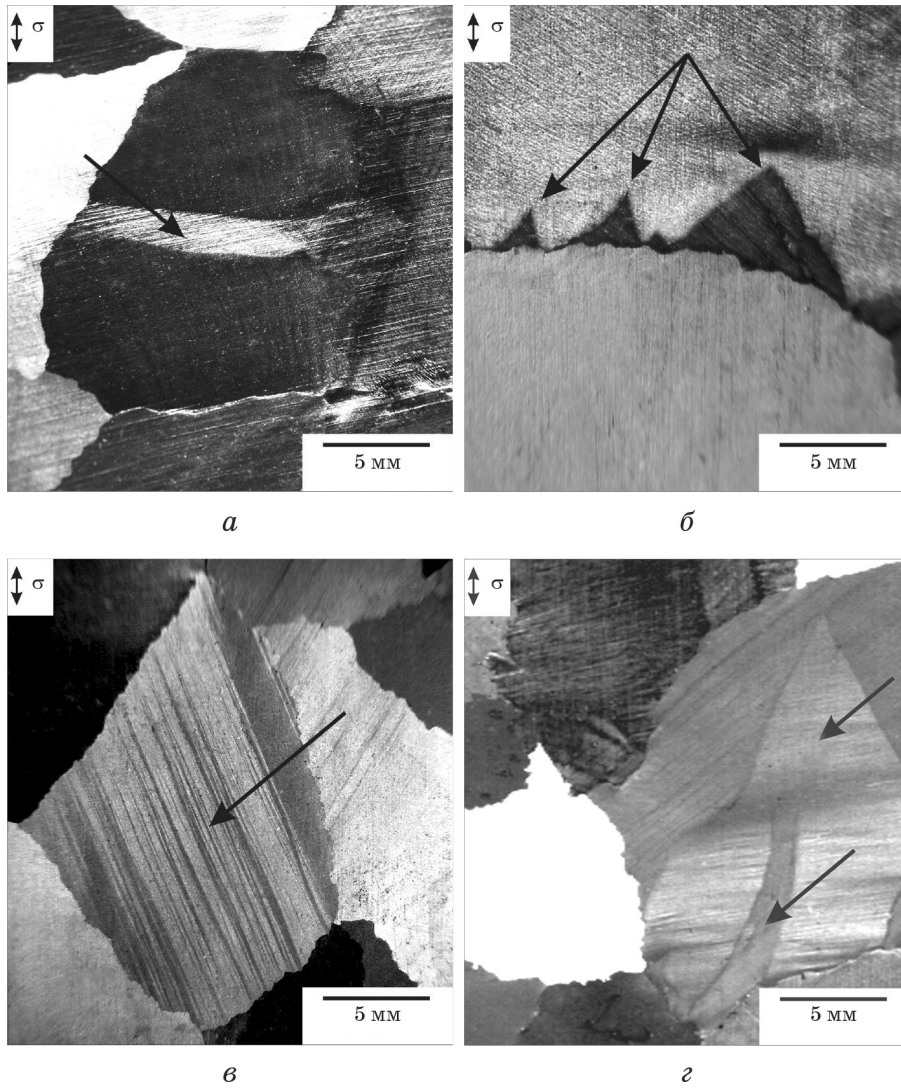


Рис. 1. Основные виды полос переориентации в отдельных зёрнах алюминиевой поликристаллической фольги: *а* — сквозные, *б* — оборванные клиновидные, *в* — коллективные, *г* — первичная ротация (1) и вторичная ротация (2) с линиями скольжения в ней; $\updownarrow \sigma$ — направление оси растяжения.

с максимально возможным значением ориентационного фактора приводит к неоднородности пластической деформации и, как следствие, возникновению ротаций.

В данной работе экспериментально показано, что в поликристаллических образцах алюминия, содержащих только сквозные границы зёрен, для возникновения ротационной структуры нет необходимости в определённой кристаллографической ориентации поверхности зёрен.

Для всех зёрен исследованных поликристаллических образцов алюминия методом Лауэ определялась их кристаллографическая ориентация относительно нормали к поверхности зерна и направления растяжения образца, и рассчитывался фактор Шмида m для всех возможных систем скольжения в каждом зерне. Характерным для этих исследований является отсутствие четырёх максимально возможных значений величины m , и, следовательно, максимальных сдвиговых напряжений для четырёх систем скольжения.

Несмотря на такой характер распределения сдвиговых напряжений, в каждом из зёрен исследованной поликристаллической фольги алюминия, когда исключена «работа» одновременно четырёх систем скольжения, как это имеет место в [17], ротационная структура на поверхности поликристаллических фольг алюминия, содержащих только сквозные границы зёрен, при их пластическом деформировании проявляется ярко и разнообразно (рис. 1).

Возможно возникновение одиночных полос переориентации, которые могут быть сквозными (рис. 1, *а*), т.е. проходить через все зерно от одной его границы до другой, или обрываться в теле зерна. Оборванные полосы переориентации чаще всего имеют клиновидную форму (рис. 1, *б*), иногда тупоугольную. Как правило, местом зарождения клиновидных полос переориентации являются извилистые участки границ зёрен. В образовавшейся полосе переориентации может возникать в процессе деформации новая переориентированная область — вторичная полоса переориентации (рис. 1, *в*). Коллективные полосы переориентации представляют собой набор квазипараллельных полос (рис. 1, *г*). Все описанные полосы переориентации имеют макроскопические размеры и являются сквозными по толщине образца. К моменту разрушения образцов основную долю ротаций составляют сквозные ($\cong 50\%$) и оборванные ($\cong 40\%$). Полос переориентаций в пределах каждого зерна может возникать несколько. Реже встречаются коллективные ($\cong 9\%$) и вторичные ($\cong 1\%$) ротации.

Установлено, что все макроскопические полосы переориентации, зарождаясь вблизи границ зёрен, развиваются в тело только одного из них. По данным рентгенографических исследований, выполненных для пластически деформированных и доведённых до разрушения образцов, ориентация кристаллической решётки в пределах

полосы переориентации является практически одинаковой. Все полосы (за исключением вторичных), образующиеся в пределах одного зерна, имеют одну и ту же кристаллографическую ориентацию и образуют с телом зерна границы деформационного происхождения. В спектре границ деформационного происхождения обнаружены малоугловые и высокоугловые границы. На долю малоугловых границ приходится $\cong 10\%$. Высокоугловые границы представлены границами общего типа ($\cong 5\%$) и границами специальными и близкими к ним ($\cong 85\%$).

В процессе пластической деформации поликристаллических фольг алюминия полосы переориентации могут возникать и развиваться по-разному. При достижении определённой степени деформации полосы переориентации формируются так же, как и двойники деформации; скорость их образования велика. Даже в условиях исследования *in situ* с периодом 0,01 с не удалось проследить динамику их возникновения. При дальнейшем деформировании образца эти образовавшиеся полосы не изменяют свои размеры, форму и угол разориентации на границе с телом зерна. Как правило, так возникают клиновидные ротации (рис. 1).

На рисунке 2 представлен ещё один из обнаруженных механизмов возникновения и развития ротационной структуры в одном из зёрен поликристаллического образца алюминия при его деформировании. При достижении деформации $\cong 5\%$ вблизи противоположных границ зерна, ориентированных вдоль оси растяжения, обнаруживаются зародыши ротаций вытянутой формы. На рисунке 2, б они показаны стрелками. В процессе пластического деформирования растёт их число, увеличиваются их размеры (рис. 2, в), и при достижении величины деформации $\cong 10\%$ они сливаются, таким образом, разделяя поверхность зерна на три области (рис. 2, г). По кристаллографической ориентации центральная область (2) практически не отличается от кристаллографической ориентации зерна до его деформирования. Две другие области (1 и 3) одинаково ориентированы, но их ориентация отличается от ориентации центральной части зерна.

4. ВЫВОДЫ

В процессе пластической деформации поликристаллических фольг алюминия со сквозными границами зёрен пластические ротации проявляются на макроскопическом уровне, как правило, в виде полос переориентации различного вида. Клиновидные и тупоугольные полосы переориентации возникают в ходе деформирования подобно двойникам деформации. Процесс формирования коллективных и некоторых сквозных полос переориентации является многостадийным. Он включает в себя возникновение нескольких зародышей

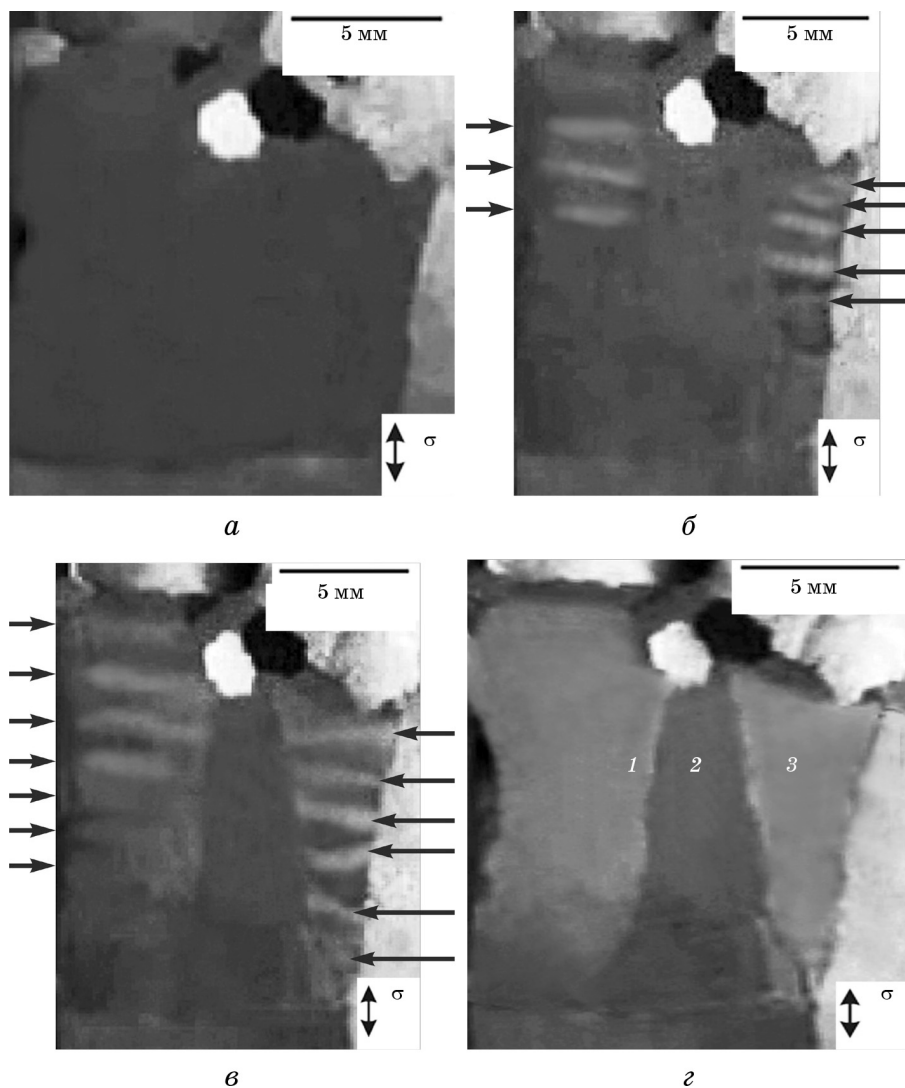


Рис. 2. Возникновение и развитие ротационной структуры в одном из зёрен исследованного поликристалла алюминия в процессе пластической деформации ($\updownarrow \sigma$ — направление оси растяжения, ε — относительная деформация образца): *a* — $\varepsilon = 0\%$, *б* — $\varepsilon = 4,2\%$, *в* — $\varepsilon = 7,6\%$, *г* — $\varepsilon = 10,2\%$.

дышей с переориентированной кристаллической решёткой с последующим их ростом, объединение и образование границ деформационного происхождения, отделяющих полосы переориентации от тела зерна.

Все макроскопические полосы переориентации, как правило, зарождаются вблизи границы зёрен и распространяются в тело только

одного из них, причём в пределах одного зерна эти полосы имеют одинаковую кристаллографическую ориентацию. В спектре границ деформационного происхождения обнаружены преимущественно высокоугловые границы, большинство из которых — специальные или близкие к ним.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. В. Е. Панин, В. Е. Егорушкин, *Физическая мезомеханика*, **14**, № 3: 7 (2011).
2. В. В. Рыбин, *Большие пластические деформации и разрушение металлов* (Москва: Металлургия: 1986).
3. В. И. Владимиров, А. Е. Романов, *Дисклинации в кристаллах* (Ленинград: Наука: 1986).
4. В. В. Рыбин, Н. Ю. Золоторевский, *Физика металлов и металловедение*, **57**, № 2: 380 (1984).
5. M. Yu. Gutkin, K. N. Mikaelyan, A. E. Romanov, and P. Klimanek, *phys. status solidi (a)*, **193**, No. 1: 35 (2002).
6. V. Klemm, P. Klimanek, and M. Motylenko, *Mater. Sci. Eng. A*, **324**: 174 (2002).
7. N. Hansen, X. Huang, R. Ueji, and N. Tsuji, *Mater. Sci. Eng. A*, **387–389**: 191 (2004).
8. M. R. Stoudt, L. E. Levine, A. Creuziger, and J. B. Hubbard, *Mater. Sci. Eng. A*, **530**: 107 (2011).
9. A. Scalll, R. Fortuner, R. Fillit, and J.H. Driver, *Acta Metall.*, **33**, No. 6: 997 (1985).
10. A. Bhattacharyya, E. El-Danaf, S. R. Kalidindi, and R. D. Doherty, *Int. J. Plast.*, **17**: 861 (2001).
11. G. Khatibi, R. Stickler, V. Gröger, and B. Weiss, *J. Alloys Compd.*, **378**: 326 (2004).
12. Е. Е. Бадиан, А. Г. Тонкопряд, О. В. Шеховцов, Р. В. Шуринов, *Металлофиз. новейшие технол.*, **30**, № 3: 361 (2008).
13. Е. Е. Бадиан, А. Г. Тонкопряд, О. В. Шеховцов, Р. В. Шуринов, В. И. Гриценко, *Металлофиз. новейшие технол.*, **32**, № 6: 775 (2010).
14. Е. Е. Badiyan, A. G. Tonkopyrad, O. V. Shekhovtsov, R. V. Shurinov, and T. R. Zetova, *Inorganic Materials*, **47**, No. 15: 1663 (2011).
15. Є. Ю. Бадиан, А. Г. Тонкопряд, О. В. Шеховцов, Р. В. Шуринов, Т. Р. Зетова, *Спосіб визначення кристаллографічної орієнтації зерен на поверхні полікристалічного зразка*, Патент України № 93021, МПК G01N 21/00, G01N 21/17, G01N 33/20 (Опубл. 27.12.10. Бюл. № 24).
16. Р. З. Валиев, А. Н. Вергазов, В. Ю. Герцман, *Кристаллогеометрический анализ межкристаллитных границ в практике электронной микроскопии* (Москва: Наука: 1991).
17. F. Basson and J. H. Driver, *Acta Mater.*, **48**: 2101 (2000).

REFERENCES

1. V. E. Panin and V. E. Egorushkin, *Fizicheskaya Mezomekhanika*, **14**, No. 3: 7

- (2011) (in Russian).
2. V. V. Rybin, *Bol'shie Plasticheskie Deformatsii i Razrushenie Metallov [Large Plastic Deformations and Fracture of Metals]* (Moscow: Metallurgiya: 1986) (in Russian).
 3. V. I. Vladimirov and A. E. Romanov, *Disklinatsii v Kristallakh [Disclinations in Crystals]* (Leningrad: Nauka: 1986) (in Russian).
 4. V. V. Rybin and N. Yu. Zolotarevskiy, *Fizika Metallov i Metallovedenie*, **57**, No. 2: 380 (1984) (in Russian).
 5. M. Yu. Gutkin, K. N. Mikaelyan, A. E. Romanov, and P. Klimanek, *phys. status solidi (a)*, **193**, No. 1: 35 (2002).
 6. V. Klemm, P. Klimanek, and M. Motylenko, *Mater. Sci. Eng. A*, **324**: 174 (2002).
 7. N. Hansen, X. Huang, R. Ueji, and N. Tsuji, *Mater. Sci. Eng. A*, **387–389**: 191 (2004).
 8. M. R. Stoudt, L. E. Levine, A. Creuziger, and J. B. Hubbard, *Mater. Sci. Eng. A*, **530**: 107 (2011).
 9. A. Scalli, R. Fortuner, R. Fillit, and J. H. Driver, *Acta Metall.*, **33**, No. 6: 997 (1985).
 10. A. Bhattacharyya, E. El-Danaf, S. R. Kalidindi, and R. D. Doherty, *Int. J. Plast.*, **17**: 861 (2001).
 11. G. Khatibi, R. Stickler, V. Gröger, and B. Weiss, *J. Alloys Compd.*, **378**: 326 (2004).
 12. E. Yu. Badiyan, A. G. Tonkopryad, O. V. Shekhovtsov, and R. V. Shurinov, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **30**, No. 3: 361 (2008) (in Russian).
 13. E. Yu. Badiyan, A. G. Tonkopryad, O. V. Shekhovtsov, R. V. Shurinov, and V. I. Gritsenko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **32**, No. 6: 775 (2010) (in Russian).
 14. E. E. Badiyan, A. G. Tonkopryad, O. V. Shekhovtsov, R. V. Shurinov, and T. R. Zetova, *Inorganic Materials*, **47**, No. 15: 1663 (2011).
 15. E. Yu. Badiyan, A. H. Tonkopryad, O. V. Shekhovtsov, R. V. Shurinov, and T. R. Zietova, *Sposib Vyznachennya Krystalografichnoyi Oriyentatsii Zeren na Poverkhni Polikrystalichnogo Zrazka*: Patent of Ukraine No. 93021, MPK G01N 21/00, G01N 21/17, G01N 33/20 (Publ. December 12, 2010. Bul. No. 24) (in Ukrainian).
 16. R. Z. Valiev, A. N. Vergazov, and V. Yu. Herzman, *Kristallogeometricheskiy Analiz Mezhkristallitnykh Granits v Praktike Elektronnoy Mikroskopii [Crystallogeometric Analysis of Intercrystallite Boundaries in Practice of Electron Microscopy]* (Moscow: Nauka: 1991) (in Russian).
 17. F. Basson and J. H. Driver, *Acta Mater.*, **48**: 2101 (2000).