



ПОЛИТЕХ

Санкт-Петербургский
политехнический университет
Петра Великого

На правах рукописи

ЗОЛОТОРЕВСКИЙ Николай Юльевич

**ФОРМИРОВАНИЕ ФРАГМЕНТИРОВАННОЙ СТРУКТУРЫ
И ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОТЕКСТУРЫ В ПРОЦЕССЕ
ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ МЕТАЛЛОВ**

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Санкт-Петербург – 2021

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский Политехнический Университет Петра Великого»

Научный консультант:

профессор, доктор физ.-мат. наук, член-корр. РАН, Рыбин Валерий Васильевич

Официальные оппоненты:

доктор физико-математических наук Беляев Сергей Павлович,
ведущий научный сотрудник федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет»

доктор физико-математических наук Беляков Андрей Николаевич,
ведущий научный сотрудник федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»

доктор физико-математических наук Назаров Айрат Ахметович,
главный научный сотрудник федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук»

Ведущая организация:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук

Защита состоится 23 сентября 2021 года в 16:00 на заседании диссертационного совета У.01.04.07 федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» (195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29, корпус 4, аудитория 305).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого».

Автореферат разослан _____

Ученый секретарь диссертационного совета У.01.04.07

кандидат физ.-мат. наук

Крупина Мария Алексеевна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Получение ультрамелкозернистой структуры посредством пластической деформации – одно из перспективных направлений в создании новых высокопрочных и одновременно пластичных материалов. Его физической основой служит явление фрагментации, в ходе которой исходный монокристалл или зерно поликристалла постепенно разбивается на разориентированные микрообъемы, размеры которых уменьшаются, а разориентировки увеличиваются с ростом степени деформации. Несмотря на практическое значение, природа фрагментации до настоящего времени является предметом дискуссий. В частности, нет единой точки зрения на физические механизмы разбиения исходных кристаллитов на фрагменты и роста межфрагментных разориентировок, на характер взаимосвязи фрагментации и текстурообразования. Изучению этих вопросов и посвящена диссертационная работа.

В сильно деформированном материале именно распределение ориентаций фрагментов, а не исходных зерен, формирует текстуру. Поэтому логичным является такой подход, при котором фрагментация и текстурообразование изучаются как единый процесс. Кристаллографическая текстура важна и сама по себе, поскольку влияет на те характеристики материала, которые зависят от упругой и пластической анизотропии кристаллитов. Кроме того, от ориентации зерна/фрагмента в существенной мере зависит его деформационное поведение. Все это предопределило то внимание, которое уделяется в диссертационной работе эффектам, связанным с формированием текстуры деформации.

Ранние исследования деформационной структуры поликристаллов, выполненные с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), показали, что фрагментация развивается пространственно неоднородно в масштабе зерна, причем особую роль в ее формировании играют границы зерен. Так, например, характерные для начальной стадии этого процесса элементы структуры – оборванные дислокационные границы – наблюдались главным образом в приграничных областях. Однако до начала данной диссертационной работы не было последовательного объяснения роли границ зерен, как и не существовало теоретической модели, описывающей развитие текстуры деформации с учетом фрагментации. Кроме того, сама экспериментальная база была недостаточной в силу высокой локальности ПЭМ, что сделало необходимым привлечение новых экспериментальных методик и разработку новых методов анализа экспериментальных данных. Так, существенная часть диссертационной работы посвящена расширению методического потенциала рентгеновской дифрактометрии для изучения начальных стадий фрагментации и текстурообразования в масштабе зерна или группы зерен.

В последние два десятилетия открылись новые возможности для изучения фрагментированных структур благодаря использованию метода дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ). В отличие от ПЭМ, метод ДОРЭ не дает представление о деталях расположения дислокаций в деформационной структуре. Однако он обеспечивает гораздо более представительную выборку при регистрации распределений ориентаций и разориентаций в материалах, испытавших большие деформации. С учетом этих возможностей, тем более актуальным является развитие методов количественного анализа данных ДОРЭ для изучения закономерностей формирования фрагментированных структур.

Целью работы является установление закономерностей фрагментации поликристаллов в процессе пластической деформации.

Основные задачи, решаемые в рамках диссертационной работы:

1. Разработка модели начальных стадий фрагментации и формирования текстуры деформации.
2. Установление закономерностей эволюции разориентированной структуры и кристаллографической текстуры в крупнозернистых поликристаллах с помощью локальной рентгеновской дифрактометрии (ЛРД).
3. Выявление взаимосвязи фрагментации и текстурообразования с помощью просвечивающей электронной микроскопии.
4. Анализ влияния кристаллографической текстуры и ориентационно-зависимых внутренних напряжений на результаты рентгеновской тензометрии.
5. Разработка методов количественного анализа фрагментированной структуры на базе данных, полученных с помощью ДОРЭ.
6. Прояснение закономерностей эволюции распределения разориентировок на границах деформационного происхождения.
7. Установление закономерностей эволюции разориентировок на границах двойников отжига и особенностей двойникования при высокоскоростной сдвиговой деформации.

Научная новизна. Следующие результаты впервые получены в данной диссертации.

1. Модель текстурообразования при деформации металлов на стадии их фрагментации и количественное предсказание поворотов кристаллической решетки фрагментов с помощью приближения идеальной аккомодации.
2. Регистрация неоднородного распределения поворотов кристаллической решетки в масштабе зерна с помощью ЛРД, продемонстрировавшая роль межзеренных границ и стеснения деформации зерен. Результаты исследования эволюции кристаллографической текстуры в масштабе отдельных зерен с помощью ЛРД и математического моделирования, показавшие степень влияния локального окружения зерна на характер этой эволюции.
3. Результаты рентгеновского анализа двухфазной перлитной и однофазной ферритной сталей, деформированных волочением, показавшие наличие двух компонент (аксиальной и хаотической) в текстуре деформации, и результаты ПЭМ, показавшие наличие в микроструктуре сталей фрагментированных колоний/зерен двух типов, соответствующих этим двум компонентам макроскопической текстуры.
4. Анализ распределения ориентировок и разориентировок в ферритной составляющей перлитной стали, продемонстрировавший особенности характера фрагментации тонкопластинчатого перлита.
5. Доказательство того, что нелинейность зависимости межплоскостного расстояния от квадрата синуса угла между отражающими плоскостями и поверхностью образца, используемой в рентгеновской тензометрии для оценки остаточных макронапряжений, обусловлена внутренними напряжениями, возникающими в масштабе отдельных кри-

сталлитов (зерен, фрагментов) деформируемого материала, а также результаты определения этих напряжений.

6. Метод определения остаточных напряжений в материалах с острой кристаллографической текстурой с помощью рентгеновской дифрактометрии. Результаты анализа эволюции остаточных напряжений, возникающих на трех масштабных уровнях в ферритной составляющей тонкопластинчатого перлита.
7. Метод количественного анализа распределений разориентировок, основанный на представлении полного распределения в форме линейной суперпозиции парциальных распределений, и результаты его применения.
8. Метод, позволяющий на базе данных ДОРЭ отделить вклад границ деформационного происхождения в общем спектре разориентировок от вклада исходных границ зерен. Установленные с помощью этого метода закономерности эволюции разориентировок большеугловых границ деформационного происхождения.
9. Результаты экспериментального определения и компьютерного моделирования отклонений от двойниковой разориентировки, наведенных пластической деформацией.
10. Описание мезомасштабных двойников деформации в крупнозернистом алюминии, образующихся при высокоскоростной сдвиговой деформации.

Научная и практическая значимость результатов работы. Сформулированные представления о фрагментации зерен поликристалла и модель эволюции текстуры деформации, учитывающая фрагментацию, являются теоретической основой для дальнейших исследований в области создания материалов с УМЗ структурой с помощью интенсивной пластической деформации, а также для разработки компьютерных моделей текстурообразования при различных видах пластической обработки металлов и сплавов.

Разработанные методы анализа локальной текстуры и разориентированной структуры в масштабе отдельных зерен с помощью ЛРД могут быть использованы для диагностики и исследования структуры крупнозернистых материалов, подвергнутых пластической деформации.

Результаты анализа эволюции разориентировок на границах деформационного происхождения необходимы для построения количественных моделей деформационного упрочнения металлов и сплавов.

Предложенный подход к анализу остаточных напряжений позволяет исследовать внутренние напряжения, возникающие при деформации в масштабе отдельных кристаллитов (зерен, фрагментов). В то же время, разработанный метод анализа может использоваться для оценки остаточных макронапряжений в материалах, обладающих острой текстурой, когда стандартные методы рентгеновской тензометрии оказываются неприменимыми.

Разработанные методы анализа данных, полученных с помощью ДОРЭ, являются основой для дальнейших исследований закономерностей формирования УМЗ структур.

В материалах, содержащих двойники, их границы можно использовать, опираясь на результаты диссертационной работы, в качестве кристаллографических реперов для оценки локальной пластической деформации в случаях сильно неоднородного деформированного состояния, например, в приконтактной зоне при сварке взрывом.

Основные научные положения, выносимые на защиту:

1. Модель, в соответствии с которой текстура деформации формируется в процессе фрагментации исходных зерен вследствие пластической релаксации мезомасштабных внутренних напряжений путем пространственно-неоднородного аккомодационного скольжения и поворота кристаллической решетки.
2. Результаты рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии, подтверждающие модель формирования текстуры деформации фрагментирующихся металлов и доказывающие существенное влияние локального окружения на переориентацию кристаллической решетки зерна/фрагмента.
3. Методика определения остаточных напряжений в сильно текстурированном металле и результаты анализа внутренних напряжений, возникающих на разных масштабных уровнях в процессе пластической деформации.
4. Метод количественного анализа распределений разориентировок, основанный на представлении полного распределения в форме линейной суперпозиции парциальных распределений, и результаты его применения к материалам, испытавшим различные температурные и деформационные воздействия.
5. Метод разделения вкладов границ деформационного происхождения и исходных границ зерен в общем спектре разориентировок, и результаты его применения для изучения эволюции большеугловых границ деформационного происхождения.
6. Метод анализа деформации и поворотов кристаллической решетки в локальных микрообъемах, основанный на использовании границ двойников в качестве кристаллографических реперов.

Достоверность результатов и выводов работы подтверждается:

- математической корректностью и внутренней непротиворечивостью использованных в работе вычислений и доказательств;
- тщательным тестированием применяемых компьютерных программ;
- сопоставлением теоретических предсказаний и полученных в диссертационной работе экспериментальных результатов с данными, опубликованными в научной литературе;
- обсуждением основных результатов работы на научных форумах.

Апробация работы. Результаты работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях, симпозиумах и семинарах: 5-я Всесоюзная конференция «Текстуры и рекристаллизация в металлах и сплавах» (Уфа, 1987), 13-я Международная конференция «Физика прочности и пластичности (Самара, 1992), Российско-Французский семинар «Структура и свойства границ зерен» (Санкт-Петербург, 1993), International Conference «Texture and Properties of Materials» (Ekaterinburg, Russia, 1997), Международный семинар «Мезоструктура» (Санкт-Петербург, 2001), 1st and 2nd Russian-French symposiums «Physics and Mechanics of Large Plastic Strains» (St.Petersburg, Russia, 2002 and 2007), 13th, 14th and 17th International Conferences on Textures of Materials (Seoul, Korea, 2002; Leuven, Belgium, 2005; Dresden, Germany, 2014), 7th International Conference of Physical and Numerical Simulation of Materials Processing (Oulu, Finland, 2013), 13-я Международная конференция «Дислокационная структура и механические свойства металлов и сплавов (Екатеринбург 2014), Открытая школа-конференция

стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы» (Уфа, 2014), 8-я Международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов» (Черноголовка, 2014), 10-я и 12-я Международные конференции «Современные металлические материалы и технологии» (Санкт-Петербург, 2015 и 2017), 15th International Conference on Intergranular and Interphase Boundaries in Materials (Moscow, Russia, 2016), 8-я Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов (Москва, 2017).

Личный вклад автора заключается в выборе общего направления исследований и постановке задач научной работы, разработке методов анализа экспериментальных данных, планировании эксперимента и анализе его результатов, проведении компьютерного моделирования, обсуждение полученных результатов с соавторами и подготовке научных статей.

Публикации. Результаты диссертации отражены в 49 печатных работах, опубликованных соискателем в отечественных и международных научных журналах, и в одной монографии. Основные публикации приведены в конце автореферата.

Объем и структура диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, заключения и списка литературы из 327 наименования. Содержание изложено на 246 страницах, включая 137 рисунков и 7 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Первая глава посвящена изложению теоретических основ фрагментации поликристаллов. Сначала кратко рассмотрен классический подход к описанию деформации поликристаллов, сформулированный Тейлором [1]. Согласно модели Тейлора, каждое зерно испытывает такое же формоизменение $\Delta\epsilon$, как все другие зерна и как деформируемый образец в целом. Чтобы обеспечить такую однородную пластическую деформацию, в зерне должны действовать пять систем скольжения. Одновременно эти системы скольжения производят и поворот $\Delta\omega$ (так называемый поворот с инвариантной решеткой), причем повороты разных зерен оказываются, вообще говоря, различными. В то же время, для сохранения сплошности поликристалла повороты должны быть (так же, как и деформации) одинаковыми. Чтобы снять это противоречие, Тейлор предположил, что к повороту с инвариантной решеткой, $\Delta\omega$, добавляется поворот зерна как жесткого тела, $\Delta\omega_L$, являющийся реакцией на стеснение со стороны окружающего материала. Соответственно изменяется и ориентация кристаллической решетки зерна. Если поворот макроскопического образца отсутствует, то и суммарный поворот зерна равен нулю, а значит поворот его решетки равен по величине и противоположен по знаку повороту с инвариантной решеткой:

$$\Delta\omega_L = -\Delta\omega = -\frac{1}{2} \sum_{p=1}^5 \Delta\gamma_p (\mathbf{n}t + \mathbf{t}\mathbf{n})_p, \quad (1)$$

где $\Delta\gamma_p$ – приращение сдвига, $\mathbf{n}_p$ – единичный вектор нормали к плоскости скольжения и $\mathbf{t}_p$ – единичный вектор в направлении скольжения для p -й системы скольжения, активной в данном зерне. Такой подход, предполагающий, что ориентировка зерна в ходе деформации изменяется, но остается однородной, до недавнего времени являлся основой для моделирова-

ния деформации поликристаллов и, в частности, эволюции текстуры в рамках модели Тейлора и ее позднейших модификаций. Однако с открытием явления фрагментации [2] возникла необходимость пересмотреть эти основы.

Наш теоретический анализ начинается с рассмотрения взаимодействия между внутризеренным скольжением и границами зерен. Пренебрегая на мезомасштабе дискретностью и неоднородностью скольжения, получаем тензор плотности дислокаций, которые накапливаются на границе в результате деформации зерна, в виде

$$\mathbf{B} = -\mathbf{N} \times [\Delta \boldsymbol{\beta}], \quad (2)$$

где $\mathbf{N}$ – нормаль к плоскости границы, а $[\Delta \boldsymbol{\beta}] = [\Delta \boldsymbol{\varepsilon}] + [\Delta \boldsymbol{\omega}]$ – скачок пластической дисторсии на этой границе. Эти дислокации создают дополнительную разориентировку $\Delta \boldsymbol{\theta}$, которую после ряда преобразований можно выразить через скачки деформации и поворота:

$$\Delta \boldsymbol{\theta} = -[\Delta \boldsymbol{\omega}] - \mathbf{N} \times [\Delta \boldsymbol{\varepsilon}] \cdot \mathbf{N} \quad (3)$$

(здесь $\Delta \boldsymbol{\omega}$ – аксиальный вектор, ассоциированный с тензором поворота). В случае однородной тейлоровской деформации, когда $[\Delta \boldsymbol{\varepsilon}] = 0$, всюду на границах возникает самосогласованное распределение дислокаций, а дополнительная разориентировка $\Delta \boldsymbol{\theta}$, наведенная на границе, соответствует разнице тейлоровских поворотов $\Delta \boldsymbol{\omega}_L$. Наличие же скачка деформации $[\Delta \boldsymbol{\varepsilon}]$ производит такое распределение дислокаций, которое, во-первых, создает планарные источники дальнедействующих полей напряжений, а во-вторых, как видно из уравнения (3), создает разориентировку, зависящую от ориентации плоскости границы. В результате в стыке k плоских фасеток границы возникает отличная от нуля невязка разориентировок:

$$\boldsymbol{\Omega} = \sum_{i=1}^k \boldsymbol{\theta}_i = \sum_{i=1}^k \mathbf{N}_i \times [\boldsymbol{\varepsilon}] \cdot \mathbf{N}_i \quad (4)$$

Последнее означает, что на линии стыка располагается дефект ротационного типа, получивший название стыковой дисклинации (рис. 1а). В общем случае его можно представить, как совокупность дисклинации на линии стыка и планарного дефекта типа дислокации Соммианы.

На нескольких примерах были проведены численные расчеты поля напряжений, возникающего в зерне при наличии скачка деформации на его границах. Заметим, что, начиная с классических работ Эшелби и Кренера [3], принято было считать, что в однородно деформируемом зерне создается однородное поле внутренних напряжений. Но такое поле напряжений не создает стимулов к фрагментации, и в этом заключалось определенное противоречие между теорией и экспериментальными фактами. Проведенный расчет показал, что в обычных полигональных зернах не более 80% объема охвачено полем, которое в первом приближении можно охарактеризовать как однородное. В приграничных же областях, и особенно вблизи стыков и изломов, поле существенно неоднородно из-за возникновения там линейных и планарных дефектов. Напряжения, вызванные различием пластической деформации соседних зерен $\Delta \boldsymbol{\varepsilon}$, по порядку величины равны $\sim G \Delta \boldsymbol{\varepsilon}$. Тогда уже при $\Delta \boldsymbol{\varepsilon} \sim 0.01$ внутренние напряжения будут достигать значений порядка $10^{-3}G$, достаточных, чтобы активировать дополнительное аккомодационное скольжение.

Анализ поля напряжений, возникающего в приграничной зоне вдали от стыков, показал, что для обеспечения совместности на плоском участке границы необходимы в общем случае только три независимые системы аккомодационного скольжения (в сумме для двух сопрягающихся на данном участке зерен). Поскольку поле напряжений зависит от ориентации границы, вблизи каждой фasetки пластическая аккомодация протекает по-своему, и потому зерно не целиком, а лишь локально однородно подстраивается под заданную скорость и характер формоизменения. Подобная неоднородность аккомодационного скольжения, действительно, часто обнаруживается в исследованиях, проводимых на крупнозернистых поликристаллах.

В упрощенной схеме процесса пластической аккомодации, представленной на рис. 1, аккомодационное скольжение релаксирует только ту часть внутренних напряжений, которая вызвана планарными источниками. Линейные же стыковые источники напряжений остаются, поскольку из-за различия в наборах аккомодационных систем скольжения в соседних приграничных зонах тензоры пластического поворота для них могут различаться. Тогда, согласно уравнениям (3)-(4), если первоначально вектор ротации стыковой дисклинации Ω определялся скачками $[\epsilon]$, то после аккомодации скольжением, Ω' , – скачками $[\omega']$ (рис. 1б). Получившиеся источники напряжений могут затем релаксировать путем разворотов областей зерна вдоль некоторой поверхности, уходящей из стыка в одно из зерен (рис. 1в). Зарождение таких оборванных границ в теле зерна следует считать началом фрагментации (рис. 1г).

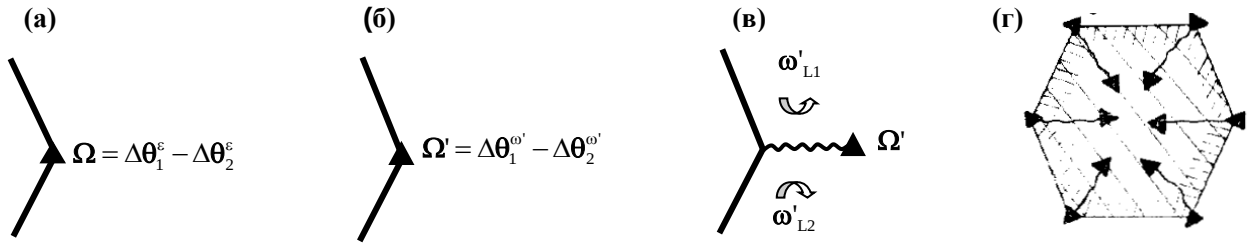


Рис. 1. Эволюция стыковой дисклинации и фрагментация: а – начальная стадия (вектор ротации определяется несовместностью пластической деформации), б – после сдвиговой аккомодации (вектор ротации определяется несовместностью пластических поворотов), в – после поворотной аккомодации; г – начало фрагментации зерна.

Пластическая аккомодация, таким образом, является сложным многоэтапным процессом. Однако можно существенно упростить описание, предположив, что на границе в результате аккомодационных подстроек полностью устраняется несамосогласованная часть тензора дислокационной плотности. Такая идеализация, названная приближением идеальной аккомодации, очевидно, может давать значительное отклонение от реальной картины при описании процессов на конкретной границе. В то же время, при усреднении по множеству различно ориентированных границ, разделяющих по-разному ориентированные кристаллиты, указанные отклонения должны нивелироваться. В приближении идеальной аккомодации приращение вектора поворота решетки области кристаллита, примыкающей к границе с нормалью $\mathbf{N}$, получается в виде:

$$\Delta\omega_{L,N} = \frac{1}{b} \sum_p \Delta\gamma_p \left\{ \mathbf{N} \cdot \mathbf{b}_p (\mathbf{N} \times \mathbf{n}_p - \lambda [(\mathbf{N} \times \mathbf{n}_p) \cdot \mathbf{b}_p] \mathbf{N} \right\}, \quad (5)$$

где $\Delta\gamma_p$, b_p , p_p – соответственно приращение сдвига, вектор Бюргерса и нормаль к плоскости скольжения для p -й основной системы скольжения («основные системы» – в данном случае это те системы скольжения, которые активируются под действием приложенной извне нагрузки), λ – параметр, который может варьироваться от 0 до 1 в зависимости от способа устранения несамосогласованности распределения дислокаций.

В качестве примера влияния ориентации границы на поворот решетки примыкающего к ней фрагмента рассмотрим случай деформации растяжением. На рис. 2 показаны результаты расчета для двух взаимно перпендикулярных ориентаций нормали к границе N_1 и N_2 ; в обоих случаях граница была ориентирована параллельно оси растяжения. При расчете учитывали только основное скольжение, то есть скольжение по системам с максимальным фактором Шмида; в качестве примера приведен расчет, выполненный для $\lambda = 1$. Разнообразие возможных поворотов фрагментов, очевидно, является одной из причин наблюдаемого в опытах рассеяния текстурных максимумов.

Приближение идеальной аккомодации не является инструментом для количественного моделирования текстурообразования. В обычном поликристалле, где зерна находятся в условиях, близких к полному стеснению, явный учет одного только основного скольжения, очевидно, недостаточен для правильного определения поворотов решетки. Однако, например, в случае прокатки после достаточно большой деформации, когда границы зерен залегают преимущественно параллельно плоскости прокатки, некоторые компоненты тензора деформации индивидуальных кристаллитов становятся относительно нестесненными, и при таких условиях приближенный учет вклада аккомодационного скольжения является более оправданным. Действительно, как показало проведенное нами моделирование, по расположению основных текстурных максимумов и уровню их рассеяния рассчитанная текстура прокатки ГЦК металлов с высокой и средней энергией дефекта упаковки согласуется с экспериментом.

В заключительном разделе главы 1 в свете изложенных выше теоретических представлений сделан краткий обзор экспериментальных работ по фрагментации – преимущественно тех, которые предшествовали исследованиям, описанным в последующих главах. Обсуждаются общие закономерности протекания фрагментации, а также особенности, характерные для разных металлов и условий деформации. Отмечено, что одним из вопросов, существенных для понимания феномена фрагментации, является вопрос о связи между формированием структуры и эволюцией кристаллографической текстуры. Речь идет, в частности, о роли исходной ориентации зерна, с одной стороны, и локального окружения этого зерна, с другой стороны. Поэтому возникает необходимость исследовать развитие кристаллографической

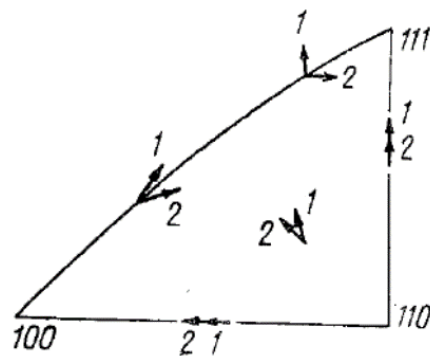


Рис. 2. Повороты фрагментов, прилегающих к различным ориентированным границам с нормальными N_1 и N_2 . Стрелками указаны направления переориентации оси растяжения.

текстуры в масштабе отдельных зерен, иначе говоря, исследовать эволюцию микротекстуры в ее взаимосвязи с эволюцией микроструктуры.

Вторая глава посвящена изучению начальных стадий эволюции микроструктуры и кристаллографической текстуры с помощью локальной рентгеновской дифрактометрии (ЛРД). Особенности метода иллюстрирует рис. 3. В выбранную точку на поверхности крупнокристаллического образца (в качестве примера изображен образец для растяжения) направляется тонкий пучок и путем сканирования по двум направлениям (ω - и φ -сканирование) регистрируется распределение интенсивности дифрагируемых рентгеновских лучей вблизи максимума рефлекса, названное микрополусной фигурой (МПФ). Как показывает рис. 3, в отличие от отожденного состояния на МПФ для деформированного образца наблюдаются особенности, связанные со структурными изменениями: во-первых, значительное уширение отражений и, во-вторых, «расщепление» МПФ, а именно, на ней появляются дополнительные максимумы, которые могут быть интерпретированы как преимущественные ориентировки в распределении ориентировок ячеек, субзерен или фрагментов, образовавшихся при деформации образца. Ширина рентгеновского пучка, используемого в методе ЛРД, составляла $\sim 0.3\text{--}0.4$ мкм, что определило и особенности объекта исследования: поскольку нашей целью являлось изучение разориентированной структуры и локальной текстуры в масштабе отдельных зерен, размер зерна должен быть не меньше ширины пучка. По этой причине с помощью ЛРД исследовали крупнокристаллические объекты.

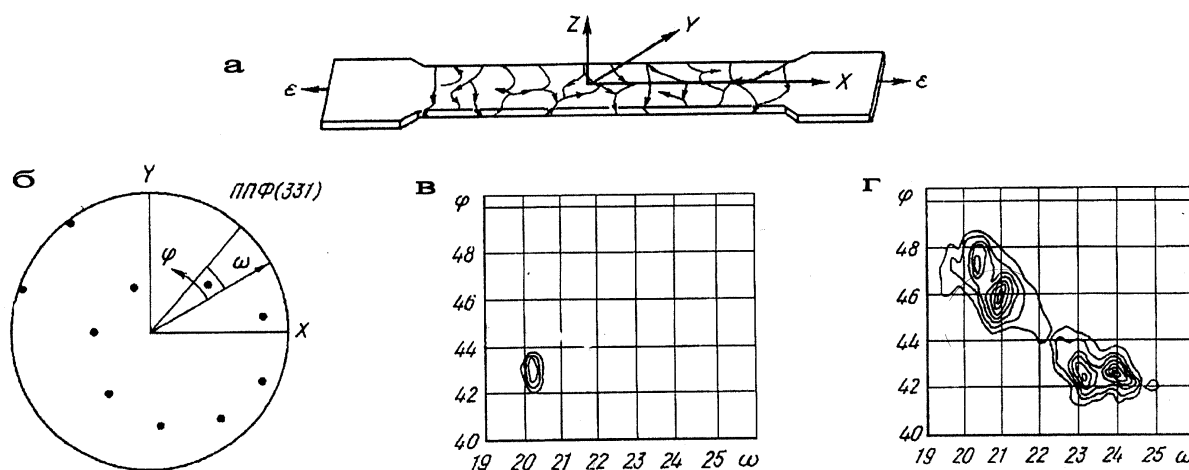


Рис. 3. а – привязка лабораторной системы координат к деформируемому образцу; б – схема (ω , φ)-сканирования, точками показаны полюса {331} для некоторой ориентировки кристаллита; в – микрополусная фигура для отожденного состояния; г – микрополусная фигура для деформированного состояния. Углы на МПФ указаны в градусах.

В первой работе из этой серии объектом изучения был поликристалл технически чистого алюминия с зернами размером от 1 до 5 мм, деформированный прокаткой на 5%. Анализ следов скольжения показал, что внутри зерен доминируют одна или две системы с максимальным фактором Шмида («первичные системы»). В приграничных областях большинства изученных зерен обнаружено расщепление МПФ на два максимума, разнесенные на угловое расстояние до $3\text{--}5^\circ$. При перемещении зондирующего пучка вдоль границы характер расщепления значительно не изменялся. Таким образом, в согласии с предсказанием теории, параметры приграничного разворота решетки определяются параметрами данной границы

(ориентациями стыкующихся по ней зерен и ее плоскостью залегания) и потому однородны вблизи отдельного плоского участка границы, но различаются вблизи разных участков. По мере удаления от границы МПФ заметно трансформируется: либо один из максимумов исчезает, либо оба максимума сливаются. Разумеется, мы не можем интерпретировать эти результаты в отношении микроструктуры пока имеем дело только с информацией о распределении ориентировок. Однако можно утверждать, что формирование разориентированной структуры начинается вблизи межзеренных границ, в согласии с теорией, изложенной в главе 1. Позднее тот факт, что разориентировки вблизи границ зерен выше, чем во внутренних областях зерна, был подтвержден в работах, выполненных с помощью других методов [4].

В следующих работах диапазон исследуемых степеней деформации был расширен до 22%; при этом фиксировались не только относительные развороты микрообластей, но и абсолютные повороты решетки в процессе деформирования. Измерения проводили на поликристалле алюминия с размерами зерен ~ 1 мм при степенях деформации 0, 2, 4, 6, 10, 16 и 22% в условиях растяжения непосредственно на дифрактометре. Траектории переориентации зерен также моделировали в рамках тейлоровского подхода, с учетом неполного стеснения зерен, имеющих свободную поверхность. В итоге были получены следующие результаты. Эволюция микрополусных фигур происходит аналогично тому, как это наблюдалось при прокатке, включая эффекты расщепления МПФ. Экспериментально зафиксированные повороты преимущественной ориентации (т.е. ориентации, соответствующей максимуму полюсной плотности МПФ) – как в центрах зерен, так и в приграничных областях – заметно отклоняются от траекторий, соответствующих скольжению только по первичным системам скольжения. Направление этого отклонения, а также постепенное замедление переориентации качественно согласуются с предсказанными теорией. Тем самым, моделирование подтверждает, что указанные эффекты определяются постепенным переходом от одиночного скольжения на начальной стадии (при $\varepsilon < 2\%$) к множественному скольжению на последующих стадиях.

В предыдущем исследовании было показано, что повороты кристаллической решетки в крупнозернистом поликристалле качественно согласуются с теорией, исходящей из того, что они обусловлены стеснением пластических сдвигов. Хотя роль стеснения не вызывает сомнений, представляло интерес поставить эксперимент, в котором деформация зерен происходила бы в условиях, когда стеснения ослаблено в максимальной степени. Для этого был подготовлен образец алюминия плоской формы, толщиной 1 мм, который также деформировали растяжением в дифрактометре. Соотношение между размерами зерен на поверхности и толщиной образца получилось таким, что поверхность межзеренного контакта была меньше (для относительно крупных зерен – намного меньше), чем свободная поверхность зерна, что должно обеспечивать пониженный уровень стеснения. Измерения проводили в девяти зернах для шести состояний образца: исходного и пяти деформированных со степенями деформации 2, 4, 6, 10 и 15%. Оказалось, что в одних зернах ось растяжения осциллирует около начального положения, а в других зернах, хотя определенный тренд в направлении переориентации возникает, направление поворота не соответствует тому, которое обычно наблюдается в ГЦК металлах. Во всех случаях величина поворота после $\varepsilon = 15\%$ значительно меньше ожидаемой для этой степени деформации. Таким образом, характер поворота решетки радикально отличается от того, который мы и другие авторы наблюдали в условиях нормального стеснения

деформации зерен. Не только абсолютные повороты решетки, но и относительные развороты, регистрируемые в масштабе зерна, оказались в данном случае малыми по сравнению теми, которые были зафиксированы в условиях нормального стеснения.

Таким образом, на базе анализа МПФ удалось получить существенную информацию о начальных стадиях формирования разориентированной субструктуры. Возникает, однако, вопрос: возможно ли исходя из МПФ полностью восстановить функцию распределения ориентаций (ФРО) для отдельного зерна аналогично тому, как восстанавливается ФРО для макрообразца исходя из экспериментально зарегистрированных прямых полюсных фигур. В **третьей главе** сначала описан метод решения этой проблемы, а затем результаты его применения для изучения эволюции микротекстуры зерен алюминия при сжатии.

Основой для решения задачи восстановления ФРО служит уравнение, устанавливающее связь между ФРО, $f(g)$, и распределением полюсной плотности на плоскости стереографической проекций, $P_h(\omega, \varphi)$. В нашем случае оно определяет связь локальной ФРО и МПФ:

$$P_h(\omega, \varphi) = \frac{1}{V_Q} \int_Q f(g) dg. \quad (6)$$

Здесь интегрирование производится по всем ориентациям Q , которые получаются при вращении вокруг оси, параллельной нормали к отражающей плоскости $\mathbf{h} \equiv \{hkl\}$. Для решения уравнения (6) мы использовали метод, подобный «векторному методу» Руэра-Баро, разработанному ранее для восстановления макротекстуры. Он делает возможным прямой расчет ФРО благодаря переходу от непрерывной функции распределения к ее дискретному аналогу. Мы получаем, с одной стороны, представление ФРО в виде N -мерного вектора $\mathbf{R}$ и, с другой стороны, набор распределений полюсной плотности P_h для соответствующих векторов $\mathbf{h}$, которые объединяем в L -мерный вектор-столбец $\mathbf{P}$. Интегральное уравнение (6) в таком случае приводится к векторному уравнению

$$\mathbf{M} \cdot \mathbf{R} = \mathbf{P}. \quad (7)$$

Предложенный и использованный в работе способ определения матрицы $\mathbf{M}$ позволяет даже при ограниченном наборе МПФ добиваться удовлетворительной точности при решении уравнения **Ошибка! Источник ссылки не найден.** Следует подчеркнуть, что при этом не требуется симметрии ФРО относительно главных осей деформации образца, что является принципиальным именно при исследовании микротекстуры. В соответствующем разделе этой главы проанализирована точность использованного метода и продемонстрирована его адекватность решаемым задачам. Показано, в частности, что на основе ограниченного набора рефлексов (обычно 3-4) возможно предсказание МПФ для рефлексов, не использованных при восстановлении ФРО, то есть предсказание полной полюсной фигуры.

С помощью разработанного метода была исследована эволюция микротекстуры в алюминии при сжатии на дифрактометре. Средний размер зерна в образце (~0.6 мкм) был соизмерим с диаметром зондирующего пучка. Для детального анализа на большой грани плоского образца были выбраны 2 пары зерен с попарно близкими ориентировками плоскости, параллельной поверхности: ~(128) для зерен A1 и A2, ~(135) для зерен B1 и B2. Образец деформировали сжатием по нормали к большой грани поэтапно до степеней 13, 30, 40 и 50%. Для предотвращения механического повреждения поверхности деформация осуществлялась с использованием прокладок из полиэтилена. Некоторые из полученных результатов показаны рис. 4, где на рис. 4а в качестве примера представлена эволюция микротекстуры зерна A1, а

на рис. 4б – изменение преимущественной (т.е. наиболее вероятной в данном зерне) ориентации для всех четырех зерен. Видно, что в целом ориентации в ходе деформации приближаются к устойчивой ориентировке $\langle 110 \rangle$. В то же время, возникает значительное рассеяние разориентировок в пределах зерна. При деформации 50% оно становится настолько сильным, что точнее будет говорить не о преимущественной ориентировке, а о некоторой области на стереографическом треугольнике, в которой сосредоточены наиболее вероятные для данного зерна ориентировки оси сжатия. Анализ того, как изменяется характер распределения разориентировок внутри зерна, а также сопоставление характеристик микротекстуры и разориентированной микроструктуры, показали следующее. На начальном этапе деформации основной вклад в рассеяние микротекстуры дают крупномасштабные градиенты ориентации, возникающие в пределах зерна. По мере формирования внутризеренной структуры с чередующимися по знаку разориентировками и роста величины разориентировок, вклад этой регулярной структуры увеличивается и при деформации 50% становится преобладающим.

Наряду с этими общими для исследованных зерен тенденциями наблюдаются и очевидные различия. Прежде всего, повороты зерен в ходе деформации существенно различаются как по величине, так и по направлению. Так, даже зерна с близкими начальными ориентировками оси сжатия переориентируются по-разному. При этом нельзя отдать предпочтение модели Тейлора либо Закса. Таким образом, локальное окружение существенно влияет на характер стеснения деформации конкретного зерна и, в частности, на поворот его решетки.

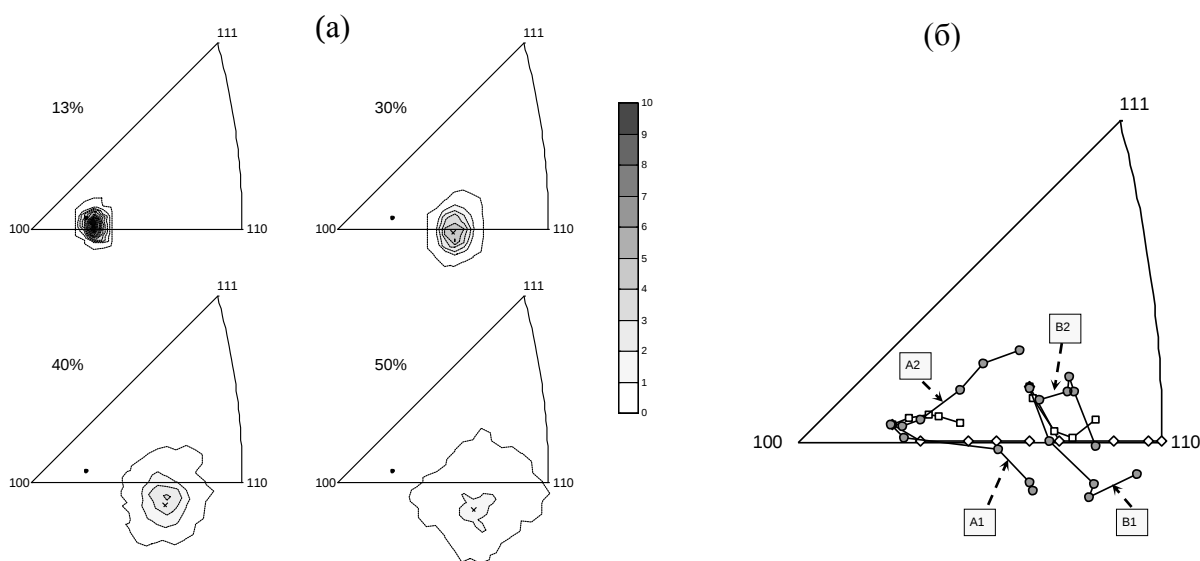


Рис. 4. Эволюция микротекстуры при сжатии алюминия.

а – Распределения ориентации оси сжатия на стандартном стереографическом треугольнике в зерне А1 для степеней деформации 13, 30, 40 и 50%. • – исходная ориентация оси сжатия; × – преимущественная ориентация оси сжатия. Внешний контур, показывающий условную границу рассеяния ориентаций, соответствует полюсной плотности 0.01.

б – Траектории изменения преимущественной ориентировки зерен, определенные экспериментально (принадлежность траекторий соответствующим зернам указана на рисунке) и рассчитанные согласно моделям Тейлора (□) и Закса (◇).

Чтобы уяснить, как установленный эффект согласуется с теоретическими представлениями, была разработана новая модель деформации поликристалла, в которой впервые сле-

лана попытка прямого рассмотрения влияния соседних зерен. В модели использован предложенный А.А. Зисманом метод, позволяющий рассчитывать поэтапную активацию систем скольжения в процессе перехода от одиночного к множественному скольжению, обеспечивая на каждом этапе минимальную несовместность между скоростью деформации данного кристаллита и макроскопической скоростью деформации («одnozеренная модель»). Однако, в отличие от одnozеренной модели, здесь данный подход распространен на поликристаллический агрегат – для каждого зерна обеспечивается минимальная несовместность не с макродеформацией, а с деформацией его непосредственного окружения («кластерная модель»). Моделировали деформацию поликристаллического агрегата, состоящего из зерен в виде полиэдров с 14 гранями. Соответственно, зерно модельного поликристалла имело 14 соседей. Как обычно, процесс деформации разбивается на достаточно малые шаги. На каждом шаге используется итерационная процедура выбора систем скольжения на основе критерия минимальной несовместности, причем множественное скольжение рассматривается происходящим одновременно и в зерне, и в кристаллитах, непосредственно к нему примыкающих. На первой итерации в каждом зерне выбирается система скольжения, которая ориентирована наиболее благоприятно относительно приложенной к кристаллиту скорости макродеформации. Критерием выбора систем скольжения на второй и последующих итерациях служит условие наилучшей аккомодации несоответствия между скоростью деформации зерна и средней скоростью деформации его непосредственного окружения. При этом пяти итераций достаточно для завершения итерационной процедуры. В результате определяются действующие системы скольжения и скорости сдвига по ним, что позволяет на каждом шаге рассчитать поворот кристаллической решетки зерна, тем самым моделируя его переориентацию в процессе деформации.

Оказалось, что несмотря на неоднородность деформации, присущую данной модели, предсказываемая текстура прокатки близка тейлоровской, причем по некоторым компонентам текстуры наши результаты несколько лучше согласуются с экспериментом. Если же рассмотреть зерна, имеющие одинаковые начальные ориентации, но различное окружение, то их переориентация происходит по существенно различным траекториям. В случае деформации сжатием среди траекторий, прогнозируемых для начальных ориентаций А и В, можно найти близкие к полученным при моделировании как по Тейлору, так и по Заксу, то есть разброс траекторий оси сжатия качественно соответствует тому, который можно видеть на рис. 4. Таким образом, предложенная модель, воспроизводя механизм пластической аккомодации зерна по отношению к его окружению, демонстрирует существенное влияние локального окружения на поворот решетки зерна, которое качественно согласуется с экспериментом

В четвертой главе суммированы результаты исследований фрагментации и формирования локальной текстуры, относящиеся к значительно более широкому интервалу деформаций, чем в предыдущих двух главах. Эти результаты получены с помощью ПЭМ на базе изучения двух сталей, подвергнутых деформации волочением: углеродистой стали со структурой тонкопластинчатого перлита (далее «перлит») и малоуглеродистой ферритной стали. Тот факт, что при осесимметричной вытяжке ОЦК металла формируется однокомпонентная текстура с единственной устойчивой ориентацией $\langle 110 \rangle$, имеет большое методическое значение для количественного исследования закономерностей фрагментации с помощью ПЭМ в связи с высокой локальностью этого метода.

В характере эволюции разориентированной структуры двух изученных сталей наблюдаются определенные различия. Так, в ферритной стали, как обычно в однофазных материалах, фрагментация охватывает объем исходных зерен постепенно. Например, доля объема, занятого фрагментированной структурой, составляет $\sim 30\%$ и 90% при деформациях ~ 0.27 и 1 , соответственно. В отличие от этого, процесс фрагментации перлита (точнее, ферритной составляющей перлитных колоний) сразу распространяется практически на весь объем перлитных колоний, причем фрагментированная структура наследует морфологию ламелярной структуры перлита (рис. 5а). Кроме того, рост разориентировок происходит значительно быстрее, чем в ферритной стали. Например, при $\varepsilon = 1$ средняя разориентировка в перлите выше примерно в 4 раза. Максимальная разориентировка в перлите при этой деформации составила 36° , а в феррите – 7.2° . Основная причина этих различий, очевидно связана с наличием внутренних барьеров для скольжения (цементитных прослоек), которые затрудняют сдвиги поперек ферритных ламелей, что не только провоцирует возникновение несовместности деформации соседних ламелей, но и повышает роль аккомодационных поворотов решетки.

В то же время, несмотря на различие в интенсивности фрагментации перлитной и ферритной сталей, в формировании их кристаллографической текстуры (как макроскопической, так и локальной) обнаруживаются общие закономерности, имеющие, по нашему мнению, фундаментальное значение для понимания механизма текстурообразования. Изученные кристаллиты (колонии в перлитной стали либо зерна в ферритной стали) можно разделить на два типа исходя из особенностей их микротекстуры. Колонии/зерна типа 1 в среднем имеют ориентацию, близкую к устойчивой ориентировке $\langle 110 \rangle$, и отличаются относительно небольшим разбросом ориентировок оси деформации. В отличие от них, ориентация кристаллитов типа 2 в среднем значительно отклонена от $\langle 110 \rangle$, и ориентационная неоднородность таких колоний/зерен намного сильнее. В качестве примера на рис. 5б показаны результаты анализа микротекстуры перлита после деформации $\varepsilon = 2$. Уровень разориентировок в кристаллитах типа 2 выше, чем в кристаллитах типа 1, – в основном за счет горизонтальной составляющей разориентировок.

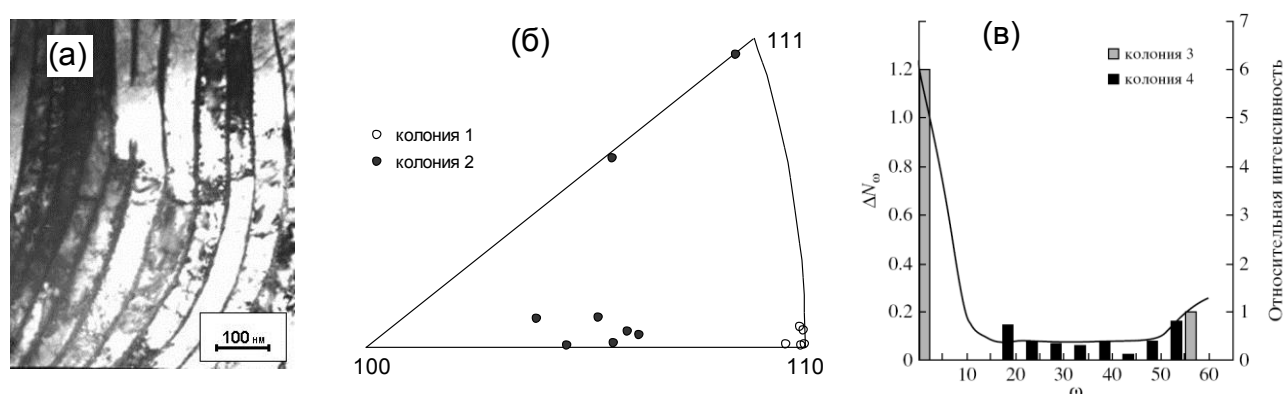


Рис. 5. Кристаллографический анализ перлитной стали после деформации $\varepsilon = 2$: а – типичная микроструктура; б – распределения ориентировок оси деформации в отдельных микрообластях колоний типа 1 и 2; в – распределение направлений $\langle 110 \rangle$ в исследованных микрообластях по углу отклонения ω от оси деформации (линией показано распределение относительной интенсивности рентгеновского отражения $\{110\}$, полученное из анализа макротекстуры).

Наряду с исследованием особенностей формирования микротекстуры, был проведен анализ распределения ориентаций, отвечающего макротекстуре перлитной и ферритной сталей. Оказалось, что данная текстура – сложнее, чем ее представляют обычно: фактически, она является двухкомпонентной. Первая компонента – это аксиальная текстура $\langle 110 \rangle$, которую можно описать, представляя распределение вероятности угла отклонения оси типа $\langle 110 \rangle$ от оси деформации с помощью функции Гаусса. Эта «регулярная» компонента практически идеально описывает распределение полюсной плотности вблизи текстурных максимумов. Однако, в отличие от данного описания, эксперимент выявляет также значительную интенсивность в области рассеяния текстуры. На рис. 5в, где распределение интенсивности рентгеновского отражения $\{110\}$ представлено как функция отклонения от оси деформации ω , этой области рассеяния соответствует угловой интервал $\omega \sim 20...50^\circ$. Для того, чтобы описать наблюдаемое распределение ориентаций, в дополнение к регулярной компоненте необходимо ввести вторую, «хаотическую» компоненту. Было показано, что во всем исследованном интервале степеней деформации текстура хорошо описывается с помощью суперпозицией этих двух составляющих. При этом даже при больших деформациях вклад хаотической компоненты остается значительным: он равен $\sim 50\%$ для $\varepsilon = 1$ и $\sim 30\%$ для $\varepsilon = 2$.

Сопоставление результатов анализа микро- и макротекстуры (на примере перлита оно продемонстрировано на рис. 5в) показывает наличие соответствия между двумя компонентами макротекстуры, с одной стороны, и наблюдением колоний/зерен двух типов в структуре деформированных сталей. Видно, что регулярная компонента макротекстуры формируется кристаллитами типа 1, ориентировки которых близки к устойчивой ориентировке $\langle 110 \rangle$, а хаотическая компонента – кристаллитами типа 2, которые более сильно отклонены от текстурного максимума и сильнее фрагментированы. Таким образом, характерные особенности макроскопической текстуры определяются особенностями развития текстуры на мезомасштабе, т.е. на уровне фрагментирующихся кристаллитов.

Механизм формирования такой текстуры находит объяснение в рамках развитого в предыдущих главах общего подхода, согласно которому поворот и фрагментация кристаллита существенно зависят от его локального окружения, то есть от переориентации и формоизменения соседних кристаллитов. В данном конкретном случае на эволюцию локальной текстуры влияет специфическая особенность деформации кристаллитов типа 1, имеющих близкие к $\langle 110 \rangle$ ориентировки. Известно [5], что вместо осесимметричной деформации, которая бы соответствовала формоизменению образца при волочении, они испытывают плоскую деформацию и, одновременно, изгиб, обеспечивающий их взаимную подстройку (следствием такого изгиба является искривление перлитных ламелей, которое можно видеть на рис. 5а). Кристаллиты типа 2 с ориентировками, удаленными от $\langle 110 \rangle$, вынуждены подстраиваться к такому неоднородному деформированию. Это происходит за счет фрагментации, являющейся одним из основных каналов пластической аккомодации. В результате, кристаллиты типа 2 будут формировать хаотическую компоненту текстуры, поскольку ориентация отдельного фрагмента может оказаться далеко от устойчивой по отношению к осесимметричной макродеформации, являясь, однако, локально устойчивой в конкретном окружении. В то же время, в ходе продолжающейся деформации некоторые фрагменты могут переориентироваться в

направлении к $\langle 110 \rangle$, обеспечивая постепенный рост интенсивности текстурного максимума вокруг устойчивой ориентировки.

В последних разделах главы дан более подробный анализ межламелярных разориентировок. Изучены также особенности морфологии ламелярной структуры перлита; в частности, показано, что возникающая ориентационная неоднородность колоний перлита вкупе с образованием текстуры $\langle 110 \rangle$ приводит к неоднородному утонению ламелей в ходе деформации, что порождает большой разброс ламелей по толщине даже внутри отдельной колонии. Поскольку модели упрочнения перлитной стали не учитывали эффект фрагментации, эти результаты, помимо научного интереса, имеют значение для правильного описания деформационного упрочнения пластинчатого перлита: в оценках упрочнения необходимо учитывать, что при $\varepsilon > 1$ разориентации между многими соседними ламелями становятся большеугловыми. Следует отметить, что внутриламелярная фрагментация также имеет место, но уровень разориентировок существенно ниже, чем на межламелярных границах. Согласно результатам проведенного анализа, большинство границ между соседними ламелями при $\varepsilon = 1$ являются границами наклона. Так, для 80% границ угол между направлением вектора разориентации и нормалью к плоскости залегания границы попадает в интервал от 80° до 90° . Кроме того, анализ разориентировок между несоприкасающимися ламелями показал, что при деформациях $\varepsilon \geq 1$ вектора разориентации скомпенсированы, так что в масштабе колонии развороты не накапливаются. Первую из указанных особенностей разориентировок можно объяснить, предположив, что в перлите относительно слабо стеснены компоненты тензора деформации, производящие сдвиги, параллельные большим плоскостям ламелей (иначе говоря, параллельные прослойкам цементита). В этом случае различие деформаций соседних ламелей создает между ними разориентацию, ось которой лежит в плоскости границы. Флуктуации деформации в отдельных ламелях должны в целом по колонии компенсироваться, обуславливая вторую особенность – самокомпенсацию разворотов кристаллической решетки. Следует подчеркнуть, что доминирование составляющей наклона у большеугловых границ фрагментов и самокомпенсация разориентировок в мезообъемах характерны вообще для фрагментации различных материалов, в том числе, однофазных. В перлите такой характер разориентировок выражен особенно сильно, по-видимому, из-за наличия ламелярной структуры и цементитных прослоек между ферритными ламелями.

Пятая глава посвящена проблемам рентгеновской тензометрии, которые связаны со внутренними напряжениями, возникающими при деформации в масштабе элементов микроструктуры. Исследование проводилось на холоднотянутой перлитной стали, структура которой описана в главе 4. Интерес к данной теме обусловлен, среди прочего, той важной ролью, которую, как было показано в главе 1, внутренние напряжения играют в процессе фрагментации и текстурообразования. Кроме того, учет структурных напряжений необходим для решения задач практической тензометрии, в частности, для оценки остаточных макронапряжений в материалах с острой кристаллографической текстурой.

Традиционный $\sin^2\psi$ -метод, используемый при оценке остаточных напряжений с помощью рентгеновской или нейтронной дифрактометрии, основан на линейной зависимости между межплоскостным расстоянием d_{hkl} и величиной $\sin^2\psi$, где ψ - угол между отражающими плоскостями и поверхностью образца. Однако при наличии кристаллографической текстуры линейность нарушается, что понижает точность $\sin^2\psi$ -метода или делает его ис-

пользование вообще невозможным. Основной причиной нелинейности являются ориентационно-зависимые структурные напряжения, обусловленные различием пластической деформации различно ориентированных кристаллитов – зерен на ранней стадии деформации и фрагментов на поздних стадиях (мезонапряжения). Заметим, что такие внутренние напряжения возникают при деформации всегда, вне зависимости от наличия или отсутствия текстуры, однако в бестекстурном материале их влияние на форму зависимости d_{hkl} от $\sin^2\psi$ нивелируется за счет усреднения по кристаллитам, участвующим в отражении при данном ψ . Следует также отметить, что предположение о важной роли пластической анизотропии кристаллитов в появлении нелинейностей высказывалось в литературе и раньше, однако в нашей работе это впервые было доказано, и мезонапряжения были определены для перлитной стали, подвергнутой волочению.

Для определения тензора мезонапряжений в случае осесимметричной деформации ОЦК металла была предложена модель, основанная на анализе особенностей деформации кристалла, ориентированного направлением $\langle 110 \rangle$ вдоль оси вытяжки. Если бы такой кристалл деформировался свободно (то есть не испытывал бы стеснения со стороны окружающего материала) за счет действия максимально нагруженных систем скольжения, то его поперечное сечение утонялось бы в направлении $[001]$ при сохранении размера вдоль направления $[1\bar{1}0]$ (рис. 6а). Однако, будучи элементом структуры поликристалла, он должен испытывать реакцию со стороны своего окружения, вынуждающую подстраиваться под осесимметричное в среднем формоизменение образца.

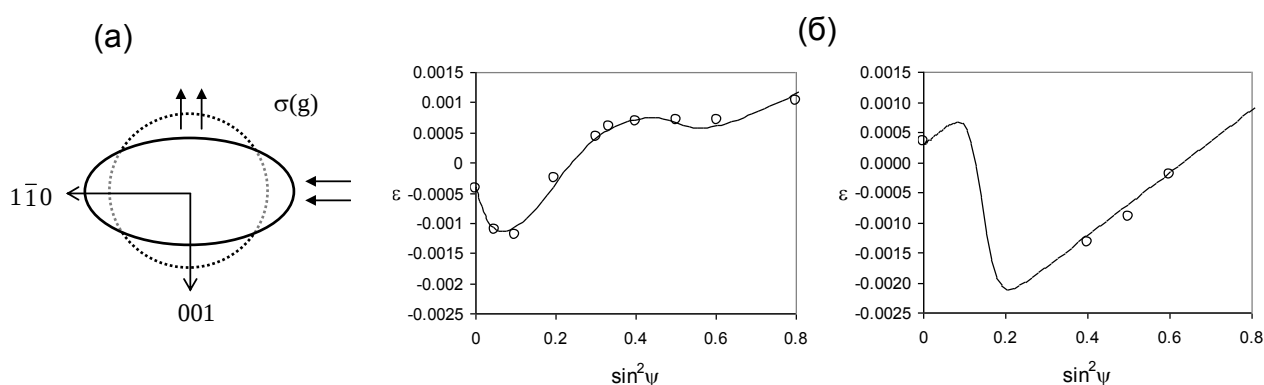


Рис. 6. Влияние остаточных мезонапряжений на зависимость межплоскостного расстояния d_{hkl} от $\sin^2\psi$ в стали, деформированной волочением. (а) – Схема напряженного состояния в поперечном сечении кристалла, ориентированного осью $[110]$ вдоль оси деформации. (б) – Зависимости относительного изменения $\epsilon = \delta d / d_0$ величин d_{211} и d_{200} от $\sin^2\psi$, где ψ - угол наклона отражающих плоскостей относительно поверхности образца (ось наклона перпендикулярна оси деформации): символы – эксперимент [6], линия – теория.

Возникающие при этом реактивные мезонапряжения σ_{mez} складываются из равных по величине растяжения вдоль $[001]$ и сжатия вдоль $[1\bar{1}0]$ (рис. 6а). В случае острой текстуры вклад кристаллитов, существенно отклоненных от $\langle 110 \rangle$, незначителен, а потому тензор σ_{mez} в первом приближении можно считать постоянным в кристаллическом базисе. Для его определения необходимо найти только величину параметра σ_{mez} , характеризующего уровень мезонапряжений. Считая, что упругая деформация кристаллической решетки определяется ме-

зонапряжениями и остаточными макронапряжениями, и зная текстуру образца, можно рассчитать теоретическую зависимость d_{hkl} от $\sin^2\psi$. При этом оказывается, что величина макронапряжения определяет средний наклон данной зависимости, а величина мезонапряжения – степень ее нелинейности, что позволяет однозначно оценить обе искомые величины исходя из наилучшего согласия рассчитанной зависимости с экспериментом. Для того, чтобы протестировать предложенный метод, мы воспользовались экспериментальными данными Виллемса с соавторами [6]. Было показано, что теоретические зависимости согласуются с экспериментом. На рис. 6б в качестве примера приведены результаты для отражений от плоскостей {211} и {200}; в обоих случаях теоретические зависимости получены при уровне мезонапряжений $\sigma_{mez} = 230$ МПа и осевом макронапряжении 500 МПа.

В предложенной модели мезомасштабных напряжений предполагается, что все кристаллиты испытывают под действием внешнего напряжения деформацию, свойственную кристаллам, ориентированным осью $\langle 110 \rangle$ вдоль оси деформации. Чтобы проверить, насколько это упрощение влияет на результаты моделирования зависимостей d_{hkl} от $\sin^2\psi$, расчеты были проведены также с помощью более строгой микромеханической модели, базирующейся на критерии минимальной несовместности (глава 3), в рамках тейлоровского подхода при условии полного стеснения. Оказалось, что две модели дают близкие результаты. При этом важно отметить, что количественное согласие предсказаний микромеханической модели с экспериментом достигается при уровне внутренних мезонапряжений, примерно втрое меньшем, чем тот, который соответствует условиям полного стеснения. Данный результат подтверждает, что условия деформации отдельных кристаллитов являются значительно менее стесненными, чем это предполагается в модели полного стеснения.

Разработанная методика была затем использована для исследования остаточных напряжений в стальной проволоке ($\varepsilon = 2$). Холоднотянутая проволока имеет широкое применение, например, в качестве канатов для подвесных мостов, пружин и арматуры строительных конструкций. Поскольку трещины, рост которых приводит к разрушению, зарождаются как правило на поверхности проволоки, важен характер остаточных напряжений в поверхностном слое. Было показано, что мезонапряжения практически постоянны на уровне несколько ниже 100 МПа всюду по сечению проволоки за исключением приповерхностного слоя толщиной около 0.1 мм, в котором наблюдается их резкое повышение до ~ 150 МПа. В этом же приповерхностном слое наблюдается пик растягивающих осевых макронапряжений, которые достигают максимума (~ 500 МПа) на глубине 0.04 мм. Повышенный уровень структурных мезонапряжений указывает на существование вблизи поверхности локально упрочненного слоя, что согласуется с данными анализа неоднородности текстуры. Возникновение пика растягивающих макронапряжений объясняется, по-видимому, тем, что на относительно ранних этапах волочения поверхностный слой испытывает ускоренное упрочнение, и в дальнейшем для его деформирования требуются более высокие напряжения, чем для деформирования внутренних слоев.

Проведенный анализ остаточных макронапряжений являлся бы достаточным для однофазного материала, однако в случае перлита полученные оценки могут содержать неточность, причина которой – напряжения, обусловленные композитной гетерофазной структурой перлита: так называемые *межфазные напряжения* (микронапряжения). Действительно, пластическое взаимодействие относительно мягкого феррита и более прочного цемента

приводит к тому, что в феррите создаются сжимающие напряжения, уравновешенные растягивающими напряжениями в цементите. Поскольку эти межфазные напряжения соосны с макронапряжениями, в обычном эксперименте они не могут быть отделены от последних. Для того, чтобы определить межфазные напряжения, потребовалось провести исследования, описанные в последнем разделе главы 5.

Из проволок с разными степенями деформации были приготовлены образцы в форме пластин. Эксперимент был поставлен так, что в объеме, облучаемом рентгеновским пучком осевые напряжения уравнивались, то есть среднее по объему осевое макронапряжение было равно нулю. Таким образом, мы получали информацию о мезонапряжениях и о межфазных напряжениях в ферритной фазе (далее рассматриваются межфазные напряжения в направлении оси деформации). Была исследована их эволюция в зависимости от степени деформации проволоки. На рис. 7 видно, что при минимальной из изученных деформаций ($\varepsilon = 0.27$) мы имеем относительно большие сжимающие межфазные напряжения ~ 300 МПа. С ростом деформации до $\varepsilon = 1.5$ они постепенно уменьшаются, после чего остаются на уровне ниже 50 МПа. Напряжения, зарегистрированные в настоящей работе при $\varepsilon = 0.27$, сопоставимы с уровнем около -380 МПа, которого, согласно работе Беласселя и др. [7], осевые напряжения достигают при $\varepsilon \approx 0.1$ в результате растяжения образцов тонкопластинчатого перлита. Суммируя полученные нами результаты и данные Беласселя, можно сделать вывод, что с ростом деформации межфазные сжимающие напряжения в феррите сначала возрастают, а затем, начиная с некоторой деформации $\sim 0.1-0.2$, уменьшаются. На рис. 7 межфазные напряжения показаны вместе с характеристикой пластичности – максимальным сужением, ψ , образцов проволоки, испытанных на растяжение. Видно, что после начального падения пластичности величина ψ возрастает в том же интервале деформаций, в котором происходит уменьшение межфазных напряжений.

Чтобы уяснить роль текстуры в наблюдаемом поведении межфазных напряжений и повышении пластичности, был поставлен следующий эксперимент. Образцы перлита ($\varepsilon = 2$), отжигали 4 часа при 400°C . При этих условиях не происходит рекристаллизация, сохраняется ламелярная структура перлита и текстура (морфологическая и кристаллографическая) деформированной проволоки, но, в то же время, такого отжига достаточно для снятия остаточных напряжений. Отожженные образцы затем деформировали растяжением и определяли внутренние напряжения. В отличие от упомянутой выше работы Беласселя, где изучали бестектурный материал, в нашем эксперименте имела место острая текстура деформации. Результаты анализа представлены на рис. 8.

Здесь же приведены данные, полученные Беласселем для перлита со средним межламелярным расстоянием 90 нм, близким к расстоянию ~ 80 нм, наблюдаемому в нашем исследовании при $\varepsilon = 2$. Сравнение показывает, что после отжига восстанавливается характерная зависимость межфазных напряжений от деформации, аналогичная наблюдавшейся в недеформированном перлите. Однако перлит, изученный в работе Беласселя, не имел ни кристаллографической, ни морфологической текстуры. Следовательно, наличие текстуры не оказывает существенного влияния на уровень межфазных напряжений в перлите. Отсюда, в свою очередь, следует, что развитие морфологической и кристаллографической текстуры в процессе волочения само по себе не является причиной наблюдаемого радикального уменьшения межфазных напряжений. Остается предположить, что наблюдаемое снижение уровня внут-

ренных напряжений, а вместе с ним и повышение пластичности, связаны с происходящими в перлите структурными превращениями. Ключевую роль, по-видимому, играют изменения в структуре цементита: дробление пластинок на блоки вследствие возникновения зон локализованной деформации, локальная аморфизация, а также частичная диссоциация цементита и переход атомов углерода в феррит [8-9].

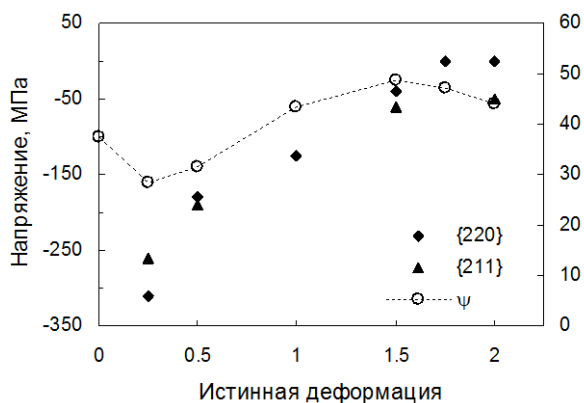


Рис. 7. Межфазные напряжения σ_{ph} в холодно-тянутой проволоке как функция степени деформации. На графике также приведена величина относительного сужения при разрушении, ψ .

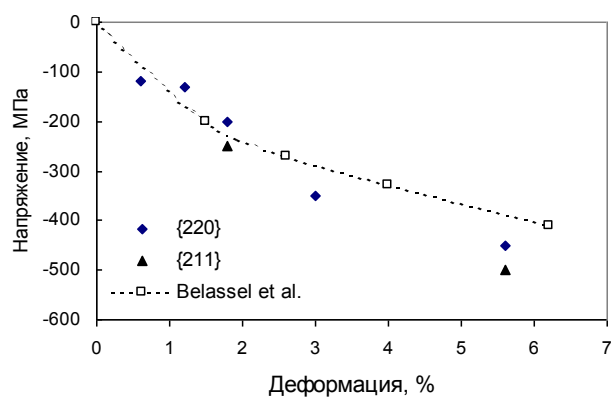


Рис. 8. Эволюция межфазных напряжений σ_{ph} при растяжении после отжига холодно-тянутой проволоки. На графике для сравнения приведены данные, полученные в работе Беласселя с соавторами [7].

Шестая глава посвящена исследованиям эволюции фрагментированной структуры, главным образом, межфрагментных разориентировок, с помощью метода дифракции отраженных электронов (ДОРЭ). В отличие от ПЭМ, этот метод не дает представление о деталях расположения дислокаций и не позволяет визуально различать границы разориентации разных типов. В то же время, ДОРЭ позволяет получать панорамные карты фрагментированной структуры и, что особенно важно, обеспечивает значительно более представительные данные, чем ПЭМ, при изучении кристаллографических характеристик структуры. В главе 6 описаны новые методы анализа данных ДОРЭ, разработка которых потребовалось нам для углубленного изучения структурных превращений, происходящих при деформации, и представлены результаты использования этих методов.

При изучении разориентированных микроструктур возникает необходимость в количественной аттестации и детальном анализе распределений разориентировок. Микроструктура материала как правило включает в себя границы нескольких родов, различающиеся природой своего образования. При этом ансамбль границ каждого рода описывается присущей только ему функцией распределения разориентировок, а линейная суперпозиция этих парциальных распределений определяет полный спектр разориентировок и соответствующую ему функцию распределения:

$$F(\theta) = \sum_i \eta_i F_i(\theta), \quad (8)$$

где η_i – относительный вклад границ i -го рода, а F_i – парциальная функция распределения разориентировок. Для границ тех родов, которые имели место в изучавшихся нами материа-

лах, в диссертации описаны способы генерации их распределений разориентировок с помощью математического моделирования. После того, как парциальные распределения определены, наша задача заключается в том, чтобы подобрать их вклады η_i исходя из наилучшего соответствия между смоделированным распределением и экспериментом.

Предложенный подход показал свою эффективность для исследования различных структурных состояний. Так, в структуре феррито-перлитной стали, образовавшейся при полиморфном фазовом превращении, определена доля кристаллографически обусловленных (межвариантных) границ. Применительно к деформированным состояниям анализ усложняется, поскольку (а) формируются новые границы деформационного происхождения (ДП), (б) существенно изменяются разориентировки на исходных границах зерен и на границах двойников. Впервые такой анализ был использован при исследовании фрагментированной структуры в приконтактной зоне соединения пластин меди, полученного с помощью сварки взрывом. Было, в частности, показано, что около трети границ фрагментов образовались в результате деформационного двойникования, хотя разориентировка на них в большей или меньшей степени отклонена от точной двойниковой разориентировки вследствие деформации, прошедшей после их образования.

В то же время, при изучении процесса фрагментации возникает проблема, которую невозможно решить с помощью описанной выше методики. По мере роста степени деформации в структуре появляются большеугловые границы (БУГ) ДП с разориентировками порядка десятков градусов. Поскольку именно образование и накопление таких границ предопределяет создание УМЗ состояний, исследование их эволюции представляет большой интерес. Однако возникает проблема отделения вклада БУГ ДП в общее распределение разориентировок от вклада исходных границ зерен. Критической она становится в тех случаях, когда общие протяженности БУГ ДП и исходных границ оказываются одного порядка, то есть обычно при деформациях $\sim 1-3$.

Для решения данной проблемы была разработана специальная методика, которая использует следующую характерную особенность эволюции границ ДП. Известно, что переориентация кристаллической решетки протекает неоднородно в масштабе отдельных зерен. При этом в процессе распространения границ ДП по зерну происходит их «ветвление» – по мере роста разориентировки от первичной границы ответвляются малоугловые субграницы с разориентировками $\sim 1-2^\circ$. В результате, такая граница на одних своих сегментах может иметь большеугловую разориентировку, в то время как на других сегментах – малоугловую. Разумеется, вдоль исходных границ разориентировка также варьируется в деформированном материале, однако обычно по всей длине границы она остается большеугловой. Именно это различие сделало возможным разделение вкладов границ ДП и границ исходных зерен посредством специальной процедуры, использующей средства компьютерной обработки ориентационных карт (мы использовали пакет MTEX, работающий в среде MatLab).

С помощью данного метода была исследована эволюция распределения разориентировок границ ДП при сжатии меди и железа, а также при двухосном сжатии железа (поочередное сжатие вдоль двух взаимно перпендикулярных осей с истинной деформацией 0.5 за проход). Примеры полученных распределений показаны на рис. 9 (гистограммы представлены здесь в форме графиков; при этом дополнительно приведены увеличенные изображения большеуглового интервала). Оказалось, что в меди, деформированной сжатием при комнат-

ной температуре и при 150° , доля БУГ ДП при обеих температурах увеличивается примерно на порядок в диапазоне деформаций от 1 до 1.8. При этом повышение температуры деформации не оказывает существенного влияния на процесс эволюции границ ДП. Аналогично, повышение температуры деформации от комнатной до 400°C слабо влияет на фрагментацию армко-железа. В то же время, эволюция разориентированной структуры в процессе двухосного сжатия протекает иначе, чем при одноосном сжатии. Так, увеличение доли БУГ ДП происходит намного медленнее: даже при накопленной деформации $\varepsilon = 5$ эта доля меньше, чем после одноосного сжатия до $\varepsilon \sim 2$.

Полученные распределения углов разориентировки границ ДП были проанализированы в рамках подхода, основанного на представлении распределения разориентировок в виде суперпозиции парциальных распределений. Было показано, что в малоугловом диапазоне (до $\sim 20^\circ$) общее распределение представляет собой сумму двух парциальных распределений f_1 и f_2 (рис. 9), которые соответствуют распределениям разориентировок «случайных дислокационных границ» и «геометрически необходимых границ», ранее установленным с помощью ПЭМ в работах Хансена и Хьюз для степеней деформации $\varepsilon < 1$ [10]; для аппроксимации экспериментальных данных использовали гамма-распределение.

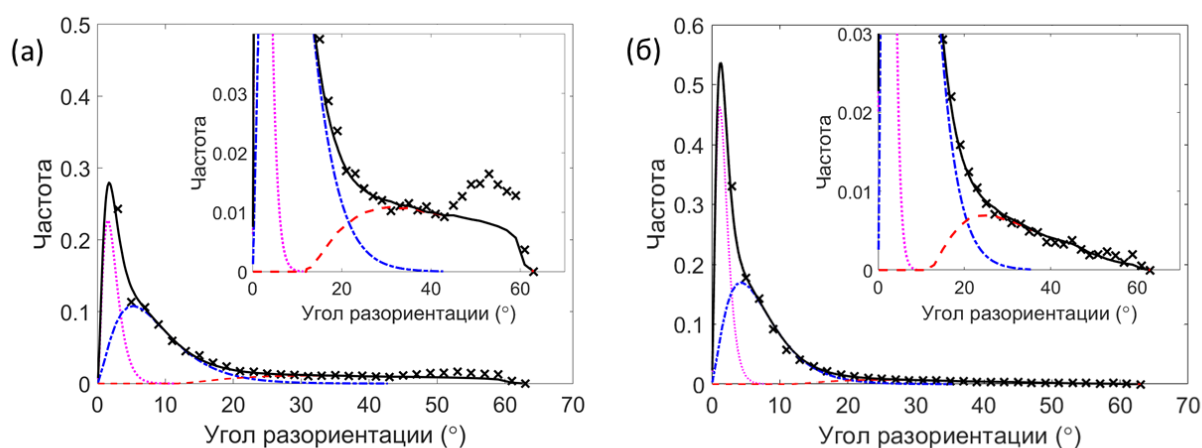


Рис. 9. Распределения углов разориентировки границ ДП (крестики) в меди, деформированной одноосным сжатием на $\varepsilon = 1.8$ (а) и железе, деформированном двухосным сжатием на $\varepsilon = 5$ (б), и их описание посредством суперпозиции парциальных распределений f_1 (пурпурные линии), f_2 (синие линии) и f_3 (красные линии). Черные линии изображают суммарное распределение.

Оказалось, что парциальное распределение f_2 мало изменяется с ростом степени деформации при $\varepsilon > 1$. Так, средний угол разориентации θ_2 образующих его границ увеличивается всего лишь на $\sim 2^\circ$ в интервале деформации от 1 до ~ 2 . В то же время, в этом интервале деформаций быстро растет общая протяженность и углы разориентировки БУГ ДП, выходящих за пределы распределения f_2 . Для их описания было введено третье парциальное распределение f_3 (красные линии на рис. 9). Угол разориентировки составляющих его границ представляется как $\theta = \theta_c + \delta\theta$, где θ_c – константа, а приращение $\delta\theta$ удовлетворяет гамма-распределению. Тем самым, мы полагаем, что межфрагментная граница покидает распределение f_2 и переходит в f_3 , когда ее разориентировка начинает быстро возрастать после дости-

жения некоторого критического угла θ_c . С экспериментальными данными согласуется значение параметра $\theta_c = 12^\circ$, а средний угол разориентации θ_3 границ, составляющих распределение f_3 , увеличивается с ростом деформации от 1 до ~2 примерно на 15° и достигает уровня около 40° .

Механизм образования парциального распределения f_3 состоит, предположительно, в следующем. Различия в активации систем скольжения по обе стороны от границ, составляющих распределение f_2 , относительно невелики: они связаны с флуктуациями загрузки в рамках одного и того же набора систем скольжения [11]. Когда же расхождение ориентаций кристаллической решетки соседних фрагментов достигает некоторого критического значения, в этих фрагментах могут быть активированы существенно различные комбинации систем скольжения. В этот момент меняется характер эволюции границы: разориентация на границе, ранее связанной с распределением f_2 , начинает ускоренно возрастать, в результате чего эта граница переходит в распределение f_3 . Естественно, величина критической разориентировки, необходимой для этого перехода, зависит от конкретных ориентаций фрагментов. Поэтому параметр θ_c определяет некоторое эффективное среднее значение критического угла.

Распределение f_3 хорошо описывает эксперимент при углах разориентировки менее $\sim 40^\circ$, однако в угловом интервале $40\text{--}60^\circ$ в некоторых случаях имеет место расхождение с экспериментом: появляется дополнительный большеугловой пик, что можно видеть, например, на рис. 9а. Высказано предположение о связи этого дополнительного пика с наличием в материале полос локализованного сдвига и поворота. Отсутствие расхождения с экспериментом в случае двухосного сжатия (рис. 9б) может быть обусловлено изменением пути деформирования после каждого прохода: такой характер деформации приводит к частичному разрушению и перестроению деформационной структуры, возникшей на предыдущем проходе, в результате чего развороты в полосах не накапливаются.

Наряду с образованием границ ДП, в процессе деформации трансформируются исходные межзеренные границы, в частности, изменяется их разориентировка (глава 1). Особый интерес в этой связи представляют специальные границы, прежде всего, границы двойников. В этом случае, благодаря известной исходной разориентировке, появляется возможность определить абсолютные развороты, наведенные деформацией на границе. Таким образом, границы двойников можно использовать в качестве кристаллографических реперов, например, для оценки локальной деформации.

С учетом этих возможностей, было проведено исследование эволюции разориентировок на границах двойников отжига в аустенитной стали SS304, которую деформировали сжатием при температуре 850°C на 30% и 50% (истинная деформация равна, соответственно, 0.36 и 0.7). При деформации существенно изменяются как угол, так и направление оси разориентации, поэтому в качестве характеристики использовали полное угловое отклонение от исходной двойниковой разориентации, $\Delta\theta_\varepsilon$. Уже при $\varepsilon = 0.36$ отклонение $\Delta\theta_\varepsilon$ выходит за пределы интервала Брэндона на многих участках двойниковых границ; при увеличении деформации до $\varepsilon = 0.7$ доля таких участков значительно возрастает. В качестве примера на рис. 10а показана область, содержащая двойник отжига, после деформации 0.7, а на рис. 10б – распределение углового отклонения $\Delta\theta_\varepsilon$ на границах этого двойника в зависимости от координаты, измеряемой вдоль отрезка GG'.

Дополнительная разориентировка $\Delta\theta_\varepsilon$, наведенная деформацией, может сильно различаться на разных границах и даже на разных участках одной границы. Чтобы получить статистически представительные данные, были проанализированы большие наборы двойниковых границ (40 границ в каждом из двух состояний образца), вдоль которых от стыка до стыка с шагом около 1 мкм определяли отклонение $\Delta\theta_\varepsilon$. Полученные распределения имеют следующие характеристики: наиболее вероятное угловое отклонение от двойниковой разориентировки равно $\sim 9^\circ$ и 13° , а максимальное отклонение – $\sim 36^\circ$ и 45° для $\varepsilon = 0.36$ и 0.7 , соответственно (в качестве примера, на рис. 10в показано распределение отклонений $\Delta\theta_\varepsilon$ для $\varepsilon = 0.7$). Чтобы прояснить взаимосвязь эволюции разориентировок на границах двойников отжига с пластической деформацией и поворотами зерен, на основе теории Тейлора было проведено моделирование деформации поликристалла с двойниковыми границами (распределение отклонений, полученное в результате моделирования, также представлено на рис. 9в). Характер теоретического распределения качественно согласуется с экспериментом, а количественные различия могут быть обусловлены ориентационной неоднородностью деформированных зерен. Таким образом, наведенные деформацией разориентировки, действительно, определяются поворотами зерен, которые, в свою очередь, пропорциональны степени деформации. Из этого, в частности, вытекает возможность использовать установленную связь между угловым отклонением $\Delta\theta_\varepsilon$ и деформацией для оценки локальной деформации.

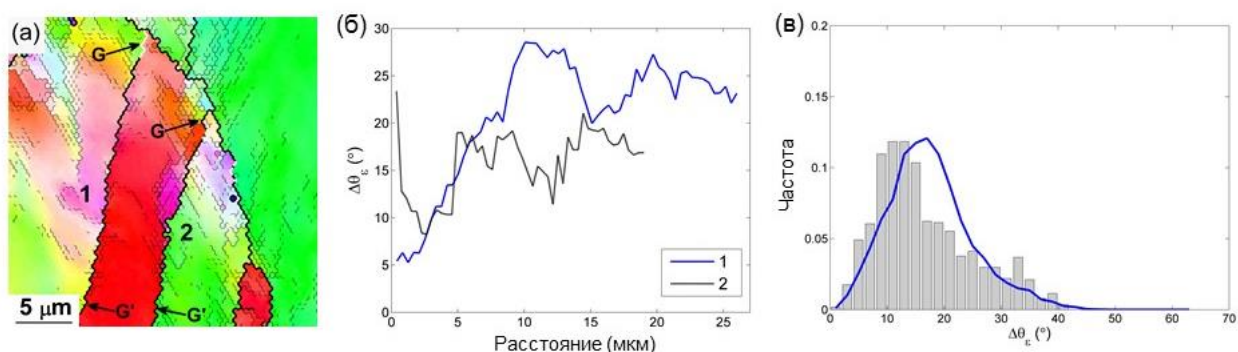


Рис. 10. Эволюция разориентировки на границах двойника отжига в аустенитной стали при сжатии.

а – границы двойников отжига после деформации $\varepsilon = 0.7$ (на ориентационной карте черные тонкие линии: $3^\circ < \theta < 15^\circ$; черные толстые линии: $\theta > 15^\circ$; белые линии: двойниковые границы согласно критерию Брэндона);

б – угловое отклонение от двойниковой разориентировки, $\Delta\theta_\varepsilon$, как функция расстояния от точки G вдоль отрезка GG' для границ 1 и 2 на рис. 9а ;

в – распределения измеренных (гистограммы) и рассчитанных по Тейлору (линии) разориентировок, наведенных деформацией на исходно двойниковых границах при $\varepsilon = 0.7$.

Данная связь была использована в исследованиях двойникового деформирования в меди и алюминии при сверхвысоких скоростях деформации. Выше упоминалась существенная роль двойников деформации в формировании структуры узкой зоны контакта при сварке взрывом, однако на таком неоднородном по своему строению объекте, каким является зона контакта, сложно проанализировать процесс двойникового деформирования. Исследования, представленные в диссертации, проводились на базе динамического канально-углового прессования (ДКУП). Этот способ

деформации, разработанный в Российском федеральном ядерном центре (ВНИИТФ) представляет собой высокоскоростной (10^4 - 10^5 с $^{-1}$) вариант равно-канального углового прессования. Исследовали технически чистые медь и алюминий.

Было показано, что измельчение структуры меди при ДКУП в значительной степени связано с деформационным двойникованием, благодаря которому уже после первого прохода в материал вводятся большеугловые границы, общая протяженность которых сопоставима с протяженностью исходных границ зерен. Двойники деформации в меди преимущественно имеют вид мезополос шириной ~ 1 мкм. Морфологически они могут мало отличаться от двойников отжига, искаженных деформацией. Однако анализ углового отклонения от точной двойниковой разориентировки помогает провести различие однозначно: на границах двойников деформации это отклонение в основном не превышало 5° , тогда как на границах двойников отжига оно составляло ~ 15 - 20° . С учетом результатов, полученных на аустенитной стали, такое отклонение соответствует истинной деформации ~ 1 , что согласуется со степенью деформации за один проход ДКУП. Нельзя, однако, исключить вероятность того, что и эти двойники имеют деформационное происхождение, но образовались на ранней стадии деформации.

Двойникование в процессе ДКУП наблюдается не только в меди, но даже в таком металле с высокой энергией дефекта упаковки, как алюминий. На рис. 11 представлена микроструктура крупнозернистого алюминия после одного прохода ДКУП. Помимо ориентационной неоднородности, связанной с формированием дислокационной субструктуры, на карте присутствуют специфические мезополосы (их толщина варьируется от ~ 3 до 20 мкм), сильно разориентированные относительно матрицы.

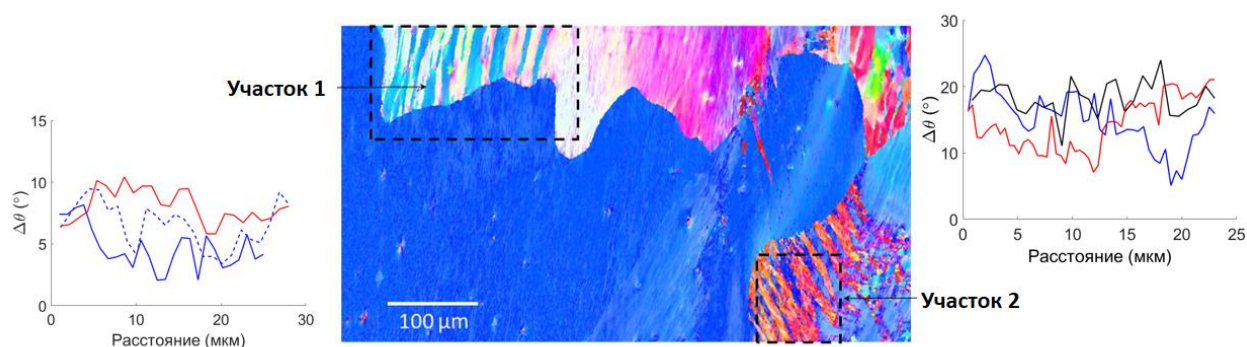


Рис. 11. Ориентационная карта микроструктуры алюминия в сечении, перпендикулярном оси прессования, после одного прохода ДКУП, и распределения углового отклонения от двойниковой разориентировки вдоль некоторых границ мезополос на участках 1 и 2.

На границах мезополос, расположенных на отмеченных прямоугольниками участках 1 и 2, были определены отклонения от точной двойниковой разориентировки. На рис. 11 приведены распределения угловых отклонений $\Delta\theta_\epsilon$ вдоль трех границ для каждого из участков, полученные как это было описано выше применительно к меди. Для мезополос участка 1 отклонение варьируется в пределах от 2 до 10° ; средняя величина $\sim 6^\circ$. Морфология полос подобна морфологии «макроскопических двойников», наблюдавшихся в монокристалле алюминия после высокоскоростной сдвиговой деформации [12], а небольшие отклонения от двойниковой разориентировки могут быть вызваны деформацией, прошедшей после образо-

вания двойника. По сравнению с этими полосами, мезополосы второго семейства (участок 2) отличаются большей фрагментацией и фасетированными внешними границами. Кроме того, разориентировки на их границах значительно больше отклонены от точной двойниковой разориентировки. Тем не менее, с учетом величины углового отклонения и внутренней структуры этих мезополос было высказано предположение, что они также, как и расположенные на участке 1, имеют двойниковое происхождение, но образовались на ранней стадии деформации. Тогда на обоих участках мы имеем дело с двойниками, а факт их образования на разных стадиях очевидно связан с ориентационной зависимостью двойникования. Если начальная ориентация зерна предпочтительна для двойникования, то оно активируется на ранней стадии деформации. В других зернах двойникование может активироваться позднее, если в результате поворота кристаллической решетки они такую ориентацию обретут в процессе деформации.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Предложена модель фрагментации при деформации металлов. Анализ кинетики накопления дислокаций на межзеренных границах показывает, что различие тензоров деформации сопрягающихся кристаллитов приводит к образованию мезомасштабных дефектов – стыковых дисклинаций. При этом в стыках и изломах границ возникают линейные источники напряжений ротационного типа, а плоские участки (фасетки) границ становятся планарными источниками напряжений. Пластическая релаксация напряжений от планарных источников происходит за счет аккомодационного скольжения, по-разному вблизи разных фасеток границы, причем для релаксации напряжений достаточно действия трех аккомодационных систем скольжения в сумме для обоих сопрягающихся зерен вблизи каждой фасетки. Релаксация напряжений от линейных источников ротационного типа возможна за счет образования оборванных дислокационных границ (частичных дисклинаций). Следствием этих аккомодационных процессов является неоднородный поворот кристаллической решетки зерен и, как результат, их фрагментация.

2. Сформулирована модель текстурообразования при деформации фрагментирующегося металла. Предложено приближение идеальной аккомодации, позволяющее определить поворот решетки микрообласти, прилегающей к межзеренной границе, зная только пространственную ориентацию границы и максимально нагруженные внешним напряжением системы скольжения в данной области. Рассчитанная с помощью приближения идеальной аккомодации текстура прокатки поликристалла с ГЦК решеткой качественно согласуется с текстурой, характерной для ГЦК металлов с высокой и средней энергией дефекта упаковки. Зависимость поворота фрагмента от пространственной ориентации границы, к которой фрагмент прилегает, позволяет объяснить рассеяние текстуры деформации.

3. С помощью локальной рентгеновской дифрактометрии показано, что в поликристалле алюминия, деформированном прокаткой на 5%, в приграничной зоне ориентация кристаллической решетки расщепляется, при этом в согласии с предсказанием теории развороты решетки однородны вблизи плоского участка межзеренной границы, но различаются вблизи разных участков этой границы. По мере удаления зондирующего пучка от границы зерна,

расщепление как правило исчезает, что подтверждает гипотезу о зарождении фрагментированной структуры в приграничных областях.

4. В поликристалле алюминия, деформированном в условиях растяжения непосредственно на дифрактометре, траектории переориентации как в центрах зерен, так и в приграничных областях отклоняются от траекторий, соответствующих скольжению только по первичной системе скольжения. Сопоставление с результатами компьютерного моделирования показывает, что эти отклонения определяются постепенным переходом от одиночного скольжения на начальной стадии (при $\varepsilon < 2\%$) к множественному скольжению на последующих стадиях. Когда же деформация происходила в условиях ослабленного стеснения зерен, характерная для растяжения ГЦК металлов переориентация зерен не наблюдалась. Наблюдающаяся в этом случае осцилляция траектории поворота около начальной ориентации зерна, а также пониженный уровень фрагментации позволяют предположить, что для обеспечения совместности деформаций и поворотов зерен в таких условиях достаточно попеременной активации разных систем скольжения.

5. Разработана методика расчета функции распределения ориентировок в микрообъемах изучаемого материала, позволяющая проводить количественный анализ микротекстуры отдельных зерен. Изучение эволюции текстуры в процессе сжатия поликристалла алюминия позволяет сделать вывод о том, что локальное окружение зерна существенно влияет на траекторию его переориентации.

6. В процессе волочения углеродистой стали происходит интенсивная фрагментация ферритной фазы, наследующая морфологию ламелярной структуры перлита. Колонии деформированного перлита можно разделить на два типа. Микротекстура колоний первого типа сосредоточена вблизи текстурного максимума $\langle 110 \rangle$, а оси разориентации фрагментов преимущественно параллельны оси деформации. Колонии второго типа фрагментированы значительно сильнее, главным образом за счет увеличения составляющей разворота, перпендикулярной оси деформации. В них только отдельные фрагменты переориентируются к макроскопически устойчивой ориентировке $\langle 110 \rangle$, тогда как другие могут сохранять неустойчивую ориентацию, которая оказывается микроскопически устойчивой в их локальном окружении.

7. Согласно данным рентгеновского анализа, в макроскопической текстуре наряду с формированием аксиальной компоненты $\langle 110 \rangle$ до степени деформации $\varepsilon = 2$ сохраняется хаотическая компонента. Сопоставление результатов анализа микро- и макротекстуры позволяет сделать вывод, что аксиальная компонента макротекстуры формируется колониями первого типа, а хаотическая компонента – колониями второго типа. Таким образом, особенности макротекстуры определяются особенностями развития локальной текстуры на мезомасштабе, т.е. на уровне фрагментирующихся кристаллитов.

8. Формирование двухкомпонентной текстуры и зависимость характера фрагментации исходных кристаллитов от их ориентации, аналогичные обнаруженным в перлитной стали, наблюдаются также в однофазной ферритной сталях. Следовательно, эти особенности характерны, по-видимому, вообще для осесимметричной вытяжки ОЦК металлов.

9. Результаты изучения эволюции локальной текстуры при сжатии алюминия и при волочении стали позволяют по-новому осмыслить понятие «устойчивой ориентировки». Проведенные исследования показывают, что существенную роль в развитии текстуры играет

«локальная устойчивость», т.е. устойчивость в конкретном локальном окружении. На начальном этапе текстурообразования в среднем повороте зерна существует тренд, который определяется исходной ориентацией этого зерна, однако локальное окружение вызывает значительные отклонения от этого тренда. При этом различные фрагменты изменяют свою ориентацию по-разному, в результате чего постепенно формируется микротекстура – распределение ориентаций в масштабе исходного зерна. При больших деформациях субъектом текстурообразования является не зерно, а фрагмент. При этом поворот отдельных фрагментов также определяется их локальным окружением, в результате чего локально устойчивая ориентировка может быть существенно отклонена от идеальной ориентировки, устойчивой при данной макродеформации.

10. На примере стали, подвергнутой волочению, показано, что нелинейность зависимостей межплоскостного расстояния d_{hkl} от $\sin^2\psi$, где ψ - угол между отражающими плоскостями и поверхностью образца, регистрируемых рентгеновским методом в материалах с сильной кристаллографической текстурой, обусловлена мезоскопическими внутренними напряжениями, возникающими при деформации в масштабе отдельных кристаллитов (зерен, фрагментов). Разработана методика, позволяющая оценить как мезонапряжения, так и макроскопические остаточные напряжения.

11. Теоретический расчет зависимостей d_{hkl} от $\sin^2\psi$, проведенный в рамках модели Тейлора, показал, что количественное согласие с экспериментом достигается при уровне внутренних напряжений, примерно втрое меньшем, чем тот, который соответствует условиям полного стеснения. Данный результат подтверждает, что условия деформации отдельных кристаллитов являются значительно менее стесненными, чем это предполагается в модели Тейлора.

12. Изучено влияние пластической деформации на внутренние напряжения, создающиеся в масштабе композитной микроструктуры тонкопластинчатого перлита и обусловленные пластическим взаимодействием феррита и цементита (межфазные напряжения). Показано, что на начальной стадии деформации межфазные напряжениями быстро возрастают, а затем, в интервале деформаций волочения от 0.25 до 1.5, постепенно уменьшаются до уровня, близкого к нулевому. Анализ полученных результатов позволил предположить, что обнаруженное понижение уровня межфазных напряжений, как и возрастание пластичности стальной проволоки, связаны с эволюцией структуры цементитных ламелей.

13. Разработан метод количественного анализа распределения разориентировок, основанный на его представлении в форме линейной суперпозиции парциальных распределений, каждое из которых соответствует границам определенной природы. С помощью данного метода решен ряд задач физического материаловедения, в том числе, определена доля кристаллографически обусловленных (межвариантных) границ в структуре стали, определена доля границ двойников, разориентировки которых существенно отклонены от точной двойниковой, в структуре приконтактной зоны после сварки взрывом.

14. Разработан метод, позволяющий отделить вклад границ деформационного происхождения в общем спектре разориентировок от вклада исходных границ зерен. С помощью этого метода изучена эволюцию границ деформационного происхождения в процессе сжатия поликристаллов меди и железа. Показано, что распределение разориентировок границ деформационного происхождения представляет собой суперпозицию трех парциальных рас-

пределений. Первые два распределения, определяющие спектр разориентировок при углах до $\sim 20^\circ$, коррелируют с ранее полученными данными просвечивающей электронной микроскопии. Параметры этих распределений слабо изменяются при увеличении степени деформации от 1 до ~ 2 . В то же время, для описания большеугловых границ деформационного происхождения необходимо ввести третье парциальное распределение, доля и средний угол разориентировки которого в этом интервале деформаций быстро возрастают.

15. Установлены закономерности эволюции разориентировок на границах двойников отжига в процессе деформации аустенитной стали, и на базе полученных результатов предложен метод оценки локальной деформации материала по величине углового отклонения от точной двойниковой разориентировки. С учетом этих результатов исследованы особенности двойникового деформирования при высокоскоростной деформации меди и алюминия. Показано, что деформационное двойникование играет значительную роль в формировании структуры при деформации крупнозернистого алюминия с помощью метода динамического канально-углового прессования.

Список цитируемой литературы

1. Taylor, G. I. Plastic strain in metals / G.I.Taylor // J. Inst. Metals. – 1938. – V. 62. – P. 307-324.
2. Рыбин, В. В. Большие пластические деформации и вязкое разрушение металлов / В.В. Рыбин. – Металлургия, 1986. – 231 с.
3. Kröner, E. Zur plastischen verformung des vielkristalls / E.Kröner // Acta. Met. – 1961. – V. 9. – № 2. – S. 155-161.
4. Liu, Q. Microstructural study of deformation in grain boundary region during plastic deformation of polycrystalline aluminium / Q.Liu, N.Hansen // Mater. Sci. Eng. A. – 1997. – V. A234-236. – P. 672-675.
5. Hosford, Jr, W.F. Microstructural changes during deformation of [110] fiber-textured metals / W.F. Hosford, Jr, // Trans. Metall. Soc. AIME. – 1964. – V.230. – P. 12-15.
6. Willemse, P.F. X-ray residual stress measurements on cold-drawn steel wire / P.F. Willemse, B.P. Naughton, C.A. Verbraak // Mater.Sci. and Eng. – 1982. – V. 56. – № 1. – P. 25-37.
7. Belassel, M. Influence of the cementite morphology on the 2nd and 3rd order mechanical residual stresses determined by X-ray diffraction in pearlitic steel / M. Belassel, J.L. Lebrun and J.P. Bettembourg // Residual Stresses; Proc. of European Conf. on Residual Stresses / V.Hauk et al. – DGM, 1993. – C. 779-791.
8. Яковлева, И.Л. Электронно-микроскопическое изучение структуры грубопластинчатого перлита углеродистой стали после холодной пластической деформации / И.Л. Яковлева, Л.Е. Карькина, Ю.В. Хлебникова, В.М. Счастливцев, Т.И. Табатчикова // ФММ. – 2003. – Т.96. – С. 44-56.
9. Zhang, X. Evolution of cementite morphology in pearlitic steel wire during wire drawing / X. Zhang, A. Godfrey, N. Hansen, X. Huang, W. Liu, Q. Liu // Mater. Char. – 2010. – V. 61. – P. 65-72.
10. Hughes, D.A. Scalling of microstructural parameters: misorientations of deformation induced boundaries / D.A. Hughes, Q. Liu, D.C. Chrzan, N. Hansen Acta mater. – 1997. – V. 45. P. 105-112.
11. Pantleon, W. Dislocation boundaries – the distribution function of disorientation angles / W. Pantleon, N. Hansen // Acta Mater. – 2001. – V. 49. – P.1479-1493.

12. Zhao, F. Macrodeformation twins in single-crystal aluminium / F. Zhao et al. // Phys. Rev. Lett. – 2016. – V. 116. – 75501.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Рыбин, В.В. Пластические повороты решетки в деформируемых кристаллах / В.В. Рыбин, Н.Ю. Золоторевский // ФММ. – 1984. Т. 57. – № 2. – С. 380-390.

2. Рыбин, В.В. Стыковые дисклиний в пластически деформируемых кристаллах / В.В. Рыбин, А.А. Зисман, Н.Ю. Золоторевский // ФТТ. – 1985. – Т. 27. – № 1. – С. 181-186.

3. Золоторевский, Н.Ю. / Деформация фрагментирующихся поликристаллов и текстурообразование. Н.Ю. Золоторевский, В.В. Рыбин // ФММ. – 1985. – Т. 59. – № 3. – С. 440-449.

4. Вергазов, А.Н. Большеугловые границы деформационного происхождения / А.Н. Вергазов, В.В. Рыбин, Н.Ю. Золоторевский, А.С. Рубцов // Поверхность. – 1985. – № 1. – С. 5-31.

5. Жуковский, И.М. Внутренние напряжения в разориентированных структурах / И.М. Жуковский, Н.Ю. Золоторевский, В.В. Рыбин // Дисклиний и ротационная деформация твердых тел / Ленинград. – Изд-во ФТИ им.А.Ф.Иоффе, 1988. – С. 146-157.

6. Золоторевский, Н.Ю. Теория текстур деформации фрагментирующихся металлов / Н.Ю. Золоторевский, В.В. Рыбин, И.М. Жуковский // ФММ. – 1989. – Т. 67. – № 2. – С. 221-232.

7. Рыбин, В.В. Эволюция структуры и внутренние напряжения на стадии развитой пластической деформации кристаллических твердых тел / В.В. Рыбин, Н.Ю. Золоторевский, И.М. Жуковский // ФММ. – 1990. – № 1. – С. 5-26.

8. Рыбин, В.В. Скольжение и повороты решетки в пластически деформируемом поликристалле алюминия / В.В. Рыбин, Ю.Ф. Титовец, Н.Ю. Золоторевский, А.Н.Самойлов // Дисклинии и ротационная деформация твердых тел / Ленинград. – Изд-во ФТИ им.А.Ф.Иоффе, 1990. – С. 205-214.

9. Rybin, V.V. Junction disclinations in plastically deformed crystals / V.V. Rybin, A.A. Zisman, N.Yu. Zolotarevsky // Acta Metall. Mater. – 1993. – V. 41. – No 7. – P. 2211-2217.

10. Титовец Ю.Ф., Золоторевский Н.Ю., Дятлова Г.Ю. Эволюция мезоструктуры крупнокристаллического алюминия при растяжении / Ю.Ф.Титовец, Золоторевский Н.Ю., Дятлова Г.Ю // Известия ВУЗов. Черная металлургия. – 1996. – № 5. – С. 59-66.

11. Золоторевский, Н.Ю. Определение остаточных напряжений в металлах в ОЦК-решеткой после глубокой осесимметричной деформации / Н.Ю. Золоторевский, Н.Ю. Кривоносова, С.А. Иванов // Завод. лаборатория. – 1995. – № 12. – С.27-32.

12. Zolotarevsky, N.Y. Effect of ferrite crystals plastic anisotropy on residual stresses in cold-drawn steel wire / N.Y. Zolotarevsky, N.Y. Krivonosova // Mater. Sci. and Eng. A – A205. – 1996. – P. 239-246.

13. Zolotarevsky, N.Yu. Lattice rotations in single grains of large-grained aluminium polycrystal during tension / N.Yu. Zolotarevsky, Yu.F. Titovets, G.Yu. Dyatlova // Scripta Mater. – 1998. – V. 38. – P. 1263-1268.

14. Ermakova, N.Y. Evaluation of microtexture using X-ray poly figures obtained from single grain / N.Y. Ermakova, N.Y. Zolotarevsky, V. Mirzoev, Yu. Titovets // Proceedings of the International Society for Optical Engineers. – 1999. – V. 3687, P. 365-370.
15. Нестерова, Е.В. Кристаллографические особенности внутреннего строения колоний деформированного пластинчатого перлита / Е.В.Нестерова, В.В.Рыбин, Н.Ю. Золоторевский // ФММ. – 2000. – Т.89. – С. 47-53.
16. Ермакова, Н.Ю. Анализ распределений ориентировок в отдельных зернах пластически деформированного поликристалла на основе данных рентгеновской дифрактометрии / Н.Ю. Ермакова, Н.Ю. Золоторевский, Ю.Ф. Титовец // Заводская лаборатория, 2000. – Т. 66. – №7. – С. 26-32.
17. Золоторевский, Н.Ю. Эволюция микроструктуры в отдельных зернах поликристалла алюминия при сжатии / Н.Ю. Золоторевский, Ю.Ф. Титовец, Н.Ю Ермакова. // ФММ. – 2002. – Т. 93. – №1. – С. 94-101.
18. Zisman, A. Successive selection of active slip systems by the least incompatibility criterion and corresponding texture simulation / A. Zisman, N. Zolotarevsky, N. Ermakova // Proceedings of ICOTOM 13, Seul, 2002. – P. 305-310.
19. Ermakova, N. Plastic deformation model incorporating coordination of grains in a polycrystalline aggregate / N. Ermakova, A. Zisman, N. Zolotarevskii // Proceedings of the International Society for Optical Engineers – 2002. – V. 4627. – P.285-289.
20. Ermakova, N. Polycrystal deformation model incorporating the shape and spatial coordination of constitutive crystals / N. Ermakova, A. Zisman, N. Zolotarevsky // Proceedings of ICOTOM 13, Seul, 2002. – P. 311-316.
21. Золоторевский, Н.Ю. Эволюция микротекстуры в зернах деформированного поликристалла алюминия / Н.Ю. Золоторевский, Ю.Ф. Титовец, Н.Ю Ермакова. // Вопросы материаловедения 2002. № 1 (29). С. 290-295.
22. Ермакова, Н.Ю. Применение метода локальной рентгеновской дифрактометрии для расчета функции распределения ориентаций в ансамблях микрообластей пластически деформированных зерен поликристалла / Н.Ю. Ермакова, Н.Ю. Золоторевский, Ю.Ф. Титовец // Вопросы материаловедения – 2002. – № 1 (29). – С. 301-308.
23. Золоторевский, Н.Ю. Исследование механизма эволюции текстуры в поликристалле алюминия / Н.Ю. Золоторевский, Н.Ю Ермакова, О.А. Зубачева, Ю.Ф. Титовец // Вестник тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. – 2000. – Т. 5. № 2-3. – С. 265-267.
24. Zolotarevsky, N.Yu. Peculiarities of texture development in pearlitic steel under cold drawing / Zolotarevsky N.Yu., Nesterova E.V., Rybin V.V. and Titovets Yu.F. // Вопросы материаловедения. – 2003. – № 1(33). – P. 290-295.
25. Zolotarevsky, N.Yu. Microstresses in cold drawn pearlitic steel wires / N.Yu. Zolotarevsky, D.M. Vasiliev and Yu.F. Titovets // Вопросы материаловедения. – 2003. – № 1(33). – P. 104-109.
26. Titovets, Yu.F. X-ray study of microtexture evolution within single grains / Yu.F. Titovets, N.Yu. Zolotarevsky, N.Yu. Ermakova // Вопросы материаловедения. – 2003. – № 1(33). – P. 110-118.

27. Zolotarevsky, N.Yu. Microstresses developing under severe cold drawing in nanoscale pearlitic steel / N.Yu. Zolotarevsky, Yu.F. Titovets, D.M. Vasiliev // *Reviews of Advanced Mater. Sci.* – 2004. – № 7. – P. 91-96.
28. Ermakova, N.Yu. Quantitative X-ray analysis of deformation microtexture within individual grains / N.Yu. Ermakova, N.Yu. Zolotarevsky, Yu.F. Titovets // *Materials Science Forum*, V. 495-497. – 2005. – P. 983-988.
29. Zisman, A.A. Local texture evolution by rate-independent polycrystal model allowing for coordination of interacting crystals / A.A. Zisman, N.Yu. Zolotarevsky, N. Ermakova // *Materials Science Forum*. – V. 495-497. – 2005. – P. 965-970.
30. Zisman, A.A. Allowance for internal microstresses and texture in evaluation of residual stresses in cold-drawn steel wires with micromechanical models / A.A. Zisman, N.Yu. Zolotarevsky // *Materials Science Forum*. – V. 495-497 – 2005. – P. 1505-1510
31. Zolotarevsky, N.Yu. X-ray study of microstresses in lamellar pearlite / N.Yu. Zolotarevsky, D.M. Vasiliev, Yu.F. Titovets, *Materials Science Forum*. – V. 495-497. – 2005. – P. 1511-1516.
32. Золоторевский, Н.Ю. Эволюция макро- и микротекстуры в процессе волочения стальной проволоки / Н.Ю. Золоторевский, Е.В. Нестерова, В.В. Рыбин, Ю.Ф. Титовец // *ФММ*. – 2005. – Т. 99. – № 1. – С. 80-87.
33. Васильев, Д.М. Исследование микронапряжений в холоднотянутой стали со структурой ламелярного перлита / Д.М. Васильев, Н.Ю. Золоторевский, Ю.Ф. Титовец // *Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета*. – 2006. – № 45. – С. 100-110.
34. Нестерова, Е.В. Сравнительное исследование эволюции текстуры и микроструктуры низкоуглеродистой и перлитной сталей в процессе холодного волочения / Е.В. Нестерова, В.В. Рыбин, Н.Ю. Золоторевский, Ю.Ф. Титовец // *Вопросы материаловедения*. – 2007. – № 4. – С. 82-90.
35. Zolotarevsky, N.Yu. Study of work hardening of quenched and naturally aged Al–Mg and Al–Cu alloys / N.Yu. Zolotarevsky, A.N. Solonin, A.Yu. Churyumov, V.S. Zolotarevsky // *Materials Science and Engineering A*. – 2009. – V. A502. – P. 111-117.
36. Panpurin, S.N. Crystallographic features of low-carbon bainite formed under non-isothermal conditions / S.N. Panpurin, N. Yu. Zolotarevsky, Y.F. Titovets, A.A. Zisman, E.I. Khlusova. // *Materials Science Forum*. – 2013. – V. 762. – P. 110-115.
37. Рыбин, В.В. Особенности строения разориентированных структур в бислойной пластине медь-медь, полученной сваркой взрывом / В.В. Рыбин, Э.А. Ушанова, Н.Ю. Золоторевский // *Журнал Технической Физики*. – 2013. – Т. 83. – №9. – С. 63-72.
38. Рыбин, В.В. Анализ разориентированных структур в модельном соединении медь-медь, полученном сваркой взрывом / В.В. Рыбин, Н.Ю. Золоторевский, Э.А. Ушанова // *Журнал технической физики*. – 2014. – Т. 84. – № 12. – С.81-95.
39. Рыбин, В.В. Фрагментация кристаллов при наличии деформационного двойникования и динамической рекристаллизации / В.В. Рыбин, Н.Ю. Золоторевский, Э.А. Ушанова // *ФММ*. – 2015. – Т. 116 – № 7. – С. 769-784.

40. Rybin, V.V. Study of copper work-hardening behavior on a single specimen experienced inhomogeneous dynamic deformation / V.V. Rybin, E.A. Ushanova, N.Y. Zolotarevsky, N.Y. Ermakova // *Materials Physics and Mechanics*. – 2015. – Т. 24. – P. 253-258.
41. Zolotarevsky, N.Y. Effect of ausforming and cooling condition on the orientation relationship in martensite and bainite of low carbon steels / N.Y. Zolotarevsky, S.N. Panpurin, A.A. Zisman, S.N. Petrov // *Materials Characterization*. – 2015. – 107. – P. 278–282.
42. Zolotarevsky, N.Y. Microstructure formation during inhomogeneous dynamic deformation produced by steel plates bonding / N.Y. Zolotarevsky, V.V. Rybin, E.A. Ushanova, N.Y. Ermakova // *Materials Physics and Mechanics*. – 2015. – Т. 24. – P. 259-265.
43. Zolotarevsky, N.Yu. Analysis of grain misorientation distribution in polygonal ferrite of low-carbon steel / N.Yu. Zolotarevsky, V.V. Rybin, E.A. Ushanova // *Materials Characterization*. – 2016. – V. 122. – P. 70-75.
44. Zolotarevsky, N.Yu. Experimental characterization and modeling of misorientations induced by plastic deformation at boundaries of annealing twins in austenitic steel // N.Yu. Zolotarevsky, N.Yu. Ermakova, V.S. Sizova, E.A. Ushanova, V.V. Rybin // *Journal of Mater. Sci.* – 2017. – V. 52. – P. 4172-4181.
45. Rybin, V.V. Main patterns of lattice fragmentation in copper processed by dynamic equal-channel angular pressing / V.V. Rybin, N.Yu. Zolotarevsky, E.A. Ushanova, S.N. Sergeev, A.N. Matvienko I.V. Khomskaya, D.A. Abdullina // *Reviews of Advanced Mater. Sci.* – 2017. – V. 52. – P. 54-60.
46. Zolotarevsky, N.Y. Twinning in polycrystalline aluminium deformed by dynamic channel angular pressing / N.Y. Zolotarevsky, V.V. Rybin, E.A. Ushanova, I.G. Brodova, A.N. Petrova, N.Yu. Ermakova // *Письма о материалах*. – 2017. – V. 7. – № 4. – P. 363-366.
47. S. A. Filippov, N. Yu Zolotarevsky, Orientation relationship and variant pairing in bainite of low carbon steels depending on thermomechanical treatment, *Materials Letters* 214 (2018) P. 130-133.
48. Zolotarevsky, N.Yu. Misorientation distribution of high angle boundaries formed by grain fragmentation: EBSD-based characterization and analysis performed on heavily deformed iron / N.Yu. Zolotarevsky, V.V. Rybin, A.N. Matvienko, E.A. Ushanova, S.N. Sergeev // *Письма о материалах*. – 2018. – V. 8. – № 3. – P. 305-310.
49. Zolotarevsky, N.Yu. Misorientation angle distribution of deformation-induced boundaries provided by their EBSD-based separation from original grain boundaries: Case study of copper deformed by compression / N.Yu. Zolotarevsky, V.V. Rybin, A.N. Matvienko, E.A. Ushanova, S.A. Philippov // *Materials Characterization*. – 2019. – V. 147. – P. 184-192.

МОНОГРАФИЯ

Золоторевский, Н. Ю. Фрагментация и текстуробразование при деформации металлических материалов / Н.Ю. Золоторевский, В. В. Рыбин . – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2014. – 208 с.