# МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ ДЕРЖАВНИЙ ЗАКЛАД «ПІВДЕННОУКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ПЕДАГОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ К. Д. УШИНСЬКОГО»

Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису

# ЛУКАШИН ВІКТОР ВАСИЛЬОВИЧ

УДК: 53:539.5+539.37/.38:548.1.022/.027+549.903.54(043)

# **ДИСЕРТАЦІЯ**

## Деформаційна пошкоджуваність анізотропних ОЦК-структур

105 – Прикладна фізика та наноматеріали

Подається на здобуття наукового ступеня доктора філософії

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей, результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

\_\_\_\_\_В.В. Лукашин

Науковий керівник – Дячок Дмитро Олександрович, кандидат фізикоматематичних наук, доцент

Одеса – 2024

#### АНОТАЦІЯ

Лукашин В.В. Деформаційна пошкоджуваність анізотропних ОЦКструктур. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора філософії за спеціальністю 105 «Прикладна фізика та наноматеріали». – Державний заклад «Південноукраїнський національний університет імені К. Д. Ушинського», Одеса, 2024.

У процесі деформування твердого тіла зміна його структури відбувається у взаємозв'язку всіх масштабних рівнів, що призводить до розвитку незворотної деформації і, зрештою, до руйнації матеріалу.

Аналіз результатів експериментальних досліджень структур різних масштабних рівнів пластичної деформації та руйнування показав, що ключову роль у результатах відіграють процеси масштабного рівня субмікротріщин з розмірами 0.1-0.3 мкм. При цьому процес руйнування відбувається як за рахунок зародження нових мікротріщин, так і за рахунок їх розвитку. Дефекти суцільності твердих тіл (пори, мікротріщини) на цьому рівні називають «ушкодженостями» і, відповідно, частина мікромеханіки, яка вивчає процеси зародження та розвитку порушень суцільності, виділилася в «механіку пошкодженості».

Завдання, які стоять перед механікою пошкоджень – це встановлення умов руйнування різноманітних машин, механізмів, конструкцій та споруд, підвищення довговічності їх, надійності, гарантій безпеки. А ці завдання для науки завжди були, є та будуть актуальними. Тому механіку міцності часто називають «вічно молодою».

У даний час проводяться різні та різнобічні експериментальні дослідження процесів накопичення пошкоджень та впливу їх на руйнування матеріалів. Кількість таких робіт завжди була дуже великою, і кількість нових досліджень безперервно збільшується. Це пов'язано з багатогранністю аналізованих процесів, великою кількістю фізичних механізмів, що їх реалізують, особливостями розвитку пошкодженості в залежності від складу матеріалу, його фізико-механічних властивостей (наприклад, енергії дефекту упаковки та розміру зерна), форми зразка, схеми, що реалізується, і режимів навантаження (одновісне або тривимірне, просте або складне, монотонне або циклічне), температурних умов експерименту.

У більшості випадків це роботи, в яких експериментальними методами перевіряються деякі розроблені математичні моделі пошкодженості та руйнування або уточнюються границі їх застосування.

Друга частина робіт з даної тематики — це опис досліджень у межах так званої континуальної теорії пошкодженості. У рамках таких моделей в структуру визначальних співвідношень явно вводяться внутрішні змінні, (наприклад пошкодженість D Работнова-Качанова), що описують розподіл пошкоджень у матеріалі.

У даний час швидко розвивається «фізичний підхід», заснований на описі пошкодженості та руйнування із застосуванням фізичних теорій пластичності, в основі формулювань визначальних співвідношень, гіпотез та основних положень яких лежить розгляд у явній формі механізмів деформування на мезо- та мікромасштабах (тобто масштабних рівнях, менших за рівень представницького об'єму).

Слід зазначити, що переважну більшість робіт з тематики пошкоджень проведено для ізотропних матеріалів, тобто для безтекстурних об'єктів. У той же час більшість кристалічних тіл є – анізотропними, анізотропія – це фундаментальна властивість кристалічної будови.

Метою досліджень дисертації стало вивчення процесів зародження мікроушкодженостей та їх розвитку в текстурованих листах полікристалів зі структурою альфа - заліза при деформаціях розтягуванням, знакозмінним вигином, при дорекристалізаційних та рекристалізаційних відпалах та впливу їх на анізотропію.

**Як об'єкт** дослідження служили диференціальна структура полікристалу з ОЦК решіткою, її зміни на мікрорівні при деформації та термічній обробці та її зв'язок із макро властивостями сталі та інтегральними характеристиками структури текстурованих листів.

**Предметом** дослідження служила феритна сталь підвищеної міцності DC04(0.06% C, до 0.35% Mn, до 0.40%Si, ~ 0.025% S та P) (європейського стандарту) у вигляді листів гарячої прокатки, підданих дорекристалізаційним та рекристалізаційним відпалам з подальшою деформацією розтягуванням, циклічною деформацією знакозмінним вигином.

У першому розділі дисертації «Руйнування металів, первинне зародження мікропошкоджень на мікро- та мезорівнях» проведено огляд літературних даних з сучасних теорій руйнування, починаючи з уявлення Гріффіса про катастрофічний розвиток тріщин.

Особливо виділяються процеси руйнування, які протікають в умовах або супроводжуються пластичною деформацією, яка у свою чергу формує в полікристалах текстуру та відповідну їй анізотропію властивостей. Розглянуто умови протікання різних видів деформації, особливості деформаційного зміцнення та крихтування ОЦК металів.

Розглянуто масштабні рівні руйнування твердих тіл. Зміна структури металу при деформації та термічній обробці відбувається одночасно на всіх масштабних рівнях, нано, мікро, мезо та макрорівнях. І ці зміни пов'язані між собою. Тобто структурні зміни, що пройшли на будь-якому з вищих рівнів, відображають зміни, що пройшли на більш дрібнорозмірному рівні. Окремо розглянуто концепцію ефективної напруги, тобто про вирішальну роль неоднорідності полів напруг у формуванні пошкодженої структури. Розглянуто також принцип еквівалентності деформації Леметре, деформаційну пошкодженість та наведено класифікацію типів пошкоджень.

У другому розділі «Методика дослідження мікроструктури, текстури та властивостей сталі» описано методи вивчення структури та анізотропії властивостей, якими користувалися у дисертації. Найбільш поширеним методом опису та зображення текстур є метод ідеальних орієнтувань (ІО), які є

гномостереографічними проекціями площин {hkl} та направлень <uvw> кристала.

В основі методів вивчення текстур рентгенографічними та іншими дифрактометричними методами лежить рівняння Вульфа-Брегга. У дисертації розглянуто спосіб отримання на ренгенівських дифрактометрах розподілу інтенсивностей відбитих по Бреггу рентгенівських променів по сферичних кутах  $\alpha$  та  $\beta$  (азимутальному та меридіанному, відповідно) і перенесення цих даних на гномостереографічні проекції у вигляді рівнів однакової полюсної густини, тобто полюсної фігури (ПФ). Таке є неможливим без високоточних гоніометрів. Опису порядку роботи на горизонтальних і вертикальних гоніометрах автор приділяє достатньо уваги.

Електронна мікроскопія є одним із найважливіших інструментів нанотехнологій та одним з основних прямих методів дослідження будови наноструктур. Далі автор описує методи вивчення локальної структури та текстури полікристалів методами електронної мікроскопії. При падінні електронного пучка на зразок формується декілька видів випромінювання.

Для найбільш структури поверхні інформативним вивчення € випромінювання вторинних електронів, що дає пряму картину стану рельєфу поверхневого шару зразка. Завдяки малій довжині хвилі де-Бройля (1-5нМ), роздільна здатність електронних мікроскопів, що використовують це випромінювання, надзвичайно висока (2-8 \*10<sup>-10</sup>м). Відповідно і збільшення такого мікроскопа досягає 30 000-50 000.

Ушкодження, що виникли в полікристалі в процесі впливу на них зовнішніх полів, виявляються розкритими в результаті підготовки зразків і стають видимими у полі вторинних електронів.

Корисне збільшення у скануючого ЕМ складає 15...50000. Роздільна здатність в СЕМ нижча, ніж у ЕМ, що просвічує, і становить 30... 200 А°. Глибина різкості в РЕМ ~ 0,6...0,8 мм.

Завдяки великій глибині різкості РЕМ дає змогу отримувати чіткі зображення з характерним тривимірним ефектом.

При опроміненні зразка пучком високоенергетичних електронів в СЕМ вони починають дифундувати в матеріал об'єкта. Взаємодія електронів з електричними полями решітки призводить до багаторазових змін їхньої траєкторії, внаслідок чого формується область взаємодії, що значно перевищує діаметр електронного пучка.

У результаті багаторазової зміни траєкторії електрон пучка може залишити об'єм зразка, вийшовши з нього з того ж боку, з якого падає пучок.

Такі електрони називаються зворотньорозсіяними (back scattered) Далі все за законом Брегга.

Володіючи хвилею де Бройля, ці електрони можуть відчувати дифракцію на атомних площинах кристалічної решітки. Така дифракція називається дифракцією Кікучі. (Кікучі – японський фізик, який вперше спостерігав і описав це явище в 1928 р.).

Очевидно, що зміна орієнтації кристалічної решітки зразка у просторі призведе до відповідної зміни картини дифракції зворотньорозсіяних електронів. Далі програми ЕОМ дозволяють перейти до прямих чи зворотних ПФ. Далі розглядаємо динамічний метод вимірювання модуля нормальної пружності. Цей метод є неруйнівним. Вимірювання можна проводити на одних і тих самих зразках, піддаючи їх різним обробкам.

У третьому розділі «Дослідження текстури та анізотропії пружних властивостей» вивчається структура, текстура та властивості листів сталі DC04 безпосередньо в умовах постачання та вплив на ці характеристики низькотемпературних відпалів.

Структуру та текстуру листів сталі на локальному рівні вивчали методами електронної мікроскопії та дифрактометрії за допомогою РЕМ. Інтегральну пошкодженість та характеристики текстури визначали методами аналізу анізотропії властивостей пружності. Для ефективності методів анізотропії було потрібно знайти умови отримання квазінеушкодженого зразка, що стало завданням цього розділу. Текстуру вивчали за експериментальними полюсними фігурами {111}, {011}, {001}, які отримували в автоматичному режимі на тому ж EM REM ZEISS Supra 55 VP, шляхом спеціальної обробки кікучі ліній. Експериментальні ПФ EBSD перетворювали у звичайні ПФ у рівнях полюсної густини.

Результати аналізу ПФ показали, що текстура вихідних листів є характерна для текстур рекристалізації ОЦК металів та сплавів. Однак у літературі відсутні ПФ {111} для текстур рекристалізації. Тому порівняння текстури досліджуваних листів із текстурами рекристалізації заліза проводили за ПФ {110}.

Відзначили відсутність орієнтування (011) [*hkl*] (текстура Госса), яку спостерігали у текстурах рекристалізації у листах трансформаторної сталі.

Для контролю висновків по текстурі гарячої прокатки сталі DC04 проаналізували розподіл відбитків у напрямках НН, НП та ПН на зворотних полюсних фігурах, які теж були збудовані в автоматичному режимі на EM REM.

Модулі Юнга розраховували за формулою [63]

 $E = 1,108548 \cdot \rho \frac{\ell^4}{d^2} v^2$ , де v - частота власних коливань пластини;

ρ -густина речовини; *l* - довжина пластини; *d* - товщина пластини у площині вигину.

За формулами, отриманими в дисертації, використовуючи дані вимірювань модулів Юнга в основних напрямках листів, були розраховані інтегральні характеристики текстури (IXT), а також значення модуля Юнга у напрямку, нормальному до листа та анізотропія Е у перерізі листів.

У вихідних листах при малих та середніх збільшеннях пошкоджень типу пор та мікротріщин не спостерігається. Однак при збільшеннях x2000 і вище у ракурсі "inlens" спостерігається ушкодженість у середині зерна. Зображення в ракурсі "SE" ідентифікує цю пошкодженість як пору.

Мікротвердість у різних частинах поверхні зразка приблизно однакова. Однак спостерігаються невеликі області підвищеної твердості, приблизно на 20%, які за протяжністю перевищують розміри пошкодженості в ~4-6 разів. Далі вивчали вплив відпалів на структуру та властивості листів сталі. Для цієї мети карти, вирізані з вихідних листів, піддавали дорекристалізаційним відпалам при температурах 100, 150, 175, 200, 250, 300 та 400<sup>0</sup>. Усі дослідження повторювали після кожного відпалу.

Структурні зміни в листах сталі DC04 у процесі гарячої прокатки та відпалів можна описати наступною моделлю.

1. При гарячій прокатці деформація металу зазвичай проходить шляхом реалізації всіх можливих систем ковзання і на цьому етапі обробки металу прокатка проводиться до значних ступенів деформації. Цей процес протікає в області структури сталі γ-кубічної решітки.

2. Відомо, що процес накопичення та зростання мікротріщин в залежності від напруги та температури йде неоднорідно по всьому об'єму матеріалу. В області помірних температур швидкість утворення зародкових мікротріщин у поверхневих шарах на 1-3 порядки вище, ніж в об'ємі матеріалу. При підвищенні температури процес мікроруйнування переміщується в об'єм. При цьому процес руйнування відбувається як за рахунок зародження нових мікротріщин, так і за рахунок їх розвитку. Співвідношення вкладу даних процесів у руйнування змінюється залежно від структури матеріалу та умов його деформування.

3. При охолодженні листів сталі нижчими за температуру поліморфного  $\gamma \rightarrow \alpha$  перетворення виникає текстура фазового переходу з успадкуванням дефектної структури. При подальшому охолодженні на зазначені процеси накладаються процеси рекристалізації. В результаті в текстурах відпалу орієнтування текстур рекристалізації (див. 3.7-3.11). переважають рис. Головними орієнтуваннями цієї текстури є орієнтування типу {111}<uvw>. Ці Ю є ізотропними щодо властивостей четвертої тензорної розмірності. Тому за Юнга листів сталі DC04 відповідають додаткові анізотропію модуля орієнтування (001) [100] +(332) [110], які були нами виявлені експериментально. Низькотемпературні (<250°С) відпали призводять до збільшення модуля Юнга по всіх напрямках у листах досліджуваної сталі без зміни характеру анізотропії, тобто - без змін текстури рекристалізації. За таких відпалів відбувається

стабілізація структури сталі. Зменшується рівень пошкодженості, «заліковуються дефекти». Зменшуються внутрішні напруження. Це призводить до збільшення значень модулів пружності сталі DC04, хоча анізотропія листів суттєво не змінюється.

4. Підвищення температури відпалу вище 400°С активізують процеси вторинної рекристалізації, які призводять до переміщення дефектів усередині решітки альфа заліза. І тут можлива поява бар'єрів у вигляді різноманітних включень, границь зерен, двійників рекристалізації, які можуть створювати кластери підвищеної напруги, які, своєю чергою, провокують руйнування суцільності кристалічних решіток, тобто появу мікропор або мікротріщин (рис.3.22)

Оптимальною температурою відпалу листів сталі DC04 для отримання листів з мінімальним рівнем пошкодження є температура 175- 200°С.

Після таких відпалів мікротвердість, отже, і величини залишкової напруги практично однакові по всій площині листів відпаленої сталі (рис. 3.23).

Вихідним матеріалом служили карти сталі після тривалого (до 36 годин) відпалу при температурі 175°С у середовищі аргону. Далі зразки розтягували на розривній машині "Zwick Z100 (100 кН)". до 5, 10, 15, 20 та 25% ступенів деформацій.

З середньої частини деформованих «dogs bones» вирізали зразки, довжиною ~70мм для вимірювань модулів Юнга.

Відпалені сталі мають типову для низьковуглецевих сталей феритну структуру із середнім розміром зерна ~80 µm з мінімальним рівнем ушкодженості. Величина мікротвердості приблизно однакова по всій поверхні зразка. Деформації розтягуванням призводять до зменшення модуля Юнга у НП та ПН більш-менш монотонно, приблизно на 5 и 12%, відповідно щодо деформації 5%.

Далі монотонність зміни Е порушується та зменшення модуля Юнга у НП та ПН після деформації до 25% щодо попереднього розтягування (20%) складає 5 та 6%.

Подальші деформації призводять до формування шийки і вимір модуля Юнга методом власних коливань плоских зразків стає неефективним.

Деформації розтягуванням змінюють картину ЕМ структур сталі Деформація до 5% призводить до утворення пор, розподілених по поверхні зерен. Форма пори близька до сферичної, з розмірами, що не відрізняються істотно один від одного.

Деформація до 10% призводить до утворення нових пор сферичної форми. При ступенях деформації (15 та 20%) у граничних між зернами областях утворюються ланцюжки пор, що знаходяться близько один від одного, але ще не зливаються в тріщини. Пори, розкидані по поверхні зерен, форму та розміри суттєво не змінюють. З'являються нові пори, збільшуючи тим самим інтегральну густину ушкодження.

Збільшення ступеня деформації не веде до істотного збільшення розмірів пор. Утворюються нові дрібні пошкодження, розсіяні по поверхні зерен та на їх границях. Істотної кількості мікротріщин клиноподібної форми ми не спостерігали.

Провели перевірочні випробування на розтягування зразків у вигляді dogs bone, підданих деформації розтягуванням до 5 і 10% для оцінки зміни границі текучості (σ<sub>т</sub>). Отримали: σ<sub>т</sub> у НП дорівнює 180 МПа, σ<sub>т</sub> у цьому напрямку після 5% розтягування - 190 МПа, а після 10% -191 МПа.

Тобто маємо факт деформаційного зміцнення сталі. Це має місце і за рахунок особливостей зароджених ушкоджень.

Зміни текстури листів сталі DC04 після деформації розтягуванням характеризуються тим, що на набір орієнтувань текстури рекристалізації та прокатки, присутніх на вихідних та відпалених листах, накладаються орієнтування ковзання, які змінюють характер анізотропії пружних властивостей листів. Головними орієнтуваннями, що визначають анізотропію, є різко анізотропні орієнтування {110}<uvw>. Ці орієнтування мають великі значення середнього модуля в площині листів для орієнтувань типу {100}<uvw> і приблизно такі ж самі як і для {111}<uvw>. Однак орієнтувань типу {111}<uvw> у текстурі після розтягнення не побільшало. Тому внесок у зменшення модулів Юнга саме пошкоджень є превалюючим.

Рідкісний технологічний процес обробки металів або експлуатації конструкцій обходиться без деформації вигином, під якою мають на увазі порушення прямолінійності головної осі тіла. Таку деформацію зазнають тіла, закріплені на одній або кількох опорах.

Четвертий розділ «Пошкодженість листів деформованої сталі з ОЦКрешіткою» присвячений вивченню зародження та розвитку пошкоджень структур низьковуглецевої сталі при деформації знакозмінним вигином.

Зразки піддавали деформації знакозмінним вигином (ЗВ) на роликах діаметром 50 мм 0.25, 0.5, 0.75, 1, 3, 6, 9, 12 циклами. Установка для вигину обкатуванням забезпечувала рівномірну деформацію по всій довжині зразка. Один цикл деформування включав вигин в одну та протилежну сторони та повернення зразка у випрямлений стан. Таким чином, деформація в 0.25 циклу мала на увазі деформацію протилежних сторін зразків стисненням та розтягуванням.

Найбільш різкі зміни частоти при згинах спостерігаються на початкових стадіях ЗВ (1-3 цикли). Відповідно для цих циклів спостерігали і більше зменшення модуля Юнга і збільшення пошкодженості D.

При збільшенні числа циклів ЗВ спостерігали зменшення амплітуд коливань частот та коефіцієнтів D при деформації дробовими частинами циклів. Криві частоти демонструють тенденцію невеликого зменшення в усіх напрямках, а криві ушкодженості - зростання сповільнення.

Після вигину смуг сталі (деформація 0.25 циклу) на боці, підданій деформації розтягуванням, спостерігали пошкодження у вигляді пор переважно сферичної форми, як усередині зерен, так і на їх границях. Явних пошкоджень на поверхні, що зазнала стиснення, не спостерігали.

Після подальших деформацій «вигин – випрямлення» на мікроструктурах спостерігається на загальному фоні збільшення кількості пошкоджень та їх

розмірів, періодичне зменшення їх при зміні деформації розтягуванням на деформацію стисненням.

Ключові слова: мікроушкодженість, кластери, знакозмінний вигин, деформація, відпал, структура, текстура, модуль Юнга, механічні властивості, анізотропія, дефекти, пошкодження, руйнування, мікротвердість, електронна мікроскопія.

#### ABSTRACT

Lukashyn V. V. Deformation damage of anisotropic BCC structures. – Qualification scientific work in the form of a manuscript.

The thesis for the degree of Doctor of Philosophy in specialty 105 "Applied Physics and Nanomaterials". – The State Institution "South Ukrainian National Pedagogical University named after K. D. Ushynsky", Odesa, 2024.

In the process of deformation of a solid state, a change in its structure occurs in the interconnection of all scale levels, which leads to the development of irreversible deformation and, ultimately, to the destruction of the material.

The analysis of the results of experimental studies of structures of different scales of plastic deformation and fracture showed that the key role in the results is played by the processes of the scale level of sub-microcracks with dimensions of 0.1-0.3  $\mu$ m. In this case, the cracking process occurs both due to the nucleation of new microcracks and their development. Defects in the continuity of solids (pores, microcracks) at this level are called "damage" and, accordingly, the part of micromechanics that studies the processes of nucleation and development of continuity violations has been distinguished into "damage mechanic".

The tasks of damage mechanics are to establish the conditions of destruction of various machines, mechanisms, structures and facilities, to increase their durability, reliability and safety guarantees. And these tasks have always been, are and will be relevant for science. Therefore, strength mechanics is often called "forever young".

Currently, various and diverse experimental studies are being carried out on the processes of damage accumulation and their impact on material fracture. The number of such works has always been very large, and the number of new studies is constantly increasing. This is due to the complexity of the analysed processes, the large number

of physical mechanisms that implement them, the peculiarities of damage development depending on the material composition, its physical and mechanical properties (e.g., packing defect energy and grain size), the shape of the sample, the scheme implemented, and the loading modes (uniaxial or three-dimensional, simple or complex, monotonic or cyclic), and the temperature conditions of the experiment.

In most cases, these are studies verifying some of the developed mathematical models of damage and fracture or specifying the limits of their application by experimental methods.

The second part of the studies on this topic is a description of research within the scope of the so-called continuum theory of damage. In such models, internal variables (e.g., Rabotnov-Kachanov damage D) are explicitly introduced into the structure of the defining relations, describing the damage distribution in the material.

At present, a "physical approach" based on the description of damage and fracture using physical theories of plasticity is rapidly developing, based on the formulation of the defining relations, hypotheses and basic provisions of which are based on the explicit consideration of deformation mechanisms at meso- and microscales (i.e., scale levels smaller than the level of a representative volume).

It should be noted that the vast majority of work on damage has been carried out for isotropic materials, i.e., for textureless objects. At the same time, most crystalline bodies are anisotropic, and anisotropy is a fundamental property of crystal structure.

The aim of this thesis was to study the processes of microdamage initiation and development in textured polycrystals sheets with alpha-iron structure under tensile deformation, alternating bending, pre-crystallisation and recrystallisation annealing, and their influence on anisotropy.

**The object** of research was the differential structure of a polycrystal with a BCC lattice, its changes at the micro level during deformation and heat treatment, and its relationship with the macro properties of steel and the integral characteristics of the structure of textured sheets.

The subject of the research was a high-strength ferritic steel DC04 (0.06% C, up to 0.35% Mn, up to 0.40% Si, ~ 0.025% S and P) (European standard) in the form of

hot-rolled sheets subjected to pre-crystallisation and re-crystallisation annealing followed by tensile deformation, cyclic deformation by alternating bending.

In the first chapter of the thesis, **"Polycrystals Fracture (Basic Concepts)"**, a review of literature on modern fracture theories was conducted, starting with Griffith's notion of catastrophic crack development.

Particular emphasis is on the fracture processes that occur under conditions of or are accompanied by plastic deformation, which in turn forms the texture and the corresponding anisotropy of properties in polycrystals. The conditions of different types of deformation, the peculiarities of strain hardening and crumbling of metal BCCs are considered.

Large-scale levels of solid fracture were considered. Changes in the metal structure during deformation and heat treatment occur simultaneously at all scale levels, nano, micro, meso, and macro. And these changes are interconnected. That is, structural changes that have occurred at any of the higher levels reflect changes that have occurred at a smaller scale. The concept of effective stress, i.e., the crucial role of heterogeneity of stress fields in the damaged structure formation, was considered separately. The principle of Lemaitre's strain equivalence, strain damage, and a classification of damage types are also discussed.

The second chapter deals with the **Methods of studying the microstructure**, texture and properties of the objects of the research.

The methods of studying the structure and anisotropy of properties used in this thesis were described. The most common method for describing and depicting textures is the method of ideal orientations (IO), which are gnomostereographic projections of the {hkl} planes and <uvw> directions of a crystal.

The Wolfe-Bragg equation is the basis for the study of textures by X-ray and other diffractometric methods. This thesis describes a method for obtaining the intensity distribution of X-rays reflected by the Bragg equation in spherical angles  $\alpha$  and  $\beta$  (azimuthal and meridian, respectively) using X-ray diffractometers and transferring these data to gnomostereographic projections in the form of levels of equal pole density, i.e., pole figure (PF). This is impossible without high-precision

goniometers. The author pays sufficient attention to the description of the procedure for working with horizontal and vertical goniometers.

Electron microscopy is one of the most important tools in nanotechnology and one of the main direct methods for studying the structure of nanostructures. The author goes on to describe methods for studying the local structure and texture of polycrystals by electron microscopy. When an electron beam is incident on a sample, several types of radiation are generated.

For studying the surface structure, the most informative is the emission of secondary electrons, which gives a direct picture of the surface layer topography of the sample. Due to the short de Broglie wavelength (1-5 nM), the resolution of electron microscopes using this radiation is extremely high (2-8 \*10<sup>-10</sup>m). Accordingly, the magnification of such a microscope reaches 30 000-50 000.

Damage caused to the polycrystal by external fields is revealed during sample preparation and becomes visible in the field of secondary electrons.

The useful magnification of the scanning EM is  $15...50\ 000$ . The resolution of SEM is lower than that of transmission EM and is  $30...200\ A^\circ$ . The depth of field in REM ~ is  $0.6...0.8\ mm$ .

Due to its large depth of field, the REM produces clear images with a distinctive three-dimensional effect.

When the sample is irradiated with a beam of high-energy electrons in the SEM, they begin to diffuse into the object's material. The interaction of electrons with the lattice electric fields leads to multiple changes in their trajectory, resulting in the formation of an interaction region that significantly exceeds the diameter of the electron beam.

As a result of repeated changes in the trajectory, an electron in the beam can leave the sample volume, coming out of it from the same side as the beam incident.

Such electrons are called **back scattered**.

Then it all goes according to Bragg's law

Possessing a de Broglie wave, these electrons can experience diffraction on the atomic planes of the crystal lattice. This diffraction is called Kikuchi diffraction.

(Kikuchi is a Japanese physicist who first observed and described this phenomenon in 1928.)

Apparently, a change in the orientation of the sample lattice in space will lead to a corresponding change in the diffraction pattern of back scattered electrons.

Further, computer programs allow you to switch to forward or backward PF. Next, we consider the dynamic method of measuring the modules of normal elasticity. This method is non-destructive. Measurements can be made on the same samples by subjecting them to different treatments.

In the third section, we study the structure, texture and properties of DC04 steel sheets directly in the delivery conditions and the effect of low-temperature annealing on these characteristics.

The structure and texture of the steel sheets were studied at the local level by electron microscopy and REM diffractometry. The integral defects and texture characteristics were determined by anisotropy analysis of elastic properties. For the anisotropy methods to be effective, conditions for obtaining a quasi-undamaged sample were required, which was the task of this section.

The texture was studied by the experimental pole figures {111}, {011}, {001}, which were obtained automatically on the same EM REM ZEISS Supra 55 VP by special processing of the Kikuchi lines. The experimental EBSD PFs were converted to conventional PFs in pole density levels.

The results of the PF analysis showed that the texture of the original sheets is typical of the recrystallisation textures of the metal and alloy BCCs. However, there are no PF  $\{111\}$  data for recrystallisation textures in the literature. Therefore, the comparison of the texture of the studied sheets with the textures of iron recrystallisation was carried out using PF  $\{110\}$ .

It was noted that there was no (011) [*hkl*] orientation (Goss texture), which was observed in recrystallisation textures in transformer steel sheets.

In order to verify the conclusions about the texture of hot-rolled DC04 steel, we analysed the distribution of reflections in the ND, RD and TD directions on the reverse pole figures, which were also automatically generated by the EM REM.

Young's modules were calculated using the formula [63]  $E = 1,108548 \cdot \rho \frac{\ell^4}{d^2} v^2$  where v - is the frequency of natural oscillations of the plate;  $\rho$  - is the density of the substance;  $\ell$  - is the length of the plate; d - is the thickness of the plate in the bending plane.

According to the formulas derived in this thesis, using the data of measurements of Young's modules in the main directions of the sheets, the integral texture characteristics (ITC), as well as the value of Young's modules in the direction normal to the sheet and the anisotropy E in the cross-section of the sheets were calculated.

In the original sheets at low and medium magnifications, no damage such as pores and microcracks was observed. However, at magnifications of x2000 and higher in the "inlens" view, damage in the middle of the grain is observed. The 'SE' view identifies this damage as a pore.

The microhardness in different parts of the sample surface is approximately the same. However, there are small areas of increased hardness, approximately 20%, exceeding the size of the damage by a factor of  $\sim$ 4-6 in length.

Next, we studied the effect of annealing on the structures and properties of steel sheets. For this purpose, the plates cut from the original sheets were subjected to pre-recrystallisation anneals at temperatures of 100, 150, 175, 200, 250, 300 and 4000°C. All studies were repeated after each annealing.

Structural changes in DC04 steel sheets during hot rolling and annealing can be described by the following model.

1. During hot rolling, metal deformation usually takes place through the implementation of all possible sliding systems and at this stage of metal processing, rolling is carried out to significant degrees of deformation. This process takes place in the region of the  $\gamma$ -cubic lattice steel structure.

2. It is known that the process of microcrack accumulation and growth, depending on stress and temperature, is not even throughout the material volume. In the region of moderate temperatures, the rate of formation of nucleated microcracks in the surface layers is 1-3 orders of magnitude higher than in the material volume. With increasing temperature, the microfracture process moves into the volume. In this case, the destruction process occurs due to the nucleation of new microcracks and their development. The ratio of the contribution of these processes to destruction varies depending on the material structure and deformation conditions.

3. When steel sheets are cooled below the temperature of the polymorphic  $\gamma \rightarrow \alpha$  transformation, a phase transition texture with inheritance of a deformation structure occurs. During further cooling, recrystallisation processes are superimposed on these processes. As a result, the annealing textures are dominated by the orientations of recrystallisation textures (see Figs. 3.7-3.11). The main texture orientations are those of the {111}<uvv> type. These IOs are isotropic with respect to the properties of the fourth tensor dimension. Therefore, additional orientations (001) [100] +(332) [110], which we have identified experimentally, are responsible for the anisotropy of the Young's module of DC04 steel sheets. Low-temperature (<250°C) anneals lead to an increase in the Young's module in all directions in the sheets of the studied steel without changing the nature of the anisotropy, i.e., without changing the recrystallisation texture. These anneals stabilise the steel structure. The level of damage is reduced, and defects are "healed". Internal stresses are reduced. This leads to an increase in the elastic modules of DC04 steel, although the anisotropy of the sheets does not change significantly.

4. An increase in the annealing temperature above 400°C activates secondary recrystallisation processes, which lead to the displacement of deformations within the alpha iron lattice. In this case, barriers may appear in the form of various inclusions, grain boundaries, and recrystallisation twins, which can create high-stress clusters, which in turn provoke the destruction of the crystal lattice continuity, i.e. the appearance of micropores or microcracks (Fig. 3.22).

The optimum annealing temperature for DC04 steel sheets to produce sheets with a minimum level of deformation is 175- 200<sup>o</sup>C.

After such annealing, the microhardness, and thus the residual stress values, are almost identical across the entire plane of the annealed steel sheets (Fig. 3.23).

The starting material was steel plates after prolonged (up to 36 hours) annealing at the temperature of  $175^{\circ}$ C in the argon environment. Then the samples were stretched on a 'Zwick Z100 (100 kN)' tensile machine to 5, 10, 15, 20, and 25% degrees of deformation.

From the middle part of the deformed "dog bones", samples of  $\sim$ 70 mm in length were cut for measuring Young's modules.

The annealed steels have a typical ferrite structure for low-carbon steels with an average grain size of  $\sim 80 \ \mu m$  and minimal damage. The microhardness is approximately the same over the entire surface of the sample. Tensile deformation leads to a decrease in the Young's modules in the RD and TD more or less monotonically, by about 5 and 12%, respectively, relative to a strain of 5%.

Further, the monotonicity of the change in E is broken and the decrease in the Young's modules in the RD and TD after deformation to 25% relative to the preliminary tensile strain (20%) is 5 and 6%.

Further deformations lead to the formation of a neck and the measurement of Young's modules by the method of natural vibrations of flat samples becomes ineffective.

Tensile deformation changes the pattern of steel EM structures. Deformation of up to 5% leads to the formation of pores distributed over the grain surface. The pore shape is close to spherical, with dimensions that do not differ significantly from each other.

Deformation up to 10% leads to the formation of new spherical pores. At strain levels of 15 and 20%, chains of pores are formed in the grain boundary areas, which are close to each other but do not yet merge into cracks. The pores scattered on the grain surface do not change significantly in shape and size. New pores appear, thereby increasing the integrated damage density.

An increase in the degree of deformation does not lead to a significant increase in pore size. New small damages are formed, scattered on the surface of the grains and at their boundaries. A significant number of wedge-shaped microcracks were not observed.

Verification tensile tests were carried out on dogs bone samples subjected to tensile deformation up to 5 and 10% to assess the change in yield strength ( $\sigma_t$ ). Results:  $\sigma_t$  in the RD is 180 MPa,  $\sigma_{0.2}$  in this direction after 5% stretching is 190 MPa, and after 10% is 191 MPa.

Thus, strain hardening of steel is evident. This is also due to the peculiarities of nucleated damage.

Changes in the texture of DC04 steel sheets after tensile deformation are characterised by the fact that the set of recrystallisation and rolling texture orientations present in the original and annealed sheets is superimposed by slip orientations that change the nature of the anisotropy of the elastic properties of the sheets. The main anisotropy-determining orientations are the sharply anisotropic {110}<uvw> orientations. These orientations have large values of the average module in the plane of the sheets, large values for orientations of the {100}<uvw> type and approximately the same as for {111}<uvw>. However, the number of {111}<uvw> orientations in the texture did not increase after stretching. Therefore, the contribution to the decrease in Young's modules is dominated by damage.

It is a rare technological process of metal processing or operation of structures that does not involve bending deformation, which means a violation of the straightness of the main axis of a body. This deformation is experienced by bodies fixed to one or more supports.

The next section is devoted to the study of the initiation and development of damage to low-carbon steel structures under alternating bending deformation.

The samples were subjected to alternating bending (AB) on rollers with a diameter of 50 mm for 0.25, 0.5, 0.75, 1, 3, 6, 9, and 12 cycles. The rolling bending unit ensured that deformation was uniform along the entire length of the sample. One deformation cycle included bending in one and opposite directions and returning the sample to a straightened state. Thus, a deformation of 0.25 cycles implied deformation of the opposite sides of the samples by compression and tension.

The most dramatic changes in frequency during bending are observed at the initial stages of the AB (1-3 cycles). Accordingly, for these cycles, a greater decrease in Young's module and an increase in damage D were observed.

With an increase in the number of cycles of the AB, a decrease in the amplitudes of frequency fluctuations and D coefficients was observed when deformed in fractional parts of cycles. The frequency curves show a tendency to a slight decrease in all directions, and the damage curves show an increase in deceleration.

After bending the steel strips (0.25 cycle deformation), damage in the form of pores of predominantly spherical shape was observed on the side subjected to tensile deformation, both inside the grains and at their edges (Fig. 4 a). No obvious damage was observed on the surface subjected to compression.

After further "bending-straightening" deformations, an increase in the number of damages and their size is observed on the microstructures against the general background, with their periodic reduction when the tensile deformation is changed to compressive deformation.

**Keywords**: microdamage, clusters, alternating bending, deformation, annealing, structure, texture, Young's module, mechanical properties, anisotropy, defects, damage, fracture, microhardness, electron microscopy.

# Зміст

Вступ 2	25
Розділ 1. Руйнування металів, первинне зародження мікропошкоджен	IЬ
на мікро- та мезорівнях 3	31
1.1. Руйнування полікристалів (основні уявлення) 3	31
1.2. Основні види руйнування 3	31
1.3. Зародження тріщини 3	33
1.4. Критерій Гріффітса для росту крихкої тріщини 3	34
1.5. Пластична деформація в області тріщини 3	37
1.6. Особливості окрихнення ОЦК металів 4	14
1.7. Масштабні рівні руйнування твердих тіл 4	15
1.8. Деформаційна пошкодженість, Класифікація типів пошкоджень 4	19
Висновки до розділу 1 5	;1
Розділ 2. Методика дослідження мікроструктури, текстури т	гa
властивостей сталі 5	53
2.1. Кристалографічна текстура та методи її вимірювання 5	53
2.2. Дослідження локальної структури і текстури полікристалів методам	и
електронної мікроскопії 5	59
2.3. Прямий метод спостереження пошкоджень у полікристалі за допомогог	ю
вторинних електронів	50
2.4. Аналіз текстур методом дифракції зворотних електронів 6	53
2.5. Орієнтаційна мікроскопія 6	6
2.6. Аналіз текстур методом ДЗЕ 6	57
2.7. Вимірювання пружних властивостей анізотропних полікристалів 7	70
Висновки до розділу 2	4
Розділ 3. Дослідження текстури та анізотропії пружни	IX
властивостей	76
3.1.Загальне. Феритна сталь DC04. Зразки, їх підготовка. Квазінепошкоджени	ій
еталон 7	16
3.2. Структура та текстура листів сталі DC04 у вихідному стані (стан	ні

прокатки)					
3.3. Анізотропія пружних властивостей листів сталі DC04 у вихідному стані 89					
3.4. Вплив температури відпалу на текстуру та рівень ушкодженості 99					
Висновки до розділу 3 105					
Розділ 4. Пошкодженість листів деформованої сталі з ОЦК-					
Розділ 4. Пошкодженість листів деформованої сталі з ОЦК- решіткою					
Розділ         4.         Пошкодженість листів деформованої сталі з         ОЦК-           решіткою         106           4.1         Зародження і розвиток поля пошкоджень у полікристалах сталі DC04 при					

23

4.2.	Вплив	періодичної	зміни	деформації	«розтягнення-стиск»	на	рівень
поші	коджень	структури ни	зьковуг	лецевої сталі		• • • • • • •	118
Висн	ювки до	розділу 4					124
Загал	њні вис	новки дисерт	ації				126
Спис	сок вико	ристаних дже	рел				128

## Перелік умовних позначень

- ОЦК об'ємоцентрична кубічна;
- ГЦК гранецентрична кубічна;
- ҐЩУ ґексагональна щільно упакована;
- ПФ Полюсна фігура;
- ППФ Пряма полюсна фігура;
- ОПФ Обернена полюсна фігура;
- ІО Ідеальна орієнтація;
- ЕМ Електронна мікроскопія;
- ВРЕМ Високороздільна електронна мікроскопія;
- СЕМ Скануючий електронний мікроскоп;
- РЕМ Растовий електронний мікроскоп;
- ПЕМ Просвічуючий електронний мікроскоп;
- ДЗЕ (EBSD) Дифракція зворотно розсіяних електронів;
- НП Напрямок прокатки;
- ПН Поперечний напрямок;
- НН Напрямок нормалі;
- НР Напрямок розтягування;
- IXT Інтегральні характеристики текстури;
- ЗВ Знакозмінний вигин;

#### Вступ

#### Актуальність роботи.

Відомо, що утворення структури твердого тіла, що веде його до руйнування (структура руйнування), відбувається набагато раніше, ніж поява мікротріщин, катастрофічний рух яких описується теорією Хіггінса [87].

Таким чином, робота дослідників, спрямованих на вивчення процесів руйнування на самих початкових етапах деградації структури, тісно пов'язана не лише з забезпеченням міцності та надійності структур, але і з елементарними проблемами техніки безпеки. І такі роботи завжди були та будуть актуальними.

Справжні тверді тіла мають складну структурну будову, принципово різну на кожному з масштабних рівнів [87,91,98]. У процесі деформації в твердому тілі зміна структури матеріалу протікає на всіх масштабних рівнях і призводить до розвитку незворотної структури руйнування.

Кожен структурний рівень містить результати всіх процесів, які пройшли на меншмаштабних рівнях.

Процеси на найвищому рівні ще не були описані, і можливості цього опису не вичерпані, побудова еволюції більш глибоких рівнів не є повною [5].

Внаслідок експериментальних досліджень на різних структурних рівнях пластичної деформації та руйнування полікристалів була сформульована гіпотеза щодо ключової ролі цього процесу масштабного рівня субмікротріщин з розмірами 0.1-0.3 мкм. У той же час процес руйнування йде як через виникнення нових мікротріщин, так і через їх розвиток. Співвідношення внеску цих процесів у зміни руйнування є залежним від структури матеріалу та умов його деформації.

Цей рівень називається мікромеханікою пошкодження, тобто етап великого масштабного мікрорівневого рівня, на якому виникає порушення безперервності твердих речовин у вигляді пор, мікротріщин тощо.

У даний час велика кількість експериментальних досліджень проводиться методами малокутового розсіювання X - Rays та електронної мікроскопії зародків

утворення несплошностей у металах та сплавах у місцях локалізації зсуву або обертальної деформації. Картини накопичення мікротріщин були отримані під час процесу деформації для Ag, Zn, Fe, Al, W, Mo, Nb, феритної сталі, сталей 12MX, 15MX. Масове утворення та розвиток мікротріщин у полікристалах, спостерігали протягом усього часу знаходження зразків під навантаженням, починаючи майже з моменту навантаження [38].

Загалом, полікристали вивчали без яскраво вираженої текстури, тобто, з мінімальним рівнем анізотропії властивостей.

Метою досліджень дисертації стало вивчення процесів зародження мікроушкодженостей та їх розвитку в текстурованих листах полікристалів зі структурою альфа - заліза при деформаціях розтягуванням, знакозмінним вигином, при дорекристалізаційних та рекристалізаційних відпалах та впливу їх на анізотропію.

**Як об'єкт** дослідження слугували диференціальна структура полікристалу з ОЦК решіткою, її зміни на мікрорівні при деформації та термічній обробці та її зв'язок із макро властивостями сталі та інтегральними характеристиками структури текстурованих листів.

**Предметом** дослідження слугувала феритна сталь підвищеної міцності DC04(0.06% C, до 0.35% Mn, до 0.40%Si, ~ 0.025% S та P) (європейського стандарту) у вигляді листів гарячої прокатки, підданих дорекристалізаційним та рекристалізаційним відпалам з подальшою деформацією розтягуванням, циклічною деформацією знакозмінним вигином.

Методи дослідження: (перераховані використані методи наукових досліджень та змістовно відзначається, що саме вивчалося кожним методом; обґрунтовуєтся вибір методів, що забезпечують достовірність отриманих результатів та висновків);

Для досягнення поставленої мети вирішували такі завдання:

1. Отримати експериментальні дані про структурний та текстурний стан вихідного матеріалу досліджень.

2. Отримати експериментальні дані про вплив температури відпалу на рівень пошкодженості структури сталі DC04 на мікро та нанорівнях та вплив цих ушкодженостей на пружні властивості листів сталі інтегральну та полікристалів. Оцінити пошкодженість таких текстури після вплив дорекристалізаційних и рекристалізаційних відпалів.

 Визначити спосіб розрахунку інтегральних характеристик текстури (IXT) в масштабах листів без використання дифракційних методів для дослідження представницьких об'ємів мікромасштабного рівня.

4. Дослідити вплив пошкоджень на розподіл напруг у представницьких об'ємах.

5. Побудувати схему зміни структури та властивостей листів сталі DC04 після гарячої прокатки та наступних відпалах аж до рекристалізації.

6. Знайти оптимальну схему термічної обробки листів сталі DC04 для отримання еталона з мінімальним рівнем ушкодження.

7. Розробити спосіб створення в плоских зразках досліджуваної сталі контрольованого рівня деформації одновісним розтягуванням та малоциклової деформації знакозмінним вигином.

8. Отримати експериментальні дані про вплив ступеня деформації на рівень пошкодженості структури сталі DC04 на мікро та нанорівнях та вплив цих ушкодженостей на пружні властивості листів сталі та інтегральну пошкодженість таких полікристалів. Оцінити вплив текстури на рівень локальної пошкодженості та анізотропію властивостей пружності.

9. Отримати експериментальні дані з анізотропії пружних властивостей, зародження та розвитку пошкоджень в областях розтягування та стиснення деформованих циклічними згинами зразків сталі.

10. Побудувати схему текстурних перетворень, зародження та розвитку пошкоджень у листах сталі DC04 під дією деформацій розтягуванням та знакозмінним вигином.

Для вирішення поставлених завдань використовували такі **методи** дослідження:

1. Мікроструктуру сталі у вихідному стані, після відпалів та деформацій розтягуванням вивчали методами електронної мікроскопії на приладі FE-REM scanning elektronen mikroskop ZEISS Supra 55 VP.

2. Текстуру листів сталі вивчали методами зворотної дифракції вторинних електронів (EBSD) на цій же установці з побудовою прямих та зворотних полюсних фігур.

3. Деформацію розтягуванням до різних ступенів деформацій задавали на зразках форми «dogs bone» на універсальній випробувальній машині "Zwick Z100 (100 кН)".

4. Деформацію знакозмінним вигином задавали на спеціально створеній установці шляхом обкатки на роликах різного діаметру.

5. Модуль нормальної пружності вимірювали акустичним методом за частотою власних коливань зразків, вирізаних із листів або середніх частин рівномірно деформованих зразків виду «dogs bone».

6. Частоту власних коливань вимірювали резонансним способом [27] за допомогою комп'ютерної програми Spectra PLUS [4].

7. Мікротвердість на поверхні листів визначали стандартними методами на мікротвердомірі ПМТЗ під навантаженням 200 Гс.

Наукова новизна: Встановлено механізм залікування дефектів у вигляді різноманітних пошкоджень нижчому масштабному рівні на внаслідок дорекристалізаційних відпалів та зародження нових пошкоджень при процесах отримання рекристалізації. Знайдено область температур відпалів для мінімально пошкоджених еталонів.

Показано, що процеси зародження деформаційних пошкоджень найбільш інтенсивно протікають при малих деформаціях, коли зародки у вигляді мікропорів та мікротріщин формують кластери полів підвищеної напруги і які у свою чергу, провокують зародження нових пошкоджень. Середні та високі деформації сприяють збільшенню та коагуляції зародкових, доводячи, зрештою, до тріщин, рух яких (по Хіггінсу) призводить до поділу кристалічного тіла на частини. **Практична цінність.** У дисертації запропоновано методи знаходження інтегральних характеристик текстури за результатами прямих вимірювань модулів Юнга у площині листів та на підставі цих результатів оцінки рівня пошкодженості листів, призначених для штампування або глибокої витяжки.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами і темами. Дисертація є частиною експериментальних і теоретичних досліджень фізичних процесів у штучних пористих матеріалах, які проводяться на кафедрі інноваційних технологій та методики навчання природничих дисциплін Державного закладу «Південноукраїнський національний педагогічний університет імені К. Д. Ушинського». Дисертація виконувалася в межах теми «Штучні пористі матеріали як основа створення новітніх біосенсорів» (Державний реєстраційний номер: 0122U000850) та теми "Нові комп'ютерні моделі у нанотехнологіях" (Державний реєстраційний номер: 0122U00072).

### Результати дисертації доповідали на:

1. Щорічних семінари кафедри фізики університету К. Д. Ушинського

2. Лукашин В., Бабаджанов М., Брюханов А. А. Диференційна та інтегральна пошкодженності низьковуглеродистої сталі при розтягуванні. Abstracts of I International Scientific and Practical Conference Amsterdam, Netherlands (October 17 – 19, 2022).- p.189-190

URL: <u>https://eu-conf.com/events/an-overview-of-modern-scientific-research-in-</u><u>various-fields-of-science/</u>

3. Ків А.<sup>1,2</sup>, Брюханов А.<sup>2</sup>, Соловйов В.<sup>3</sup>, Кавецький Т.<sup>4,5</sup>, Дячок Д.<sup>2</sup>, Дончев І.<sup>2</sup>, Лукашин В.<sup>2</sup>, Бєлінський А.<sup>3</sup> НЕЗВОРОТНІ ЗАХОДИ СКЛАДНОСТІ ПРОЦЕСІВ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ В МЕТАЛАХ.

VI Міжнародної науково-практичної конференції «Інформаційні технології в освіті, науці і техніці»(ІТОНТ-2022), (Черкаси, 23-25 червня 2022 р.)[Електронний ресурс]. Черкаси: ЧДТУ, 2022. 220 с.

## Результати дисертації опубліковано у статтях:

1. Kiv A., Bryukhanov A., Soloviev V., Bielinskyi A., Kavetskyy T., Dyachok D., Donchev I., Lukashin V. Complex network methods for plastic

deformation dynamics in metals. Dynamics. 2023. V.3. P.34-59. (Scopus, WoS; Open Access)

URL: DOI:10.3390/dynamics3010004

2. Kiv A., Bryukhanov A., Bielinskyi A, Soloviev V., Kavetskyy T., Dyachok D., Donchev I., Lukashin V. Irreversibility of Plastic Deformation Processes in Metals. Lecture Notes on Data Engineering and Communications Technologies. 2023. pp. 425-445.

DOI: 10.1007/978-3-031-35467-0\_26

Briukhanov A., Gerstein G., Volchok N., Numberger F., Lukashin V.,
 Dyachok D. Effect of tension on the formation of local voids and integral damages in
 DC04 steel sheets. Functional Materials. 2022. P 521 – 529.
 DOI: 10.15407/FM29.04.521

4. Dyachok D. A.\*, Lukashin V. V.\*, Volchok N. A.\*, Gorbachev V.E.\*\*, Polyakov S.N.\*\* DETERMINATION OF OPTIMAL SIZES OF SENSORS MEMBRANE ELEMENTS BY MEASURING ELASTIC MODULES USING THE RESONANCE METHOD. Наукові праці ОНАЗ ім. О.С. Попова, 2017, № 2

Структура і обсяг дисертації. Дисертація складається зі вступу, чотирьох розділів, висновків, списку використаних джерел зі 102 найменування. Робота викладена на 136 сторінках і включає 59 рисунків і 4 таблиць.

## РОЗДІЛ 1.РУЙНУВАННЯ МЕТАЛІВ, ПЕРВИННЕ ЗАРОДЖЕННЯ МІКРОПОШКОДЖЕНЬ НА МІКРО- ТА МЕЗОРІВНЯХ

#### 1.1. Руйнування полікристалів (основні уявлення)

Руйнування є завершальним етапом у «житті» матеріалу або деталі. Воно може відбутися як під час технологічної обробки матеріалу, так і в процесі експлуатації готового виробу. Руйнування полягає у порушенні цілісності заготівки або деталі та розділенні їх на різні частини [31].

Таке розділення зазвичай відбувається внаслідок проходження тріщини через те чи інше утворення заготівки або зразка, на прикладі якого ми будемо розглядати процес руйнування. Процес макроскопічного руйнування починається з утворення в ньому мікроскопічних тріщин, які за певних умов можуть рости і розвиватися [57].

Спочатку процеси руйнування аналізувалися у межах макромеханіки, і лише в останні десятиліття, з розвитком сучасних експериментальних методів локального структурного дослідження матеріалів, наука про руйнування збагачена фізичними моделями, які описують його на мезо- і мікрорівнях.

Зокрема, стало можливим експериментальне вивчення локальної пластичної деформації в близькості вершини рухомої тріщини, що призвело до суттєвої зміни початкового уявлення про те, що крихке руйнування відрізняється від в'язкого відсутністю супутньої пластичної деформації [45, 68].

#### 1.2. Основні види руйнування

У макроскопічних теоріях міцності залежно від виду напружень, що викликають руйнування, розрізняють руйнування відривом і руйнування зсувом. Відрив відбувається внаслідок дії нормальних розтягувальних напружень, а зсув — внаслідок дії дотичних напружень. Вважається, що відрив може відбуватися без попередньої макропластичної деформації, тоді як зсуву завжди передує така деформація. За цим же принципом розрізняють крихке і в'язке (пластичне) руйнування, часто маючи на увазі, що крихке руйнування здійснюється відривом, а в'язке руйнування — зсувом. Перехід від крихкого відриву до в'язкого зсуву в механіці пов'язують зі способом навантаження, який характеризується коефіцієнтом м'якості  $\alpha = t_{max} / S_{max}$ , де  $t_{max}$  и  $S_{max}$  – максимальні дотичне та нормальне напруження відповідно. При цьому враховуються також співвідношення опору відриву  $S_{\text{відр}}$  до опору зсуву  $t_{3c}$  і опору початкової пластичної деформації  $t_{T}$ , що є характеристиками матеріалу. Для прикладу в табл. 1.1 наведені приблизні величини опору відриву  $S_{\text{відр}}$  і зсуву  $t_{3c}$  для деяких металевих матеріалів.

Таблиця 1.1

Матеріал	Термообробка	<b>Ѕ</b> відр Мпа	<b>t</b> зc Мпа
Карбід вольфраму	-	350	1000
Алюмінієві сплави	гартування+старіння	260	250
Залізо	відпал	700	430
Хромиста сталь	гартування+відпуск	2060	1420

Типові значення опору відриву S<sub>відр</sub> і зсуву t<sub>зс</sub>

Якщо  $S_{\text{відр}} \ll t_{3c}$ , то матеріал повинен бути схильним до крихкого руйнування шляхом відриву, а якщо  $S_{\text{відр}} \gg t_{3c}$ , то слід очікувати в'язке руйнування шляхом зсуву. При  $S_{\text{відр}} \approx t_{3c}$  схильність матеріалу до обох видів руйнування буде близькою. Якщо ж при навантаженні, перш ніж почнеться пластична деформація, буде досягнуто умову  $S_{\text{max}} \ge S_{\text{відр}}$ , то руйнування відбуватиметься шляхом відриву. Якщо матеріал настільки крихкий, що  $t_{T} = t_{3c}$ , то за будь-яких умов навантаження він не буде пластично деформуватися. Однак серед металів і сплавів таких матеріалів немає – у всіх металевих матеріалів  $t_{T} < t_{3c}$ . Тому, змінюючи умови випробувань, будь-який з них можна змусити пластично деформуватися [2,45].

#### 1.3.Зародження тріщини

Міцність більшості матеріалів на кілька порядків менша за теоретичну міцність на розрив, отриману в припущенні одночасного розриву міжатомних зв'язків по всій площині руйнування. Це змушує припустити, що розрив міжатомних зв'язків відбувається не одночасно по всій площині, а послідовно аналогічно тому, як розповсюджується зсув по площині ковзання при русі дислокації.

Таке положення реалізується при просуванні вздовж площини руйнування гострої тріщини, яка викликає концентрацію напруг у її вершині та послідовний розрив зв'язків між атомними парами, що зустрічаються на шляху тріщини.

Тому вивчення процесу руйнування повинно починатися з аналізу виду та особливостей виявлених у матеріалі тріщин. Далі робота зводиться до вивчення поведінки тріщин, що містяться в полікристалі.

За механізмом зародження тріщин вони принципово не відрізняються. Вважається, що в момент зародження мікротріщина має довжину ~ 10<sup>-4</sup> мм. Зародження тріщини є наслідком сильної локальної концентрації напруг поблизу дислокаційних конфігурацій, що формуються при попередній пластичній деформації. Найчастіше тріщини виникають у головках скупчень дислокацій поблизу якихось бар'єрів: включень вторинних фаз, границь зерен, двійників тощо.

У безпосередній близькості від бар'єру (рис.1.1) крайові дислокації в плоскому скупченні можуть під дією напруг виявитися настільки тісно притиснутими одна до одної, що порожнини під їхніми екстраплощинами зливаються, утворюючи зародкову мікротріщину. Ця тріщина розташована в площині, перпендикулярній площині ковзання дислокацій, під дією розтягування внаслідок концентрації зсувних напруг у головній частині скупчення. При такій моделі тріщина виникає при величині локальних зсувних напруг у вершині скупчення 10<sup>-1</sup> ГПа, що відповідає утворенню скупчення з дислокацій. Запропоновано ще ряд механізмів тріщиноутворення, що базуються на розгляді різних варіантів протікання дислокаційних процесів, а також розповсюдження

двійників деформації та міжзерених зсувів. Для більшості таких механізмів загальним є розкриття тріщини внаслідок виникнення перешкод на шляху рухомих дислокацій і двійників або взаємна невідповідність атомних зсувів, пов'язаних з одночасним протіканням цих процесів. [16,70]



Рис.1.1. Схема зародження тріщин у дислокаційних бар'єрах

#### 1.4. Критерій Гріффітса для росту крихкої тріщини

Якісна різниця між тріщинами пов'язана з їх енергоємністю та швидкістю поширення. При вязкому руйнуванні тріщина розповсюджується з відносно малою швидкістю, що є порівнянною зі швидкістю деформації зразка. В разі ж крихкого руйнування швидкість поширення тріщини є дуже великою, досягаючи 0,4-0,5 швидкості поширення звуку в матеріалі зразка. Умова росту тріщини в крихкому тілі вперше була знайдена Гріффітсом на ідеально основі Розглядаючи Гріффітс енергетичних міркувань. енергетичний баланс, враховував три компоненти енергії: (1) енергію прикладених сил; (2) поверхневу енергію тріщини; (3) пружну енергію деформованого тіла [21]. Перша з них сприяє розвитку тріщини, друга перешкоджає цьому, третя може діяти як у тому, так і в іншому напрямку в залежності від умов навантаження. В теорії Гріффітса розглядається пластина одиничної товщини, ЩО підлягає рівномірно розподіленому навантаженню. Запасена пружна енергія А в одиниці об'єму

пластини без тріщини характеризується площею трикутника під пружним сегментом кривої навантаження на діаграмі σ–ε (рис. 1.2):



Рис.1.2

$$A = \frac{1}{2}\sigma \varepsilon = \frac{1}{2} \cdot \pi \sigma^2 / E$$
(1.1)

При виникненні в пластині тріщини довжиною 2a під прямим кутом до напрямку напруги вивільняється пружна енергія в зоні тріщини, яка має форму еліпса з півосями **a** та 2a, тобто в області об'ємом  $2\pi a^2$ . При цьому пружна енергія пластини зменшується на величину *W*:

$$W = \frac{1}{2} \sigma^2 / E \cdot 2\pi a^2 = \pi \sigma^2 a^2 / E .$$

Утворення тріщини вимагає витрат енергії, оскільки виникають дві нові поверхні з питомою поверхневою енергією о<sub>s</sub>. Повні витрати енергії *U* 

$$U = 4\sigma_s a \tag{1.2}$$

Загальна зміна енергії пластини U', пов'язана з утворенням тріщини, дорівнює

$$U' = U - W = 4 \sigma_s a - \pi \sigma^2 a^2 / E .$$
 (1.3)

Якщо вивільнена упруга енергія при збільшенні довжини тріщини на **da** перевищує витрати на поверхневу енергію при такому ж збільшенні довжини

тріщини, то тріщина стане нестабільною, і її подальше розповсюдження стане неконтрольованим.

У цьому зв'язку говорять про докритичний (стабільний) і закритичний (нестабільний) ріст тріщини.

Умова переходу до нестабільного росту тріщини при заданому зовнішньому напруженні  $\sigma_d$ , яке називається руйнівним напруженням, така:

dU'/da = 0 a foo 4 oS-2 πo2a /E = 0, (1.4)

тобто  $\sigma_d$ , = (2 *E* oS/na)<sup>1/2</sup>. (1.5)

Якщо розтягувана пластина має достатньо велику товщину, у вершині тріщини виникає об'ємний напружений стан тривісного розтягування. Для цього випадку критерій Гріффітса записується в іншій формі:

$$\sigma_d, = [2 E oS/(1-V2) \Pi a)]^{\frac{1}{2}}$$
(1.6)

Згідно з рівняннями (1.5) і (1.6), при розвитку тріщини з ростом її довжини необхідне для цього напруження повинно знижуватися. Отже, розглянутий процес розвитку крихкої тріщини повинен бути самоприскорювальним.

Теорія Гріффітса передбачає чисто пружну поведінку матеріалу в процесі руйнування і наявність дефектів певного розміру до навантаження. Коли прикладене напруження перевищить критичне значення  $\sigma_d$  (1.5), dU'/da стане меншим за нуль, і тріщина буде розповсюджуватися спонтанно без подачі енергії ззовні. Взаємозв'язок (1.5) добре виконується для ідеально хрупких аморфних матеріалів. Зокрема, сам Гріффітс проводив експерименти на скляних колбах різного діаметра, навантажуючи їх внутрішнім тиском після нанесення тріщин відомої довжини за допомогою алмазного інструмента.

Знайдені з експериментів значення добутку  $\sigma_d a^{\frac{1}{2}}$  дійсно виявились постійними з дуже незначним розкидом для тріщин різної довжини, а визначене за формулою (1.5) значення добутку *E* oS добре співпадає з розрахованим за значеннями *E* та oS, отриманим з незалежних експериментів. [49, 69]
## 1.5. Пластична деформація в області тріщини

Для металів, що руйнуються з помітною пластичною деформацією, теорія крихких тріщин Гріффітса в її первісній формі непридатна. Розрахунки за формулами Гріффітса для металів дають або нереально занижені значення руйнівного напруження для певних розмірів тріщин, або невиправдано великі розміри тріщин для відомого напруження.

Причина цих розбіжностей полягає в тому, що при рості крихкої тріщини в пластичних матеріалах витрачається значна робота на пластичну деформацію об'ємів, прилеглих до поверхні зламу.[71]

Пластична деформація поблизу вершини тріщини здійснюється шляхом руху дислокацій у відносно тонкому шарі, в якому напруження перевищує границю текучості матеріалу. [96] При цьому протікання цієї пластичної деформації визначається особливостями розподілу напружень поблизу вершини тріщини. Згідно з проведеним в рамках теорії пружності розглядом, у вершині тріщини довжиною 2a з радіусом у вершині  $r_{cr}$ , розташованої перпендикулярно напрямку прикладеного напруження, має місце концентрація напружень, при якій співвідношення між величиною прикладеного напруження  $\sigma$  і локальним розтягуючим напруженням  $\sigma_{max}$  таке:

$$\sigma_{\max} = \sigma q = \sigma \left[ 1 + 2 \left( \frac{a}{r_{\rm cr}} \right)^{1/2} \right], \tag{1.7}$$

де q - коефіцієнт концентрації напружень.

Формула (1.7) показує, що для максимально гострої тріщини при  $r_{cr} \rightarrow 0$  $\sigma_{max}$  необмежено зростає, так що при будь-яких кінцевих *a* та  $\sigma$  має відбутися руйнування, що не відповідає реальному положенню справ. Ця невідповідність викликана тим, що формули теорії пружності, що працюють зі суцільним середовищем, непридатні при зменшенні розмірів розглядуваних областей до міжатомних, оскільки при цьому середовище перестає бути однорідним і безперервним. Однак виявляється, що коефіцієнт концентрації **q** навіть при

 $r_{cr} \to 0$  можна приблизно вважати рівним  $1 + 2\left(\frac{a}{b}\right)^{\frac{1}{2}}$ , де *b* - міжатомна відстань.

Внаслідок концентрації напруг поблизу вершини гострої тріщини локальні напруги завідомо перевищать границю текучості матеріалу, тому критерію Гріффітса потрібні зміни, що враховують енергетичні витрати в зоні пластичної деформації поблизу вершини тріщини. Для цього у первісному виразі для критерію Гріффітса (1.5) питому поверхневу енергію  $\sigma_s$  замінюють на суму  $\sigma = \sigma_s + \sigma_{pl}$ , де  $\sigma_{pl}$ - робота пластичної деформації, яка витрачається на ріст тріщини.

У більшості випадків  $\sigma_{pl} \sim (1.8)10^3 \sigma_{pl}$ , так що критерій Гриффітса для металу можна приблизно записати як

$$\sigma_{\rm cr} \gg (2 E \sigma_{\rm pl}/\pi a)^{1/2} \tag{1.8}$$

Таким чином, при розповсюдженні крихкої тріщини в металах має дотримуватися рівність між енергією, що вивільняється при пружній деформації, та роботою пластичної деформації. Оскільки  $\sigma_{pl}$  значно більша  $\sigma_S$ , критична довжина тріщин у металах має величину порядку міліметрів, тоді як у справжньо крихких матеріалах, наприклад, склі, — мікрометри.

Для характеристики роботи, яку потрібно витратити на утворення нової поверхні тріщини одиничної довжини або переміщення фронту тріщини одиничної довжини на одиничну відстань, використовується параметр Ірвіна G [97], який також називають опором просуванню тріщини.

$$G = dW/da = \pi\sigma^2 a / E \tag{1.9}$$

Цей параметр дорівнює першій похідній упругої енергії (1.1), що виділяється при розкритті тріщини, по довжині тріщини.

Переписавши критерій Гріффітса (1.8) у вигляді

$$\pi \sigma^2 a / E = 2 \sigma_{\rm pl}, \tag{1.10}$$

ми виявляємо, що вираз зліва, рівний параметру Ірвіна G (1.9), визначає максимальну величину роботи пластичної деформації, пов'язаної з ростом тріщини довжиною *2a*, при якій під дією напруги σ ця тріщина рухається як крихка. Тому параметр G використовують як енергетичний критерій руйнування.

Переписавши критерій Гріффітса (1.8) у вигляді:

$$\sigma (\pi a)^{1/2} = (2 E \sigma_{\rm pl})^{1/2} , \qquad (1.11)$$

використовуємо ліву частину рівняння (1.11) як параметр К, який є силовим критерієм руйнування і пов'язаний з енергетичним критерієм G наступним співвідношенням:

$$\boldsymbol{G} = \boldsymbol{K}^2 / \boldsymbol{E} \tag{1.12}$$

Параметр *K* характеризує локальне підвищення рівня розтягуючих напружень у вершині тріщини і називається *коефіцієнтом інтенсивності* напружень *K*. Цей коефіцієнт інтерпретується як напруження, що діє перед вершиною тріщини вздовж напрямку її розповсюдження на відстані  $\frac{1}{2}\pi$  (мм) від вершини.

Якщо ми знаємо величину **К** в якийсь момент розвитку тріщини, то, розділивши його на  $\frac{1}{2}\pi$  отримаємо значення напруження в точці, що розташована на 1 мм від вершини тріщини в напрямку її подальшого розвитку.

В залежності від характеру взаємного зсуву поверхонь розкриваючої тріщини використовують різні коефіцієнти інтенсивності напружень. У найбільш важливому для практики випадку розкриття тріщини під дією розтягуючих напружень розглядається коефіцієнт інтенсивності напружень  $K_1$ . При оцінці опору руйнуванню найбільш важливим є коефіцієнт інтенсивності напружень, а також опір просуванню тріщини в момент початку закритичного розвитку тріщини, коли її довжина a в рівнянні (1.9) досягає критичної величини[64].

Залежно від того, чи розповсюджується тріщина по тілу зерна або по границях зерен, розрізняють, відповідно, транскристалітне (внутризерне) і інтеркристалітне (міжзерене) руйнування [90]. В'язке руйнування зазвичай є внутризерним, тоді як міжзерене руйнування - крихким (рис. 1.3).



Рис.1.3.

**В'язкий** злам утворюється системою «тяжів», які на рис. 1.3а виглядають як світлі границі, які розділяють різні частини зереної структури, що насправді є луночками.

Крихкий злам представляє собою сукупність плоских граней, які збігаються з границями зерен або кристалографічними площинами ковзання. В'язке руйнування зазвичай відбувається після значної пластичної деформації матеріалу. Основною особливістю в'язкого руйнування є повільний розвиток тріщин і висока енергетичність, зумовлена необхідністю витратити значну роботу на пластичну деформацію поблизу вершини тріщини. Тому в'язке руйнування є найменш небезпечним і навіть бажаним видом руйнування, і йому приділяється багато уваги в технологічних процесах, пов'язаних зі зміною форми металу (штампування, витяжка, просте згинання тощо). Аналіз в'язкого руйнування є дуже важливим у зв'язку з розглядом поведінки металу під час обробки тиском, де мають місце великі пластичні деформації і руйнування, в тому числі в'язке. [54]

Залежно від матеріалу, геометрії зразка, способу та умов навантаження в'язке руйнування може розвиватися різними способами. Тому також варіюється макрогеометрія поверхні руйнування. Особливості в'язкого руйнування відображаються на структурі поверхні руйнування. При візуальному огляді неозброєним оком вона зазвичай матова, нерівна, часто з ознаками пластичної деформації у вигляді грубих смуг ковзання.

Тонку структуру зламу виявляють шляхом фрактографічного аналізу, в останні роки проводимого, як правило, за допомогою отриманої широкого розвитку растрової електронної мікроскопії. Фрактографічний аналіз дозволяє класифікувати вивчені злами і надає важливу інформацію.

Для конструкторів крихке руйнування є набагато важливішим, ніж в'язке. Це найбільш небезпечний вид руйнування, який характеризується катастрофічно великою швидкістю і відбувається під дією відносно низьких напружень.

Згідно сучасним поглядам, в металевих матеріалах ідеально крихкого руйнування не буває, і крихка тріщина, подібно до в'язкої, виникає в результаті пластичної деформації. Її розвиток відбувається в основному на закритій стадії, на відміну від в'язкої тріщини, яка розвивається стабільно. Ймовірність крихкого руйнування зростає зі збільшеням твердості і підвищенням показника трьохосьовості схеми навантаження.

При транскристалітному руйнуванні крихка тріщина (тріщина сколу) зазвичай розповсюджується вздовж кристалографічних площин з малими індексами. Так, в ҐЩУ металах площинами сколу є площини (0001), в ОЦК металах - площини {001}; однак в ГЦК металах тріщини сколу зазвичай не спостерігаються. Серед однофазних матеріалів до крихкого інтеркристалітного руйнування особливо схильні метали і сплави технічної чистоти, в яких розвинута зерногранична сегрегація домішок, в результаті чого поверхнева енергія границь зменшується, полегшуючи таким чином розвиток тріщини по границях. Коли по границях зерен розташовані прошарки другої фази, тріщина, що розповсюджується по міжфазній поверхні, може також йти вздовж поверхні сколу всередині включень.

Існують два основних способи формування поверхні зламу: (1) шляхом зародження, росту і злиття безлічі мікротріщин та (2) шляхом зародження тріщини сколу і її розповсюдження. [81]

По Гриффітсу, величина напруги, при якій тріщина розповсюджується як крихка, є функцією модуля пружності E, поверхневої енергії стінок тріщини  $\sigma_s$ , роботи пластичної деформації  $\sigma_{pl}$  і довжини тріщини a. Модуль пружності є константою матеріалу, і його можна суттєво змінити лише шляхом сильного легування. Поверхнева енергія  $\sigma_s$  також важко підлягає регулюванню, тим більше, що фактори (в основному легування), які збільшують  $\sigma_s$ , часто ускладнюють пластичну деформацію, зменшуючи  $\sigma_{pl}$ . Залишаються два параметри ( $\sigma_{pl}$  і a), через які зазвичай і впливають на величину руйнівної напруги.

Температура крихко-в'язкого переходу чутлива до структури матеріалу і вмісту в ньому домішок, особливо – домішок впровадження в ОЦК металах. Метали і сплави, у яких температура переходу з пластичного стану в крихке лежить вище кімнатної, називають холодноламкими. Проблема холодноламкості особливо гостра для багатьох металів і сплавів з ОЦК решіткою.

В дуже чистих монокристалах ОЦК металів крихке руйнування не спостерігається до найнижчих температур; але при наявності, наприклад, в залізі всього 0,04-0,10 % (ат.) вуглецю вже можна виявити крихко-в'язкий перехід. В металах групи VI (Сг, Мо, W) він проявляється при ще менших концентраціях домішок впровадження. Зі збільшенням їх концентрації температура переходу закономірно підвищується. [72]

Крім того, через низьку границю розчинності домішок впровадження в ОЦК металлах уже при їх малих концентраціях утворюються частинки вторинних фаз (карбідів, оксидів, нітридів та ін.). Це також сприяє крихкому руйнуванню, особливо межзеренному, яке супроводжується виділенням частинок на границях зерен.

В ОЦК металлах міжзерене руйнування часто спостерігається і за відсутності частинок вторинних фаз. В таких випадках його пов'язують з рівноважною сегрегацією домішок на міжзеревих границях, які відрізняються від внутрішніх областей зерен підвищеною спотвореністю кристалічної решітки і, отже, підвищеною розчинністю домішок впровадження. Коли атом домішки впровадження розташовується поблизу дислокаційної лінії, локальна спотвореність решітки виявляється меншою, ніж при його розташуванні в бездефектній решітці. Взаємодія дислокацій і атомів домішок знижує рухливість дислокацій, ускладнюючи таким чином протікання пластичної деформації у вершині тріщини і сприяючи виникненню тріщини. [61]

Полегшенню пластичної деформації у вершині тріщини сприятиме також усунення інших бар'єрів, що гальмують переміщення дислокацій (дислокаційних бар'єрів, дисперсних частинок другої фази тощо).

На схильність ОЦК металів до крихкого руйнування сильно впливають також особливості їх структури, які неявно включаються в критерій Гриффітса через довжину тріщини *а*.

Подрібнення зерна, формування полігональної структури, коагуляція внутрізерневих виділень і подрібнення частинок вторинних фаз, що розташовуються на межзеревих границях, – всі ці фактори перешкоджають росту тріщин. Довжина зародкової тріщини обумовлена ступенем концентрації напруг у місці її виникнення.

Якщо виходити з схеми зародження тріщини у скупченні, то її довжина a визначається потужністю цього скупчення, що є функцією числа систем ковзання і довжини вільного пробігу дислокацій [74]. Чим більше локалізовано переміщення дислокацій в окремих площинах і напрямках, тим більша ймовірність зародження довгих тріщин. І навпаки, якщо дислокації на початкових стадіях деформації переміщуються по безлічі систем ковзання, але на коротші відстані, то зародкові тріщини виявляються коротшими. В першу чергу, цьому сприяє подрібнення зерна. Згідно з теорією крихкого руйнування Котрелла-Петча Tx лінійно пов'язана з Ind-7, де d – розмір зерна, що добре узгоджується з експериментальними даними [81]. Зменшення розміру зерна сприяє зниженню схильності до крихкого руйнування і з іншої причини.

Границі зерен ускладнюють перехід тріщини сколу з одного зерна в інше, оскільки такий перехід пов'язаний із зміною напрямку поширення тріщини через взаємну орієнтацію сусідніх зерен і їх площин сколу. Чим менші зерна, тим

частіше тріщина стикається з їх границями і тим важче розвивається крихка тріщина.

Скоротити шлях зсувів і укоротити зародкову тріщину можна шляхом введення в матричну фазу дозованої кількості частинок другої фази, відстань між якими буде достатньою лише для обмеженого переміщення вільних дислокацій.

## 1.6. Особливості окрихнення ОЦК металів

У випадку ОЦК металів, які, незважаючи на їхню холодностійкість, вдається деформувати "теплою" або холодною прокаткою, де пластичність досягається завдяки металургійним і технологічним прийомам, окрихнення часто відбувається в результаті відпалу, температура якого виявляється достатньо високою для розвитку рекристалізаційних процесів. Зокрема, така ситуація характерна для листових малолегованих сплавів на основі молібдену, що використовувалися як конструкційні матеріали в космічній техніці [86].

Розчинність домішок впровадження в кристалічній решітці Мо суттєво зростає з посиленням її дефектності в процесі пластичної деформації, оскільки, розташовуючись поблизу дислокацій, атоми домішок частково компенсують спотворення, які вносяться в решітку цими дислокаціями, і тим самим сприяють зменшенню її енергії. Тому за допомогою пластичної деформації матриці вдається поступово подрібнити і розчинити частинки фаз впровадження (карбіди, нітриди, оксиди), що зберігаються в напівфабрикаті після плавки. Однак при заключній термообробці отриманих листів, що проводиться як для зняття деформаційного наклепу, так і для імітації умов роботи конструкції, кристалічна решітка Мо вдосконалюється, що призводить до зменшення розчинності в ній домішок впровадження. Внаслідок цього відбувається виділення оксикарбонітридних фаз, частинки яких розташовуються по границях зерен і підвищують схильність листа до крихкого руйнування в умовах навантаження. [98]

Крім того, внаслідок утворення дрібнодисперсних виділень фаз впровадження на площинах сколу {001} рекристалізовані листи молібденових

сплавів, в текстурі яких переважає компонента {001}<011>, виявляють так звану 45°-крихкість. Це проявляється в тому, що при спробі зігнути лист під кутом 45° до напрямку прокатки по лінії цього згину одразу відбувається руйнування, тоді як при інших напрямках згину руйнування відбувається не так легко.[19]

## 1.7. Масштабні рівні руйнування твердих тіл

Реальні тверді тіла мають складну структуру на всіх масштабних рівнях: мікро-, мезо- і макрорівнях. У процесі деформації зміни структури відбуваються на всіх трьох рівнях одночасно. Кожен більш крупний за масштабом рівень включає в себе процеси або їх результати, що протікають на більш дрібному рівні.

Тому для створення теорії руйнування і довговічності конструкційних матеріалів необхідно вибрати в якості основного один з конкретних фізичних масштабних рівнів процесів зміни структури твердого тіла. Але тоді виникає прямий зв'язок між рівнями. І доки не описані процеси вищого масштабного рівня, дані про процеси структурних змін на більш дрібному рівні є надмірними [5].

У [87,91,98] на основі експериментальних досліджень процесу повзучості висунули гіпотезу про ключову роль масштабного рівня 0,1-0,3 мкм. При цьому процес руйнування є пов'язаним з появою різного роду порушень цілісності (пори, мікротріщини), а також їх ростом і коагуляцією. Ефект від цих процесів залежить від самого матеріалу, його структури, умов деформування.

З урахуванням порушення цілісності матеріалу на мікрорівні, розрізняють дві форми руйнування: приховане руйнування — зародження і розвиток мікродефектів, розсіяних по об'єму тіла, і повне руйнування — розподіл тіла на частини.

Дослідження прихованого руйнування в даний час вже не є предметом механіки руйнування, а здійснюється за допомогою методів і теорій нової науки — механіки пошкоджень. Пошкодженість, згідно з [36], трактують як зменшення пружного відгуку тіла внаслідок зменшення ефективної площі елементів, які складають його, що передають внутрішні зусилля від однієї частини тіла до

іншої, що обумовлено, в свою чергу, появою і розвитком розсіяного поля мікродефектів (мікротріщини — при пружності, дислокації — при пластичності, мікропори — при повзучості, поверхневі мікротріщини — при втомі).

Механіка руйнування, механіка пошкоджень і теорії міцності в комплексі формують науку, що має на меті вирішення основної прикладної задачі — оцінки запасу міцності твердого тіла.

Пошкодженість зазвичай розвивається паралельно з пружною або пластичною деформацією твердого тіла або в умовах повзучості. У металевих об'єктах, тобто у пластичних матеріалах, пошкодженість зароджується на рівні виготовлення виробів і напівфабрикатів, у технологіях, де присутня пластична деформація.

Тепер аналіз фізичних процесів у структурі твердого тіла на мікро- і мезорівнях набуває особливого значення, оскільки кінетика зародження і розвитку пошкоджень у металах і сплавах визначає довговічність об'єктів в умовах виготовлення і експлуатації.

У механіці пошкоджень склалися два абсолютно різних уявлення про те, що слід розуміти під самою пошкодженістю [87]. Перше з них сформульоване Пальмгреном, а друге — Л. М. Качановим [91] і Ю. Н. Работновим [98].

Згідно з Пальмгреном-Майнером, мірою  $D_n$  втомлюванісного пошкодження об'єкта є відношення числа циклів навантаження n до довговічності (числа циклів до руйнування) N при заданому рівні циклічних напружень  $\sigma$ 

## $D_n = n/N(\sigma).$

Однак численні експериментальні перевірки показали, що сума накопичених пошкоджень до моменту руйнування не завжди дорівнює одиниці, як того вимагає теорія, а знаходиться в інтервалі (0,2–14). Тому дослідження причин таких відхилень і вдосконалення самої гіпотези тривають.

Модель пошкодженості Качанова-Работнова постулює «сильну» залежність міцності від дефектів і припускає, що дефекти безперервно розподілені (або розсіяні) по об'єму навантажуваного тіла. Основні положення цієї моделі розроблені стосовно повзучості матеріалів і складаються в наступному. Деформація повзучості часто супроводжується поступовим погіршенням структури матеріалу: у ньому виникають малі несплошності, які можуть з'єднуватися між собою, утворюючи невеликі тріщини. В результаті площа, що сприймає навантаження, зменшується, хоча це зменшення може залишатися непомітним.

Такого роду ослаблення або пошкодження виникають у всьому об'ємі навантажуваного матеріалу. В описаному стані звичайне визначення напруження  $\sigma = Q / F_0$  втрачає свій сенс: середнє несуче навантаження Q, площа або «істинна» площа перетину F\*, менше номінальної F<sub>0</sub>. Тому істинне напруження  $\sigma S = Q / F^*$  перевищує  $\sigma$  [42].

## Концепція ефективного напруження

Якщо репрезентативний об'єм (**RVE**) навантаженим силою  $\vec{F} = \vec{n}F$ , то звичайне напруження дорівнює:

$$\sigma = \frac{F}{S}$$

Якщо дефекти розкриті таким чином, що мікросили на поверхнях мікропошкоджень, представлених загальною площею  $S_D$  відсутні, то зручно ввести поняття ефективного напруження  $\tilde{\sigma}$ , віднесеного до площі, яка ефективно протидіє навантаженню –  $(S-S_D)$ :

$$\begin{split} \widetilde{\sigma} &= \frac{F}{\left(S - S_D\right)} = \frac{F \cdot S}{\left(S - S_D\right) \cdot S} = \frac{F}{S} \cdot \frac{1}{\left(\frac{s - s_D}{s}\right)} = \frac{F}{S} \frac{1}{\left(1 - \frac{s_D}{s}\right)} = \frac{F}{S(1 - D)} \\ \widetilde{\sigma} &= \frac{F}{\left(1 - D\right)} \end{split}$$

Цей вираз є ефективним напруженням матеріалу при розтягуванні. При стисненні, якщо деякі дефекти закриваються, пошкодженість залишається незмінною, і площа, яка ефективно протидіє навантаженню, буде більшою, ніж (S–S<sub>D</sub>). Зокрема, якщо всі дефекти закриються, ефективне напруження при стисненні  $\tilde{\sigma}^+$  дорівнює звичайному напруженню  $\sigma$ . Цей ефект детально розглянуто в роботі [43].

Л. М. Качанов увів безрозмірну величину [91], що називається сплошністю і визначається як відношення

$$\Psi = \sigma / \sigma_s.$$

Для непошкодженого матеріалу  $\Psi = 1$ , а для повністю пошкодженого матеріалу

Ψ = 0. Пізніше Ю.Н. Работнов ввів у використання додаткову величину, яка

 $\omega_c = 1 - \Psi,$ 

Як зазначалося раніше, мірою пошкодженості в теорії Гріффітса є довжина тріщини

 $\omega_l = l$ ,

яку можна пов'язати з довговічністю.

Основні уявлення про пошкодженість у механіці розсіяної пошкодженості та в лінійній механіці руйнування є протилежними за підходом.

## Принцип еквівалентності деформації (Леметре, 1971)

Для уникнення проведення мікромеханічного аналізу для кожного типу дефектів та механізму пошкодження необхідно постулювати принцип на мезоуровні. Леметре сформулював цей принцип таким чином:

В термодинаміці постулюється, що термодинамічний стан у точці повністю визначається набором змінних, що залежать від координат цієї точки.

Основні рівняння деформації для мікрооб'єму не змінюються через вплив сусіднього мікрооб'єму, що містить тріщину.[43]

Основний результат: «будь-яке основне рівняння для пошкодженого матеріалу може бути виведене тим самим шляхом, що й для початкового матеріалу, з урахуванням того, що звичайне напруження замінюється ефективним напруженням.»

Звідси випливає закон пружності упруго-в'язкого полікристалу Леметре.:

 Непошкоджений матеріал
 Пошкоджений матеріал

 D=0
 0 < D < 1</td>

$$\varepsilon_e = \frac{\sigma}{E}$$
  $\varepsilon_e = \frac{\sigma}{E(1-D)}$ 

Модуль пружності пошкодженого матеріалу, що визначається відношенням  $\widetilde{E} = \frac{\sigma}{\varepsilon_e}$ , матиме вигляд:

$$\widetilde{E} = E(1-D).$$

Пошкодженість Роботнова-Качанова (інтегральна) може бути легко виміряна та розрахована за формулою:

$$D = \frac{E - \tilde{E}}{E},$$

## 1.8. Деформаційна пошкодженість, Класифікація типів пошкоджень

Класифікацію деформаційних мікронесплошностей проводять зазвичай за їхньою формою, розміром, місцем локалізації та рядом інших відмінностей. Незважаючи на умовність такої класифікації, корисно виділити деякі її особливості, притаманні реально спостережуваним деформаційним несполучностям. [51]

Форма. 1. Плоска мікротріщина з двома гострими краями. (Подібна мікротріщина може утворитися, наприклад, шляхом її «розкриття» в площині дислокаційного сколу.)

Форма. 2. Плоска клиноподібна мікротріщина з одним гострим краєм. (Утворюється, наприклад, в головці дислокаційного скупчення.)

Форма. 3. Поровидна, близька до сферичної форма мікронесплошності. (Утворюється з клиноподібної мікротріщини шляхом дислокаційного або вакансійного загострення. У випадку зернограничної несплошності вакансійне загострення веде до утворення сферичної пори за умови, що швидкість дифузійного переносу вакансій по вільній поверхні пори суттєво більша, ніж по границі зерна.)

Форма. 4. Загострені з обох сторін, геометрично витягнуті тріщиноподібні мікронесплошності. (Утворюються, наприклад, внаслідок злиття близько розташованих ланцюгів пор або дифузійного зростання деформаційної зернограничної мікронесплошності за умови, що швидкість дифузійного переносу вакансій по границі значно більша, ніж по вільній поверхні несплошності.)

Також виділяють пружні, нестабільні, гострокутні тріщини, які в крайніх випадках представляють розріз тіла кінцевої довжини вздовж будь-якої площини; подібні тріщини-розрізи можуть виникати чисто силовим шляхом.

**Розмір.** Доцільно виділити кілька характерних масштабів деформаційних несплошностей.

1. Субмікронесплошності надатомних («1 нм) розмірів. Згідно з теорією, вони утворюються в перший момент злиття двох заторможених дислокацій або коагуляції надлишкових вакансій.

Експериментально, через ряд причин (зокрема, нестабільності), виявити несплошності таких розмірів практично неможливо.

2. Субмікронесплошності розміром порядку 10<sup>2</sup> нм. Утворюються при деформації за дуже короткий час, «вибухоподібно», і характеризують типовий розмір зародкових несплошностей у твердих тілах.

3. Мікронесплошності мікронного розміру, а також макронесплошності розміром порядку 10<sup>2</sup> мкм і більше.

4. Мікро- та макронесплошності зазвичай співвідносяться з розмірами структурної гетерогенності (для кристалічних матеріалів — відповідно з розмірами субзерен і зерен). Більш крупні деформаційні несплошності є або магістральними тріщинами, або їх попередниками.[52]

**Локалізація.** За місцем локалізації корисно виділити три типи несплошностей:

1. Несплошності, розташовані на поверхні. Формуються при різних видах навантаження, особливо при квазікрихкому і крихкому руйнуванні, при циклічному навантаженні, на пізніх стадіях зносу.

2. Мікронесплошності, розташовані в тонких, порядку десятків мікрон, приповерхневих шарах. У великій кількості виникають у випадку в'язкого руйнування при помірних температурах, при зносі та різного виду поверхневих обробках.

3. Мікронесплошності, які розташовані в об'ємі деформованого матеріалу. Формуються в процесі високотемпературної повзучості на границях зерен, фазових виділень, а також при деформації гетерогенних матеріалів (наприклад, сплавів, що містять крихкі включення, композити).

## Висновки до розділу 1

1. Руйнування металів є складним процесом, який відбувається на різних масштабних рівнях (мікро-, мезо- та макрорівні). Початковим етапом руйнування є зародження мікроскопічних тріщин, які можуть розвиватися і призводити до макроскопічного руйнування.

2. Види руйнування залежать від природи матеріалу і типу напружень. Відрізняють крихке руйнування, яке зазвичай супроводжується відривом, та в'язке руйнування, що відбувається через зсув. Механізми руйнування можна керувати, змінюючи умови навантаження або термообробки матеріалу.

3. Зародження тріщин відбувається внаслідок локальної концентрації напружень поблизу дислокаційних скупчень. Мікротріщини утворюються в зоні дислокацій або інших бар'єрів, таких як границі зерен, і поширюються залежно від локальних умов.

4. **Критерій Гріффітса** для росту тріщин пояснює процес крихкого руйнування через енергетичний баланс між пружною енергією, яка вивільняється, і поверхневою енергією тріщини. Для в'язкого руйнування потрібен облік додаткових витрат на пластичну деформацію.

5. **Особливості поведінки тріщин у металах** пов'язані з пластичною деформацією поблизу вершини тріщини. Для металів критерій Гріффітса модифікується, враховуючи енергію пластичної деформації.

6. **Типи тріщин** у металах поділяються на транскристалітні та інтеркристалітні, причому крихке руйнування часто відбувається на міжзерневих границях, а в'язке руйнування – всередині зерен.

7. **Механіка пошкоджень** досліджує процеси зародження і росту мікротріщин, які впливають на довговічність матеріалів. Пошкодження на мікрорівні є важливими для прогнозування загального процесу руйнування матеріалу.

Таким чином, дослідження руйнування металів на різних масштабних рівнях є важливим для розуміння і прогнозування довговічності матеріалів та їхньої поведінки в умовах експлуатації.

## РОЗДІЛ 2. МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕННЯ МІКРОСТРУКТУРИ, ТЕКСТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТЕЙ СТАЛІ

## 2.1. Кристалографічна текстура та методи її вимірювання

Кристалографічна текстура — це нерівноймовірний розподіл окремих кристалів за орієнтаціями у полікристалічному агрегаті. У процесі зовнішнього впливу на полікристали майже завжди формується переважна орієнтація кристалів, які складають полікристал. Такий стан полікристала і називається текстурою. Переважні орієнтації виникають при обробці металів тиском: при прокатці листів або волочінні дроту кристалічна решітка зерен орієнтується закономірним чином уздовж напряму пластичної деформації матеріалу. Текстура виникає і при рекристалізації холоднодеформованих металів, причому текстура рекристалізації часто відрізняється від текстури деформації. Текстури виникають при кристалізації матеріалів, екструзії порошків, електроосадженні, напиленні тонких плівок та в ряді інших випадків.

Головний інтерес до текстур пов'язаний із тим, що вони викликають анізотропію властивостей. У зв'язку з цим всі методи дослідження текстур засновані експериментальному вимірюванні анізотропії на властивостей полікристалів. Інформативність результатів вимірювань анізотропії властивостей залежить, перш за все, від симетрії самої властивості. Чим нижча симетрія властивості, тим більшу інформативність про орієнтаційний розподіл кристалів вона містить. Найнижчою симетрією володіє властивість кристала дифрагувати промені в різних напрямах. Тому рентгенівські рентгенівські метоли дослідження текстур і отримали найширше розповсюдження [9, 83].

Для оцінки текстур використовують також дані щодо експериментальної анізотропії фізичних властивостей полікристалів високих симетрій. Це стосується кінетичних властивостей, пружних, магнітних. Кінетичні властивості, такі як електропровідність, теплопровідність, коефіцієнт теплового розширення, описуються тензорами другого рангу і є ізотропними стосовно полікристалів з кубічною симетрією окремих елементів. Тому анізотропія таких властивостей не використовується для оцінки текстур кубічних металів, але зручна для опису текстур гексагональних металів. Симетрія пружних властивостей, наприклад модуля Юнга, відповідає тензорному описанню четвертої розмірності і тому успішно застосовується для визначення характеристик текстури кубічних металів. На основі вимірювання магнітних властивостей побудовані магнітні анізометри [89], які отримали широке розповсюдження для контролю текстур трансформаторних сталей. Однак методи дослідження текстур, які засновані на вимірюваннях анізотропії тензорних властивостей, зручні при вивченні відносно простих текстур. Вони дають у певному сенсі усереднені дані про текстуру і не містять даних про особливості складних, багатокомпонентних текстур. Тому для суто наукових досліджень, метою яких є встановлення механізмів пластичної деформації. рекристалізації, орієнтаційних співвідношень при фазових перетвореннях тощо, переважно користуються рентгенодифрактометричними методами дослідження текстур [34].

Для спрощення розгляду кристалографічних задач площини кристалів або нормалі до них проектують на різні поверхні (площина, сфера), що призводить до формування різного роду кристалографічних проекцій. Сферична та стереографічна проекції.

Будь-який довільний, в тому числі кристалографічний, напрямок у просторі може бути представлений у вигляді двох взаємопов'язаних образів (рис. 2.1, а).



Рис. 2.1. Стереографічна та гномостереографічна проекції виходу кінця вектора на сферу проекцій.

Для цього будується сфера довільного радіуса з центром О і південним полюсом S. Точка перетину напряму OK із поверхнею сфери – Р – є сферичною проекцією (образом) напряму OK. Лінія SP перетинає екваторіальну площину в точці Р', яка є стереографічною проекцією напряму OK на цій площині (рис. 2.1).

Напрям у виробі, паралельно якому встановлюється певний кристалографічний напрямок кристалів, називається віссю орієнтації. Кристалографічний напрямок, який встановлюється паралельно осі орієнтації, називається віссю текстури. [30]

Проведемо нормалі до всіх площин монокристалу, що належать до одного сімейства {hkl}. Сукупність отриманих напрямків називається полярним комплексом. Точки перетину напрямків полярного комплексу зі сферою (полюси) утворюють гномосферичну проекцію площин {hkl}. Точки, отримані в результаті проекціювання полюсів на екваторіальну площину сфери, утворюють гномостереографічну проекцію площин {hkl} кристалічного зразка (Рис. 2.2).

Головна відмінність "гномо" проекції від звичайної полягає в тому, що будь-яка точка на ній зображає не напрямок, а площину.



Рис. 2.2. Гномостереографічна проекція площини {111} одиничної кубічної комірки, що має орієнтацію (001)[100].

**Прямою полюсною фігурою (ППФ)** називається гномостереографічна (або рівновелика) проекція певної сукупності кристалографічних площин {hkl} (стереографічних проекцій нормалей N<sub>hkl</sub> до площин {hkl}) для всіх кристалітів (зерен) даного полікристала.

Положення точок полюсної фігури визначається двома кутами:  $\alpha$  і  $\beta$ , де  $\alpha$  — радіальна координата, яка змінюється від 0 до 90°, а  $\beta$  — азимутальна координата, яка змінюється від 0 до 360°.

У випадку аксіальної текстури (рис. 2.3) площина проекції, як правило, вибирається паралельною або перпендикулярною осі текстури.



Рис. 2.3. Аксіальна текстура

Тоді для нетекстурованого матеріалу ППФ представляє собою коло проекцій, рівномірно заповнене нормалями *Nhkl*. При наявності текстури полюсна фігура виявляється заповненою нормалями *Nhkl*.

Характер розподілу полюсів (проекцій нормалей) залежить від типу текстури, її розсіювання, а також від того, для яких конкретно площин  $\{h_ik_il_i\}$ побудована дана полюсна фігура і як її вибрано. Для аксіальної однокомпонентної текстури нормалі *Nhkl* від площин  $\{hkl\}$ , нахилених під кутом  $\rho$  до <uvw>, описують конус навколо осі текстури з кутом піврозкриття  $\rho$ .



Рис. 2.4. Текстура в плоскому зразку (ліворуч) і відповідна їй полюсна фігура (праворуч).

У випадку обмеженої текстури (текстура прокатки) площина проекції вибирається паралельною площині прокатки Q (див. Рис. 2.4) [80]. Спосіб опису текстур за допомогою кристалографічної площини, що збігається за орієнтацією з площиною прокатки, та напряму, що збігається з головним напрямом листового об'єкта, отримав назву методу ідеальних орієнтацій. Комбінації з таких площин і напрямків називаються ідеальною орієнтацією (IO) (hkl)[uvw], а для серії рівнозначних IO — {hkl}<uvw>.

В основі методів дослідження текстур рентгенографічними та іншими дифрактометричними методами лежить рівняння Вульфа-Брегга [82]. Воно встановлює зв'язок між структурою кристала (міжплощинною відстанню d), падаючим пучком рентгенівських променів (його довжиною хвилі  $\lambda$ ) та дифракційною картиною, кутами Вульфа-Брегга  $\theta$ , під якими в просторі поширюються дифраговані промені:  $2d \cdot \sin \theta = n\lambda$ . (2.1)

Якщо зразок являє собою полікристалічний матеріал зі значною кількістю хаотично орієнтованих кристалітів, картина дифракції рентгенівського випромінювання на полікристалі представляє собою систему коаксіальних конусів (дебаєвських конусів), вісь яких збігається з напрямком первинного променя, причому кожен конус відповідає певній системі паралельних площин {hkl}. На рентгенівській плівці виявиться серія концентрованих кіл, центром яких буде слід первинного променя на плавці. На ренгенограмі нетекстурованого полікристала лінії будуть рівномірно потемнені.[93]

При наявності текстури лінії виявляються затемненими нерівномірно. На рентгенограмі текстурованого зразка в деяких місцях інтерференційних кілець спостерігається збільшення інтенсивності, одночасно в інших місцях інтерференційного кільця інтенсивність послаблюється до нуля. (рис 2.5.)



Рис. 2.5. Картини дифракції рентгенівського випромінювання для текстурованого полікристалу

Для запису розподілу інтенсивності рентгенівських променів по кільцю Дебая сконструйовано сам дифрактометр, а також гоніометр і текстурну приставку.



Рис. 2.6. Схематичне зображення гоніометра: 1 – джерело випромінювання (фокус трубки), 2, 5 – щілини Соллера, 3 – щілина розходження, 4 – протирасіяльна щілина, 6 – приймальна щілина, 7 – детектор

Гоніометри бувають вертикального та горизонтального  $\theta_s - \theta_d$  типу. Вони відрізняються напрямком осей. Дифрактометри типу ДРОН використовують вертикальну схему гоніометра, а Сіменс – горизонтальну. Фокусуюча геометрія в обох випадках – за Брэггом-Брентано. Такий тип дозволяє вести зйомку дифракційної картини з нерухомого горизонтально розташованого зразка, а другий – з вертикального.

При падінні пучка рентгенівських променів на полікристалічний зразок утворюється інтерференційна картина у вигляді системи дебаєвських конусів (Рис. 2.5). Змінюючи кут 20 відповідно до закону Вульфа-Брэгга, отримаємо в відбитому стані ту чи іншу систему кристалографічних площин. За допомогою спеціальної текстурної приставки розподіл інтенсивності відбитих рентгенівських променів по дебаєвському кільцю описується у вигляді кривої максимумів шляхом обертання зразка навколо нормалі до нього (осі гоніометра) по куту β (рис.2,7). Далі нахиляємо зразок під різними кутами до осі гоніометра, і в відбивальне положення потраплять усі кристалографічні площини, які не лежать паралельно площині зразка, а також усі інші, що утворюють з площиною зразка кути α.



Рис. 2.7. Формування кривої полюсної густини

Крива полюсної густини фактично демонструє розподіл інтенсивностей відбиття рентгенівських променів по кутах α (азимутальному) і β (радіанному) на сфері проекцій. Тепер, скориставшись сіткою Болдирєва, побудова гномостереографічної проекції сфери на екваторіальну площину у вигляді прямої полюсної фігури не представляє суттєвих труднощів [8].

# 2.2. Дослідження локальної структури і текстури полікристалів методами електронної мікроскопії

мікроскопія Електронна € ОДНИМ 3 найважливіших інструментів нанотехнологій та одним з основних прямих методів дослідження будови наноструктур. Її основними перевагами перед іншими методами є пряме миттєве формування зображення (включаючи спостереження швидкопротікаючих процесів in situ, тобто безпосередньо в процесі), висока роздільна здатність (до 0,1 нм для сучасних моделей мікроскопів провідних світових фірм), широкий діапазон легко змінюваних збільшень, велика глибина різкості при високій роздільній здатності, можливість дифракційного дослідження (і, відповідно, отримання різноманітної інформації про внутрішню структуру будь-якого об'єкта конденсованого стану: будова, упорядкування, дефектність і т.і.).

Для аналізу наноматеріалів застосовують як просвічуючу, так і скануючу високороздільну електронну мікроскопію (ВРЕМ).

## 2.3. Прямий метод спостереження пошкоджень у полікристалі за допомогою вторинних електронів

При падінні пучка електронів на зразок формуються кілька видів випромінювання (рис. 2.8). Це відбиті електрони, Оже електрони, вторинні електрони, суцільне рентгенівське випромінювання та характеристичне рентгенівське випромінювання.



Рис. 2.8. Глибина областей зразка, що генерують деякі види випромінювання.



Рис. 2.9. Схема реєстрації інформації про об'єкт у скануючому електронному мікроскопі (СЕМ). 1 – первинний пучок електронів; 2 – детектор вторинних електронів; 3 – детектор рентгенівського випромінювання;
4 – детектор відбитих електронів; 5 – детектор світлового випромінювання;
6 –детектор пропущених електронів; 7 – детектор поглинутих електронів

Для дослідження структури поверхні найбільш інформативним € випромінювання вторинних електронів, яке дає пряме зображення стану рельєфу поверхневого шару зразка. Завдяки маленькій довжині хвилі де-Бройля (1-5 нм), здатність електронних мікроскопів, роздільна що використовують це випромінювання, надзвичайно висока (2-8 × 10<sup>-10</sup> м). Відповідно, збільшення такого мікроскопа досягає 300-50 000. Мікроскопи, які сконструйовані для таких цілей, називаються скануючими або, за європейською термінологією - (REM), растровий електронний мікроскоп (РЕМ).

Пошкодження, що виникли в полікристалі в процесі впливу на нього зовнішніх полів, виявляються в результаті підготовки зразків і стають видимими в полі вторинних електронів. Принципова схема скануючого електронного мікроскопа наведена на рис. 2.10.



Рис. 2.10. Принципова схема скануючого (растрового) електронного мікроскопа: 1 – електронна пушка; 2 – блок електромагнітних лінз; 3 – об'єкт дослідження; 4 – відхиляюча котушка; 5 – детектор; 6 – фотомножник; 7 – електронно-променева трубка

РЕМ застосовують також для дослідження різних технологічних процесів (наприклад, дефектів мікросхем), для аналізу біологічних об'єктів тощо. Потік електронів формує освітлювач – електронна пушка 1 (прискорювальне напруження в СЕМ складає U = 1...50 кВ). За допомогою блоку електронних лінз 2 електрони фокусуються на поверхні зразка 3 в пляму (електронний зонд) діаметром  $\Phi \approx 1$  мкм. З допомогою відхиляючої котушки 4 відбувається сканування електронного зонду по поверхні об'єкта.

Електронна пляма, рухаючись по поверхні, утворює на ній «розгортку», систему рядків – растр. Виникаюче в результаті взаємодії електронного пучка з досліджуваним матеріалом випромінювання за допомогою детектора 5 перетворюється в електричний сигнал, який подається на керуючий електрод екрану. Відхилення електронного променя на екрані здійснюється синхронно з рухом електронного зонду по поверхні об'єкта, що дозволяє на екрані спостерігати збільшене зображення поверхні досліджуваного матеріалу.[101,87]

Корисне збільшення в СЕМ складає 15…50000. Роздільна здатність у СЕМ нижча, ніж у ПЕМ, і складає 30…200 Å. Глибина різкості в РЕМ ≈ 0,6…0,8 мм. Завдяки великій глибині різкості ПЕМ дає можливість отримувати чіткі зображення з характерним тривимірним ефектом.

## 2.4. Аналіз текстур методом дифракції зворотних електронів

При опроміненні зразка пучком високоенергетичних електронів в РЕМ вони починають дифундувати в матеріал об'єкта. Взаємодія електронів з електричними полями решітки призводить до багаторазових змін їх траєкторії, в результаті чого формуються області взаємодії, які значно перевищують діаметр електронного пучка. На рис. 2.11. показані розрахункові траєкторії електронів у зразку.



Рис. 2.11. Область взаємодії електронів з електричним полем решітки.

В результаті багаторазових змін траєкторії електронний пучок може покинути об'єм зразка, вийшовши з нього з тієї ж сторони, з якої ввійшов пучок. Такі електрони називаються зворотно розсіяними (back scattered). Володіючи хвилею де-Бройля, ці електрони можуть підлягати дифракції на атомних площинах кристалічної решітки [75]. Така дифракція називається дифракцією Кікучі (Кікучі – японський фізик, який вперше спостерігав і описав це явище в 1928 році) [27].

Механізм дифракції Кікучі виглядає наступним чином:

1. Частина електронів, що потрапляють у зразок, в результаті пружних взаємодій втрачає невелику частину енергії (~1%) і розсіюється в усіх напрямках в відносно малому об'ємі. Тобто область взаємодії можна розглядати як аналог точкового джерела когерентного випромінювання в зразку, на рис. 2.11 – показані траєкторії електронів у нахиленому зразку.

 Якщо для розсіяних електронів виконується умова Вульфа–Брэгга 2dsinθ=nλ для якої-небудь кристалографічної площини, вони відокремлюються («каналізуються») від інших (фонових) електронів в області простору, який є обмеженим парою широких (2θ≈1°) дифракційних конусів (рис. 2.12), викликаючи варіації в густині розподілу відбитих електронів.



Рис. 2.12. Утворення дифракційних конусів зворотними електронами



Рис. 2.13. Утворення ліній Кікучі на екрані як дуг дифракційних конусів

3. Для кожного сімейства площин електрони утворюють свою пару широких конусів, перетин яких площиною (екрана, фотопластинки, детектора) призводить до спостереження ліній Кікучі, що формують картину дифракції зворотно розсіяних електронів. (ДЗЕ) або (EBSD) (Рис. 2.14).



Рис. 2.14. Картина ДЗЕ (EBSD)

Вказане явище дозволяє спостерігати на РЕМ зображеннях кристалічних матеріалів так званий орієнтаційний контраст, оскільки зміна орієнтації решітки призводить до зміни кутового розподілу густини відбитих електронів і, відповідно, до різної їх кількості, зареєстрованої нерухомим детектором для кожного положення електронного зонду на поверхні зразка.

## 2.5. Орієнтаційна мікроскопія

Вид картини дифракції зворотно розсіяних електронів однозначно визначається типом кристалічної решітки досліджуваного матеріалу [53]. Кожному сімейству площин {hkl} відповідає своя Кікучі- лінія.

Перетин полос утворює полюси, що відповідають зонам сімейств площин решітки. Загалом картину дифракції Кікучі можна інтерпретувати як гномонічну проекцію кристалічної решітки, при цьому точка входу пучка в зразок є центром проекції, а центральні лінії Кікучі- лінія — слідами відповідних кристалографічних площин. На картині ДЗЕ (рис. 2.15) чітко видно чотири полюси <111> і характерний сочевицеподібний малюнок, утворений полосами площин сімейства {110}).



Рис. 2.15. Розрахункова картина ДЗЕ аустеніту (а) і стереографічна проекція основних площин кубічної решітки (б). Ось проекції – 001.

В залежності від орієнтації кристалічної решітки картина ДЗЕ змінюється. На рис.2.16 представлено як змінюється картина ДЗЕ в залежності від осі проекції.



Рис. 2.16. Залежність картини ДЗЕ від орієнтації кристалічної решітки

Очевидно, зміна орієнтації кристалічної решітки зразка в просторі призведе до відповідної зміни картини дифракції зворотньо розсіяних електронів. Метод орієнтаційної мікроскопії ґрунтується на тому, що кристалити різної орієнтації утворюють відмінні один від одного картини Кікучі.

#### 2.6. Аналіз текстур методом ДЗЕ

Після побудови орієнтаційної карти обраної ділянки зразка, стає відомою орієнтація елементарної комірки кристалічної решітки (так само як і її тип) в кожній точці растра. Нанести на стандартну гномостереографічну або рівноплощинну проекцію нормалі до заданих сімейств площин не становить труднощів. Сукупність таких проекцій для всіх точок орієнтаційної карти утворює відповідну пряму полюсну фігуру.

На рис. 2.17 наведені ППФ, отримані методом ДЗЕ для центральної ділянки волоченої мідної проволоки (рис. 2.17, а). Аналіз ППФ показує наявність типової для ГЦК металів, що піддалися одноосному розтягуванню, складної аксіальної текстури <100> + <111> з незначним відхиленням від осі волочення.

Програмне забезпечення ДЗЕ-аналізу, як правило, дозволяє виводити текстурну інформацію у вигляді «сирих» даних (на стереографічній проекції відображаються виходи нормалей вибраних сімейств площин для всіх точок орієнтаційної карти (рис. 2.17, в), або з перерахунком в відносну полюсну густину, що відображається ізолініями і градієнтами (рис. 2.17, г). Кожен спосіб представлення має свої переваги і недоліки. Так, ППФ з «сирими» даними в показаному прикладі дозволяє чітко розділити виходи нормалей площин типу  $\{001\}$  (зовнішнє кільце в центральній частині ППФ  $\{110\}$ ) і  $\{111\}$  внутрішнє кільце на ППФ  $\{110\}$ ), (рис. 2.17, в), однак не дозволяє визначити переважаючу компоненту.



г



Рис. 2.17. Аналіз текстури мідної проволоки: а – система координат зразка; б – орієнтаційна карта; в – ППФ (сирі дані); г – ППФ (полюсна густина); д – ОПФ (сирі дані); е – ОПФ (полюсна густина)

Накоплений масив орієнтаційних даних може бути представлений у вигляді ОПФ для обраних зовнішніх напрямків у вигляді «сирих» даних (рис. 2.17, д), або у вигляді розподілу полюсної густини (рис. 2.17, е) – аналогічно ППФ, а також використовуватися для отримання функції розподілу орієнтацій за допомогою математичного апарату Бунге.

Унікальною особливістю текстурного аналізу методом ДЗЕ є поєднання інтегральності рентгенівських дифракційних методів і локальності РЕМ. На відміну від дифрактометра, де статистичне усереднення орієнтаційної інформації по опроміненому об'єму зразка відбувається «автоматично» завдяки особливостям реєстрації випромінювання, система ДЗЕ враховує внесок в ППФ (ОПФ) кожної точки проаналізованої області. Це дає можливість будувати карти розподілу текстурних компонентів, що показують ділянки зразка, відповідальні за ту чи іншу компоненту. Наприклад, карта на рис. 2.18 показує переважання компоненти <111>.



Рис. 2.18. Карта розподілу текстурних компонент для мідного дроту. ППФ {001} (б) і карта ділянок зразка (в), орієнтація яких відповідає області А на ППФ

Зазначені особливості роблять метод ДЗЕ надзвичайно потужним інструментом для проведення текстурних досліджень [101, 87]. Обмеженнями методу порівняно з рентгенівським є тривала і трудомістка підготовка проб, а також відносно невеликий розмір аналізованої області (зазвичай не більше 0,5–1 мм). Дослідження великих зразків методом ДЗЕ ускладнене також через обмежений простір у камері РЕМ.

## 2.7. Вимірювання пружних властивостей анізотропних полікристалів

Мо́дуль Юнга (синоніми: модуль продольної пружності, модуль нормальної пружності)— фізична величина, що характеризує здатність матеріалу чинити опір розтягуванню або стисненню при пружній деформації. Позначається великою літерою Е. У динамічних задачах механіки модуль Юнга розглядається в більш загальному сенсі— як функціонал деформованого середовища та процесу. У Міжнародній системі одиниць (СІ) вимірюється в ньютонах на квадратний метр, в паскалях. Є одним з модулів пружності [67, 35].

Залежність модуля Юнга від частоти власних вигинальних коливань прямокутного зразка має вигляд:

$$E=\frac{48\pi^2}{m^4}\cdot\rho\frac{\ell^4}{d^2}v^2,$$

де ρ - густина матеріалу зразка, ℓ - довжина, d - товщина зразка,
 ν - частота власних коливань, m - постійна Моделунга, яка дорівнює 4,73004.
 Частоту визначали на установці принцип якої зображено на рис. 2.19:



Рис. 2.19. Схема установки для вимірювання модуля Юнга.

Прямокутний зразок 1 розміщується на тонких нитках 2, натягнутих на резонаторі 3. Власні коливання зразка збуджуються легким ударом графітової палички (стержень олівця). Звукові коливання сприймаються мікрофоном 4, який потім передає сигнал на відхиляючі пластини осцилографа 5. На іншу пару пластин подається сигнал від звичайного звукового генератора 6, частота якого визначається частотоміром 7. Співпадіння частот визначається по фігурах Ліссажу. У нашому випадку сигнал подавався на комп'ютер, а частота визначалася за допомогою програми для 10 резонансних областей.

Відносна похибка вимірювань модуля Юнга оцінювалася за формулою:  $\frac{\Delta E}{E} = \frac{\Delta \rho}{\rho} + 4 \frac{\Delta \ell}{\ell} + 2 \frac{\Delta d}{d} + 2 \frac{\Delta v}{v},$  яка зазвичай не перевищувала 1%.

Розміри зразків підбирали таким чином, щоб частоти їхніх власних коливань лежали в області звукових частот. Практика показала, що для листів товщиною близько 1-2 мм оптимальна довжина зразків зазвичай становить 100–120 мм.

Для визначення анізотропії властивостей у площині листа вирізали зразки під різними кутами до зовнішніх координат зразка (НП). На рисунку 2.20 показана схема вирізки зразків для вимірювання анізотропії модуля Юнга.



Рис. 2.20. Схема вирізки зразків для вимірювання анізотропії модуля Юнга листа.

Вимірювання статичного модуля Юнга базуються на трьохточковому вигині плоских прямокутних зразків [84]. Для реалізації цієї методики було створено простий пристрій, що забезпечує високу точність експериментальних даних завдяки використанню високоточних вантажів для навантаження та застосуванню мікрометричних приладів для вимірювання деформацій (рис. 2.21).

Плоский прямокутний зразок 1 розміщується на двох опорах у вигляді призм 2. Навантаження прикладається до середини зразка через призму 3. Величина стріли прогину зразка вимірюється індикатором 4 з точністю до 0,01 мм.


Рис. 2.21. Схема установки для вимірювання модуля Юнга статичним навантаженням.

Максимальні напруження у зовнішніх шарах пластини розраховуються за формулою:

 $\sigma = P\ell/4W,$ 

де *P* – навантаження, яке відповідає масі гирі,  $\ell$  – відстань між нерухомими опорами, W — момент опору відносно горизонтальної осі зразка.

Для прямокутного зразка шириною *b* і товщиною *d*, момент опору можна виразити як:

$$\sigma = \frac{3P\ell}{2bd},$$

Деформацію зовнішніх шарів зразка розраховують за формулою:

$$\varepsilon = \frac{6df}{\ell^2},$$

де *f* - величина прогину посередині зразка.

Використовуючи наведені формули, легко отримати вирази для розрахунку по експериментальних даних модуля продовжньої пружності. Для призматичного зразка отримаємо:

$$E=\frac{P\ell^3}{4\,fbd^3}.$$

#### Висновки до розділу 2:

1. Кристалографічна текстура — це нерівномірний розподіл кристалів за орієнтаціями в полікристалічному матеріалі, що виникає під впливом пластичної деформації, рекристалізації або інших процесів. Методи її вимірювання, такі як рентгенівська дифракція, дозволяють визначити анізотропію властивостей металів, що є важливим для прогнозування їх поведінки при експлуатації.

2. Рентгенівські методи є найбільш поширеними для дослідження текстур металів, оскільки рентгенівська дифракція чутлива до кристалографічних властивостей і дозволяє детально вивчати орієнтаційні розподіли кристалів. Ці методи використовуються для отримання полюсних фігур і подальшого аналізу анізотропії властивостей.

3. Електронна мікроскопія є важливим інструментом для дослідження мікроструктури та текстури полікристалів. Висока роздільна здатність і можливість спостерігати наноструктури робить цей метод ефективним для аналізу будови матеріалів на мікрорівні. Використання скануючої та просвічуючої електронної мікроскопії дозволяє досліджувати пошкодження та структурні дефекти на поверхні та в об'ємі матеріалів.

4. Аналіз текстури методом дифракції зворотних електронів (ДЗЕ) надає можливість локального аналізу орієнтації кристалітів. Цей метод дозволяє будувати орієнтаційні карти і визначати текстурні компоненти для конкретних ділянок зразка, що є важливим для дослідження складних багатокомпонентних текстур.

5. **Орієнтаційна мікроскопія** дозволяє досліджувати орієнтаційний контраст і зміну кристалографічних орієнтацій у матеріалах. Це забезпечує більш детальне розуміння структури полікристалів, допомагаючи визначати їх властивості на основі локальних орієнтацій.

6. Дослідження пружних властивостей анізотропних полікристалів, зокрема вимірювання модуля Юнга, є важливими для розуміння механічної

поведінки матеріалів. Використання методів, що дозволяють визначати модуль Юнга для різних напрямків, дає можливість оцінити анізотропію механічних властивостей.

Ці методи дослідження мікроструктури, текстури та властивостей сталі є важливими для розуміння механізмів її деформації, руйнування та оптимізації властивостей в різних технологічних процесах.

## РОЗДІЛ З. ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕКСТУРИ ТА АНІЗОТРОПІЇ ПРУЖНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ

3.1. Загальне. Феритна сталь DC04. Зразки, їх підготовка. Квазінепошкоджений еталон

Реальні тверді тіла мають складну структуру з особливостями, характерними для різних масштабних рівнів [87, 91]

Зміна агрегатного стану, а також зовнішній вплив на тверде тіло (термічна обробка, деформування, вплив різного роду полів) викликає зміну структури матеріалу відповідно на всіх масштабних рівнях, а кожен з рівнів включає результати структурних змін, які мали місце на більш дрібномасштабному рівні.

Під час розробки критеріїв міцності або пластичності в якості основного фізичного рівня використовують рівень, при якому пошкодженості у вигляді тріщин спостерігаються у звичайному металмікроскопі.

Проте, результати досліджень структури та властивостей полікристалів при деформації та повзучості дозволяють припустити [43], що структурні зміни на початковому рівні є визначальними у процесі руйнування кристалічних матеріалів. Розміри пошкоджень на цьому рівні знаходяться у межах 0.1-0.3 мкм чи 100-300 нм. Тобто, масштабний рівень пошкоджень таких розмірів можна вважати вже нанорівнем.

Процес руйнування проходить етапи зародження нових наноушкодженостей, їх розмноження, розвитку до розмірів ушкоджень як звичайних тріщин. Далі йде руйнація за Хіггінсом [87].

Безумовно, структура металу, умови деформування, середовище, особливості технологічних процесів обробки та експлуатації впливають на всі етапи структурних змін, тому вивчення цього впливу є важливим завданням.

Оцінка співвідношення вкладу кожного з масштабних рівнів базується на результатах вимірювання змінних, що характеризують складові структур на кожному етапі їх перетворень. Для нано- та мікроушкодженостей такою характеристикою за Качановим та Роботновим [91, 98, 43] є коефіцієнт пошкодженості:

$$d(\vec{n}) = \frac{dS^*(\vec{n})}{dS(\vec{n})}$$

де  $ds^*(\vec{n})$  - загальна площа пошкоджень у вигляді пор нано- або мікрорівня у вибраному перерізі представницького об'єму полікристалу;  $ds^*(\vec{n})$  - площа перерізу представницького об'єму.

Ці площі експериментально знаходять методами електронної мікроскопії [101].

Однак інтегральна ушкодженість може бути знайдена і непрямим методом щодо зміни фізичної величини по відношенню до непошкодженого еталона [70]. Наприклад, для властивостей пружності (модуля Юнга):

$$D = \frac{E_0 - \tilde{E}}{E_0} \tag{3.1}$$

де  $\Delta E = E_0 - \tilde{E}$  - дефект модуля Юнга ;  $E_0$  -модуль Юнга непошкодженого еталона.

Аналогічно можна записати для зміни швидкості розповсюдження ультразвукової хвилі, мікротвердості та інших властивостей.

$$D = I - \frac{\widetilde{\nu}^2}{\nu^2}, \qquad D = 1 - \frac{H^*}{H}$$
(3.2)

де  $\tilde{\nu}, \nu$  - частоти коливань зразків з пошкодженою та неушкодженою (відпаленою) структурами, відповідно,

Н\* і Н – мікротвердості пошкодженої та непошкодженої структур

Таким чином, для вимірювання інтегральної пошкодженості необхідно мати неушкоджений еталон. Тому в межах цієї роботи гостро постало питання про отримання зразків-еталонів з мінімальним рівнем пошкодженості.

Роботами Л. Н. Ларикова [39-42] було показано, що тривалі відпали заліковують дефекти у твердих тілах. Вибір температури відпалу та його тривалість визначається структурою металу та всією історією його обробки на кожному з переділів.

Тому першим завданням даної роботи було вивчити вплив температури відпалу на структуру, властивості та рівень пошкодженості однофазних полікристалів з ОЦК решіткою та мінімальною забрудненістю, а також знайти умови отримання з них еталона з мінімальним рівнем пошкодженості.

Таким умовам відповідають листи α-сталей класу: DC01, DC02, DC03, DC04, DC05, DC06, DC07 - за Європейським стандартом EN101302006; КС типу С, КС типу А,В; DDC,EDDC – за стандартом ASTM; CK1 – CK5 – по CMW; A11-A14 – по BCC4; 01ЮТ, 08Ю, 08ПС - українські аналоги. Ці сталі постачають у вигляді рулонів (рис.3.1). Перевагами цих сталей є висока пластичність.

Гарячекатані сталеві листи та полоси використовуються в автомобілебудуванні, та інших галузях промисловості, через їх унікальні переваги, такі як якість поверхні і енергоспоживання процесу. Вони стають основними матеріалами для автомобільних шасі, коліс, сидінь, компонентів безпеки і т. і.

Холоднокатана продукція зазвичай використовується для виробництва продукції з високою доданою вартістю, такою як автомобільні листи, листи для побутової техніки, луджені листи, листи з кольоровим покриттям та електротехнічна сталь.

Попередньо забарвлений сталевий лист використовується для виробництва побутової техніки. Гальванічно оцинкований, гарячеоцинкований та холоднокатаний сталевий лист використовують як основний метал, який широко застосовується у виробництві холодильників, великих систем кондиціювання повітря, холодильних шаф, хлібопічки, меблі та т.і.



Рис.3.1. Рулон сталі DC04 в умовах постачання

Товщина прокату 0.55 – 3мм. Границя міцності DC сталей лежить у межах 270-410 МПа, зменшуючись зі збільшенням номера від DC01 до DC07. Границя текучості знаходиться в інтервалі 280-300 МПа та відносне видовження рівномірної деформації дорівнює 26-28%.

У дисертації ретельно вивчали найпоширеніший у автомобілебудуванні представник сталей класу DC – сталь DC04. На малюнку 3.2 наведена схема кузова автомобіля BMW, де салатовим металіком виділені лицьові деталі, що виготовляються штампуванням зі сталі DC04. Деталі блакитного кольору (внутрішні нелицьові панелі) також виготовляють зі сталі DC04, але більшої товщини.



Рис. 3.2. Деталі кузова автомобіля BMW, що виготовляються із сталі DC04.

Вивчали листи сталі DC04 (0.06% C, до 0.35% Mn, до 0.40%Si, ~ 0.025% S i P) фірми «Salzgitter Flachstahl» [61] товщиною 0.95-2 мм в умовах постачання з однофазною феритною структурою (рис.3.3).



Рис.3.3. Зеренна мікроструктура листів сталі DC04 в умовах поставки в площині листа та поперечних перерізах, перпендикулярних до НП та ПН

Фірма гарантує зазначений хімічний склад, границю текучості  $(\sigma_{\rm T}) \sim 210$  МПа, границя міцності  $(\sigma_{\rm B})$  при розтягуванні в межах 270 - 350 МПа, відносне видовження при розриві > 38 %, густина – 7870 кг/м<sup>3</sup>.

З вихідних листів сталі у вигляді пластин, розміром 200х200 мм, з яких вирізали зразки для механічних випробувань у вигляді «dogs bone» у напрямку прокатки (НП) та поперечному напрямку (ПН).

Контрольні випробування на розтягування зразків із довжиною робочої частини 50 мм, шириною 20 мм зі швидкістю розтягування 0.5 мм/хв (рис.3.4) проводили на розривній машині Zwick Z100 (100kH)", класу 0.5 з гарантованою похибкою не більше 0.5%.



На рисунку наведено результати випробувань зразків сталі на розтягування

Рис.3.4. Крива розтягування листової сталі DC04 в умовах постачання

Результати контрольних випробувань порівняно з гарантованими фірмою наведено у таблиці 3.1.

Результати контрольних випробувань механічних властивостей у порівнянні з даними фірми для сталі DC04 у стані постачання

Властивості	Гарантовані	Виміряні
Границя текучості, σ <sub>т</sub> ,МПа	210 МПа	213,8 МПа;
Границя міцності, $\sigma_{_{g}}$ МПа	270 - 350 МПа	307,1МПа
Видовження при розриві (б,%)	> 38 %,	46,7%.
Рівномірне видовження	_	22-25%

Результати вимірів перебувають у межах значень, гарантованих фірмою.

Суттєво, що рівномірна пластична текучість металу зберігаються до 22,4%, далі спостерігається тенденція до утворення шийки.

Мікроструктуру та текстуру сталі у вихідному стані та після деформацій розтягуванням вивчали методами електронної мікроскопії на приладі FE-REM scanning elektronen mikroskop ZEISS Supra 55 VP.

Порядок обробки зразків сталі DC04 для досліджень структури, текстури та рівня ушкодженості методами електронної мікроскопії наведено на рис. 3.5.



Рис.3.5. Схема обробки зразків для електронно-мікроскопічних досліджень структури, текстури на мікро та мезорівнях.

# 3.2. Структура та текстура листів сталі DC04 у вихідному стані (стані прокатки)

На рис.3.6. показані мікроструктури зразків сталі у площині листа та його перерізі перепендикулярному НП. у кольоровому вигляді



Рис.3.6. Зеренна структура листів сталі DC04 у вихідному стані (стан поставки) у ракурсі: А-площини прокатки (rolling plane) та В-площині перерізу листа (crossection)

На рис.3.6А видно, що в мікроструктурі від площини зразка зерна витягнуті в напрямку деформації, кольорова візуалізація орієнтації зерен свідчить про наявність орієнтувань текстури в кількості 4-5 ідеальних орієнтувань (ІО).

У перерізі спостерігається значно більша кількість зерен, але меншого розміру, деформованих у напрямку НН. Такий вид зерен типовий для структур стиснення.

Текстуру вивчали за експериментальними полюсними фігурами {111}, {011}, {001}, які отримували в автоматичному режимі на тому ж ЭМ REM ZEISS Supra 55 VP, шляхом спеціальної обробки Кікучі-ліній. ПФ отримували у вигляді гномостереографічних проекцій рефлексів відбиття від відповідних систем кристалографічних площин (рис.3.7А). [100] Перевага цього методу (метод EBSD) стосовно класичних рентгенівських методів полягає в тому, що метод EBSD дає можливість отримати для сталі ПФ {111}, що неможливо для рентгенівської дифрактометрії через закон згасання для кубічних структур. А ПФ {111} є найбільш інформативними під час аналізу текстур відпалу [101].

Однак, ПФ EBSD у вигляді рефлексів не дають можливості судити про роль побічних (IO), виходи нормалей яких можуть входити до підвищеної полюсної густини. Тому на першому етапі аналізу текстур ми трансформували експериментальні ПФ EBSD у звичайні ПФ у рівнях полюсної густини. Для цього знімали кілька ПФ EBSD у різних частинах листа, рефлекси з яких зводили на одну загальну ПФ. Далі проводили усереднення ПФ у поданні орторомбічної симетрії листа. Тобто на ПФ вісі ОХ та ОУ розглядали як сліди двох елементів симетрії (площини дзеркального відбиття). Щодо цих елементів симетрії проводили усереднення ПФ. Точки рівної інтенсивності з'єднували лініями. В результаті отримували ПФ у рівнях полюсної густини (рис.3.7В.)



Рис.3.7. Полюсні фігури {111} листів сталі DC04 у вихідному стані в ракурсі площина прокатки (plane): А-експериментальна ПФ (EBSD) та В- після усереднення в рівнях полюсної щільності.

На ПФ {111} (рис.3.7) від площини листів виходами нормалей [111] заповнений центр, що свідчить про присутність у текстурі листів значної кількості орієнтувань типу (111) [uvw]. Текстура листів досить добре описується

орієнтуваннями (111)[123] та (111)[112], а також близькими до них (554)[225] та (10 8 7) [135], в області розсіювання входять орієнтування (335) [7 12 3] та (112)[681]. Є також і орієнтування (001)[100], а в області розсіювання -(100)[012].

Для всіх зазначених орієнтувань збудували стандартні проекції виходу нормалі [111]. На Рис.3.7В вони позначені такими символами (554)[225] (-\*\*-), (10 8 7)[135] (-\*\*-), (112)[681](-\*\*-), (335)[7 12 3] (-\*), (111)[112](-\*), (111)[123] (-\*), (100)[012] (-\*), (001)[100] (-\*), (522) [455](-\*), (135)[10 8 7](-•), (7 12 3) [335] (-\*), (681)[112](-\*), (112)[111](-\*), (123)[111](-\*), (012) [100] (-\*), (001) [100](-\*).

Нижче наведені П $\Phi$  {111} листів сталі DC04 у вихідному стані в ракурсі перетин листа (crossection).



Рис.3.8. Полюсні фігури {111} листів сталі DC04 у вихідному стані в ракурсі перетин листа (crossection): А-експериментальна ПФ (EBSD) та В- після усереднення в рівнях полюсної щільності.

ПФ {111} від перерізу, перпендикулярного до НП, описуються добре орієнтуваннями: (522)[455], (135)[10 8 7], (681)[112], (7 12 3)[335], (112)[111], (123)[111], (012)[100], (001)[100], які пов'язані з орієнтуваннями для відповідної ПФ від площини листів співвідношенням:  $(h_1k_1l_1) = (u_2v_2w_2)$  и  $[u_1v_1w_1] = [h_2k_2l_2]$ , де індекс (1) відповідає орієнтуванням у площині листа, а - (2) у його перерізі, перпендикулярному НП. Це видно безпосередньо зі схеми з геометричних співвідношень. Кут між НН та НП -90<sup>0</sup>, а кут між ( $h_1k_1l_1$ ) та [ $h_2k_2l_2$ ] також 90<sup>0</sup>.

Результати аналізу ПФ {111} характерні для текстур рекристалізації ОЦК металів та сплавів. Однак у літературі відсутні ПФ {111} для текстур рекристалізації. Тому порівняння текстури досліджуваних листів із текстурами рекристалізації заліза проводили за ПФ {110}.

На рис.3.9 наведено таку ПФ.



Рис. 3.9. Усереднена ПФ {110} листів сталі DC04 у вихідному стані в ракурсі площини листа (plane):

В [64] передбачається, що в ОЦК металах при відпалі можливе виникнення та розвиток текстур з орієнтуваннями  $\{554\}\langle22\overline{5}\rangle$  (якщо попередня текстура прокатки описувалася орієнтуваннями  $\{112\}\langle1\overline{10}\rangle$ ). Текстура з орієнтаціями  $\{10\ 8\ 7\}\langle13\overline{5}\rangle$  та  $\{554\}\langle225\rangle$  виникає якщо у попередній текстурі крім  $(112)[1\overline{10}]$ були присутні додаткові складові  $(111)[1\overline{10}]$  та  $(111)[11\overline{2}]$ ). Ці орієнтування присутні на наведених ПФ. Орієнтування текстури відпалу  $(111)[1\overline{10}]$ , яка прогнозується у [65] як відповідальна за компоненту (001)[110] текстури прокатки на наведених ПФ відсутня. Відсутні також і орієнтування (011) [*hk1*] (текстура Госса), які спостерігали у текстурах рекристалізації у листах трансформаторної сталі.

Для контролю висновків по текстурі гарячої прокатки сталі DC04 проаналізували розподіл відображень у напрямках НН,НП та ПН на зворотних

полюсних фігурах, які теж були побудовані в автоматичному режимі ЕМ REM. ОПФ та інтенсивності відображень у кольоровій градації наведені на рис.3.10 та 3.11 у ракурсах площини (plane) та (crossection), відповідно.



Рис. 3.10. ОПФ текстури листів сталі DC04 у площині листа у вихідному стані



Рис.3.11. ОПФ текстури листів сталі DC04 у перерізі листа у вихідному стані

Аналіз показав, що основною компонентою текстур у площині листа є: (111) [110] (основна). За анізотропію листів відповідають орієнтування (001) [100] +(332) [110]. Для перерізу це орієнтування:

 $(111) \approx [1\overline{1}0]$  (основна) + (533)  $\approx [0\overline{1}1]$ 

В цілому результати аналізу складових текстур методами ППФ і ОПФ знаходяться у відповідності. ППФ виявляються більш інформативними за рахунок більшої протяжності областей підвищеної полюсної густини.

## 3.3. Анізотропія пружних властивостей листів сталі DC04 у вихідному стані

Для пружно-в'язких матеріалів найбільш чутливими до змін структури є властивості пружності [66]. Тому для оцінки рівня пошкодженості сталі при термомеханічній обробці серед непрямих методів доцільним є той, який заснований на зміні модулів пружності. Цей метод протягом певної кількості років розвивався на кафедрі фізики університету Ушинського. Він заснований на вимірі частоти власних поперечних коливань прямокутного зразка, збуджених будь-яким способом, наприклад легким ударом олівця. Значення модуля Юнга відрізняються від статичного модуля на 1-2%, проте є саме фізичною властивістю тому, що відображає силу взаємодії між атомами кристала [72].

Значення модуля нормальної пружності низьковуглецевої сталі DC04 склало E= (189000 ± 1800) МПа. Оцінка точності вимірювання модуля Юнга низьковуглецевої сталі при  $P_0$ = 0,95 методами статистичної обробки за схемою [73] склала ~1%.

З листів сталі DC04 у вихідному стані вирізали прямокутні зразки довжиною 80мм, шириною 10-12 мм в НП через кожні 15<sup>0</sup> до ПН. Далі зразки обробляли тирсою в пакеті для забезпечення однакових розмірів по ширині. Зразки встановлювали на призми резонатора. Коливання порушували ударом грифеля олівця. Якісного звучання домагалися переміщенням однієї із призм за допомогою мікрометричного гвинта для того, щоб опори знаходилися у вузлах стоячої хвилі з максимальною точністю.

Частоту своїх поперечних коливань визначали за програмою [76]. Довжину зразків підбирали для зручних для вимірювань частот.

Модулі Юнга розраховували за формулою :

$$E = 1,108548 \cdot \rho \frac{\ell^4}{d^2} v^2, \qquad (3.3)$$

де *V* - частота власних коливань пластини;  $\rho$  - густина речовини;

*l* - довжина пластини; *d* - товщина пластини у площині вигину.

Істотно, що частота власних коливань стрижня не залежить від товщини його в напрямку перпендикулярному до площини вигину. Тобто стосовно пластин, на точність визначення *E* впливає тільки довжина її і товщина.

Так як нас, переважно, цікавили не абсолютні значення модулів, а зміни його в залежності від обробки, то точність визначення змін визначалася точністю визначення квадрата частоти коливань, а похибка виявляється значно меншою 1%.

У таблиці наведено результати вимірювань частот власних коливань зразків сталі DC04 та розрахунків модулів нормальної пружності у вихідному стані.

Таблиця 3.2.

Кут з НП (град.)	0	15	30	45	60	75	90
Частота (Гц)	516	521	534	545	550	549	547
Модуль Юнга (ГПа)	1,78	1,81	1,90	1,98	2,02	2,01	2

На рис.3.12 ці результати наведено графічно.



Рис.3.12. анізотропія модуля Юнга листів сталі DC04 у стані постачання фірмою Salzgitter Flachstahl» (кінцева обробка гаряча прокатка + саморекристалізація)

Анізотропія модуля пружності носить характерний для рекристалізованих листів сталей феритного класу з решіткою α-Fe. Максимум значення Е збігається з ПН, а мінімум - з НП

Як і будь-яка статистична система, полікристал найбільш повно описується функціями розподілу, що становлять його елементи за різними характеристиками, наприклад, розмірами . Для текстур це розподіл кристалів за орієнтаціями [79]. Орієнтація окремого кристалу задається кутами Ейлера ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ ). Послідовні повороти на ці кути системи координат кристала біля осей координат зразка призводять до збігу цих двох систем координат.

Однак щодо анізотропії властивостей функція розподілу кристалів за орієнтаціями несе надмірну інформацію. Методами кафедри фізики університету [78, 25, 10, 11, 12] було показано, що певні згортки ФРО однозначно та повністю описують анізотропію властивостей другої та четвертої тензорної розмірності кубічних та гексагональних полікристалів. Ці згортки були названі інтегральними характеристиками текстури (IXT) та позначалися символом  $\mathfrak{I}_i$ .

У поданні ІХТ анізотропія модуля Юнга текстурованого кубічного полікристалу орторомбічної симетрії має вигляд:

$$\frac{1}{E(\varphi)} = s_{11} - k\psi(\varphi), \qquad (3.4)$$

де  $\psi(\phi) = 1 - (\Im_1 \cos^4 \phi + \Im_2 \sin^4 \phi + 1.5\Im_3 \sin^2 2\phi) - \phi$ ункція анізотропії; (3.5)

$$k = \left(s_{11} - s_{12} - \frac{1}{2}s_{44}\right);$$
 s<sub>ij</sub> – константи податливості монокристалу, ф-кут;

напрями вимірювання відраховуються від обраного напрямку у зразку, наприклад, від НП;

$$\Im_{1} = \left\langle \alpha_{11}^{4} + \alpha_{12}^{4} + \alpha_{13}^{4} \right\rangle 
\Im_{2} = \left\langle \alpha_{21}^{4} + \alpha_{22}^{4} + \alpha_{23}^{4} \right\rangle 
\Im_{3} = \left\langle \alpha_{11}^{2} \alpha_{21}^{2} + \alpha_{12}^{2} \alpha_{22}^{2} + \alpha_{13}^{2} \alpha_{23}^{2} \right\rangle$$
(3.6)

 $\alpha_{mn}$  - косинуси кутів, що задають орієнтацію кристала щодо системи координат зразка; символ ( ) означає усереднення по всіх орієнтаціях кристалів.

Усереднення  $\langle \rangle$  проводиться за будь-якою ваговою функцією текстури. Можна скористатися функцією розподілу кристалів за орієнтаціями, відновлену за даними рентгенодифрактометричного аналізу, або функцією розподілу густини нормалей до ізотропної площини (для кубічного кристала це площина (111)). ПФ {111} дає розподіл нормалі [111] по азимутальному ( $\alpha$ ) та меридіанному ( $\beta$ ) кутах на сфері проекцій.

Однак можливе і зворотне завдання, а саме знаходження IXT з результатів вимірювань анізотрорії модуля Юнга в площині прокатки кубічного полікристалу.

1. якщо  $\varphi = 0$ , то  $E(\varphi) = E_{\text{нп}}$ , а  $\psi(0) = 1 - \mathfrak{I}_1$ .

Тоді

$$\frac{1}{E_{\rm HII}} = s_{11} - k(1 - \mathfrak{I}_1) = s_{11} - k + k\mathfrak{I}_1 \,_{\rm H}$$

$$k\mathfrak{T}_{1} = \frac{1}{E_{\text{HII}}} - s_{11} + k \quad \textbf{M}$$
  
$$\mathfrak{T}_{1} = \frac{1}{kE_{\text{HII}}} - \frac{s_{11}}{k} + 1.$$
 (3.7)

2. Якщо 
$$\varphi = 90^\circ$$
, то  $E(\varphi) = E_{\Pi H}$ , а  $\psi(90^\circ) = 1 - \Im_2$ .

Тоді

$$\frac{1}{E_{\Pi H}} = s_{11} - k(1 - \mathfrak{I}_2) = s_{11} - k + k\mathfrak{I}_2 i$$

$$k\mathfrak{I}_2 = \frac{1}{E_{\Pi H}} - s_{11} + k i$$

$$\mathfrak{I}_2 = \frac{1}{kE_{\Pi H}} - \frac{s_{11}}{k} + 1.$$
(3.8)

3. 
$$\Im K IIIO \ \varphi = 45^{\circ}, \text{ to } \frac{1}{E(45^{\circ})} = s_{11} - k\psi(45^{\circ}).$$
$$\psi(45^{\circ}) = 1 - (\Im_{1} \cos^{4} \varphi + \Im_{2} \sin^{4} \varphi + 1.5 \sin^{2} 2\varphi) \text{ abo}$$
$$\psi(45^{\circ}) = 1 - \left(\frac{\Im_{1} + \Im_{2}}{4} + 1.5\Im_{3}\right) \text{ abo}$$
$$\frac{1}{E(45^{\circ})} = s_{11} - k \left(1 - \frac{\Im_{1} + \Im_{2}}{4} - 1.5\Im_{3}\right).$$
$$\frac{1}{E(45^{\circ})} = s_{11} - k + \frac{\pi}{4}(\Im_{1} + \Im_{2}) + \frac{6k}{4}\Im_{3}.$$
$$\frac{6k}{4}\Im_{3} = \frac{1}{E(45^{\circ})} - s_{11} + k - \frac{k}{4}(\Im_{1} + \Im_{2}) \text{ M}$$
$$\Im_{3} = \frac{2}{3k} \left(\frac{1}{E(45^{\circ})} - s_{11}\right) + \frac{2}{3} \left(\frac{s_{11}}{2k} - \frac{E_{HII} + E_{IIH}}{4kE_{HII}E_{IIH}}\right) + \frac{1}{2}$$
$$\Im_{3} = \frac{2}{3k} \frac{1}{E(45^{\circ})} - s_{11} + \frac{2}{3}\frac{s_{11}}{k} + \frac{2s_{11}}{6k} - \frac{E_{HII} + E_{IIH}}{6kE_{HII}E_{IIH}} + \frac{1}{6}$$

Останню формулу можна покращити, надавши їй вигляду:

$$\Im_{3} = \frac{1}{3k} \left( \frac{2}{E(45^{0})} - s_{11} - \frac{(E_{\text{HII}} + E_{\Pi\text{H}})}{2 \times E_{\text{HII}} \times E_{\Pi\text{H}}} \right) + \frac{1}{3}$$
  
$$\Im_{3} = \frac{1}{3k} \left( \frac{2}{E(45^{0})} - s_{11} - \frac{E_{\text{HII}} \times E_{\Pi\text{H}}}{2 \times (E_{\text{HII}} + E_{\Pi\text{H}})} \right) + \frac{1}{3}$$
(3.9)

По (3.6)–(3.9) розрахували IXT. В якості констант податливості  $S_{ij}$ використовували дані для заліза ( $s_{11}$ =0.748,  $s_{12}$ = -0.275,  $s_{44=.}0.849$ )×10<sup>-11</sup>Па<sup>-1</sup>, приведені в [28].  $I_1^{(ND)} = 0,689$ ;  $I_2^{(ND)} = 0,585$ ;  $I_3^{(ND)} = 0,017$ .

Розрахункова анізотропія модуля Юнга сталі DC04 у вихідному стані

Таблиця 3.3

Кут с НП	0	15	30	45	60	75	90
(град.)							
Модуль							
Юнга (ГПа)	1,98	1,839522	1,93757	2,112845	2,203503	2,17935	2,15

На рис.3.13 наведено розрахункову криву анізотропії Е в площині листів сталі порівняно з експериментальною кривою.



Рис.3.13. Анізотропія E=f( $\phi$ ) ( $\phi$ - кут між НП та напрямом вимірювання) листів сталі DC04 в умовах поставки: а-експериментальна та б-розрахункова криві

Далі знайшли значення ІХТ З<sub>4</sub> по формулам:

$$\exists \mathbf{e} \ \mathfrak{I}_4 = \left\langle \alpha_{33}^4 \right\rangle = \mathfrak{I}_1 + \mathfrak{I}_2 + 2\mathfrak{I}_3 - 1. \tag{3.10}$$

$$E_{HH}^{-1} = s_{11} - k(1 - I_4), \qquad (3.11)$$

Отримали: 3<sub>4</sub>=0,637; а Е<sub>нн</sub>=1,884ГПа

Вважаємо, що для перерізу листа відлік анізотропії ведемо від напрямку НН (ND), а ПН у перерізі відповідає напрямку ПН в площині листа. Розрахунок ІХТ для ПФ в перерізі листа проводимо за тими ж формулами, що і для площини, але за значення в НП приймаємо значення Е<sub>нн</sub>.

На рис. 3.14. наведено анізотропію модуля Юнга в перерізі листів сталі DC04, розраховані за (3.4 - 3.11). В якості Е<sub>НН+45</sub> обрали середнє між Е<sub>НН</sub> та Епн.



Рис.3.14. Анізотропія модуля Юнга в перерізі листів DC04 в умовах постачання, розрахована за константами податливості та інтегральними характеристиками текстури.

Такий підхід дає змогу визначити пружні властивості плоских об'єктів в експериментально важковимірювальних напрямках.

Зміни мікроструктури сталі у вихідному стані та після послідовних відпалів, а також і після деформації розтягуванням та знакозмінним вигином вивчали методами електронної мікроскопії на мікроскопі типу РЕМ з поверхні плоских зразків, на якій виділяли представницький об'єм перерізом 115х95 мікрометра. Переріз розбивали на 5х5 комірок (рис.3.15), структуру яких вивчали у двох ракурсах, "inlens" (реєстрація хвиль де-Бройля проводиться датчиками, що знаходяться на оптичній осі мікроскопа) і "SE", з реєстрацією бічним датчиком. Така схема досліджень виключала помилки, пов'язані з прийняттям за пори різного роду забруднень, подряпин та включень.



115 µm

Рис.3.15. переріз представницького об'єму, розбитий на 5х5 комірок для вивчення мікроструктури сталі DC04 методами електронної мікроскопії

Як уже зазначалося вище, структура сплаву, що вивчається, є типовою для сталей феритного класу. При малих та середніх збільшеннях пошкоджень типу пор та мікротріщин не спостерігається. Однак при збільшеннях x2000 і вище у ракурсі «inlens» спостерігається ушкодженість у середині зерна. Зображення в ракурсі «SE» ідентифікує цю пошкодженість як пору.

На рис.3.16 представлені структури листів сталі в ракурсах "inlens" і "SE".





Рис. 3.16. ЕМ структури листів сталі DC04 a) в ракурсі «inlens» та б) «SE» При великих збільшеннях (> x30000) пора візуалізується біля валиків, схожих на двійники (рис.3.17).

Двійникові орієнтування ми спостерігали в текстурі листів досліджуваної сталі у вихідному стані.



Рис. 3.17. Пошкодженість у вигляді пори при збільшенні x30000 біля двійникового бар'єру.

Так як пошкодження виникають в областях з градієнтом поля внутрішніх напруг [7], нас цікавили на даному етапі умови отримання зразків - еталонів з мінімальним рівнем пошкодженості на даному масштабному рівні, тобто з рівномірним розподілом напруг за представницьким обсягом. Відносну напругу оцінювали за результатами вимірювання мікротвердості (H).

Мікротвердість визначали за допомогою приладу ПМТЗ із навантаженням на індентор 200 Гс. Вимірювання проводили по прямій, що перетинає переріз представницького об'єму поверхнею зразка. На рис.3.18 продемонстрована зміна мікротвердості в міру віддаленого від краю перерізу представницького об'єму.



Рис. 3.18. Зміна мікротвердості по поверхні листів сталі DC04 у межах перерізу представницького об'єму у вихідному стані

З рисунка видно, що мікротвердість у різних частинах поверхні зразка приблизно однакова. Однак спостерігаються невеликі області підвищеної Н, приблизно на 20%, за протяжністю перевищують розміри пошкодженості в~4-6 рази.

#### 3.4. Вплив температури відпалу на текстуру та рівень ушкодженості

На наступному етапі досліджень стояло завдання: вивчити вплив відпалів на загальну структуру та пошкодженість листів сталі DC04 з метою вибору термічної обробки 18] оптимального режиму [77, отримання для необхідний при квазінеушкодженого еталона, який вивченні процесів зародження та розвитку дефектів такого типу при вимірах структури та властивостей деформованих листів досліджуваного сплаву.

Для цієї мети карти, вирізані з вихідних листів, піддавали дорекристалізаційним відпалам при температурах 100, 150, 175, 200, 250,300 и 400<sup>0</sup>.

Зразки для безпосереднього вимірювання ЕМ мікроструктури, текстури, властивостей пружності та мікротвердості готували за наведеною вище схемою (див. рис. 3.5).

Дослідження показали, що будь-яких помітних змін текстури у відпалених листах сталі DC04 у порівнянні з вихідними листами ми не спостерігали. Тільки після відпалів понад 300 градусів типові орієнтування рекристалізації ОЦК структур стають різкішими, тобто текстура виявляє тенденцію до загострення основних орієнтувань.

До цих температур не змінюється характер анізотропії модуля Юнга. Однак значення модуля Юнга виявляють тенденцію до зростання вже після відпалів при 100<sup>°</sup> С. Ця тенденція зберігається до температур ~200-250<sup>°</sup>C (рис.3.19.).



Рис.3.19. Зміна анізотропії модуля нормальної пружності залежно від темпрератури відпалу в листах феритної сталі DC04: 1 – вихідний лист; 2- відпал 100<sup>°</sup>; 3 – 150<sup>°</sup>C; 4-175<sup>°</sup>C; 5-200<sup>°</sup>C; 6 - 400<sup>°</sup>C. 7 - 600<sup>°</sup>C

Таким чином, можна констатувати, що текстура саморекристалізації, яка сформувалася після гарячої прокатки в сталі після відпалів при температурах до 250°С, не змінюється. Структурні зміни протікають у вигляді процесу, який у [38] був названий «залікуванням дефектів». Відбувається відновлення положень атомів у решітці, зменшення густини вакансій, йдуть з решітки атоми втілення тощо. Нових пошкоджень не з'являється, а вже наявні зменшуються в розмірах, а

малі пошкодження можуть і просто захлопнутися. Тобто і рівень пошкодженості має зменшитися. На рис.3.20 наведено криву зміни E=f(t<sup>0</sup>C) в НП. Після відпалів вище  $300^{0}$ C проявляється тенденція невеликого падіння модуля E, що пов'язано, мабуть, з різними спотвореннями решітки при появі нових зародків вторинної рекристалізації.



Рис.3.20. Зміна модуля Юнга сталі DC04 у НП після відпалів

На рис. 3.21 наведено структуру сталі після відпалу 300°С з великим (х35000) збільшенням. Добре видно поверхню зерен, але мікропор або мікротріщин не спостерігається.



Рис. 3.21. ЕМ структура сталі DC04 після відпалу 300°С

У процесі вторинної рекристалізації, при орієнтованому зростанні нових зерен можлива поява нових пошкоджень у місцях бар'єрів руху дефектів. Це можуть бути і кластери дислокацій, і домішкових атомів, і двійників. На рис.3.22 наведена при великому збільшенні (х40000) структура досліджуваної сталі після відпалів при температурі 600<sup>0</sup>C. Тут видно рельєф поверхні зерна та пошкодженості у вигляді пор сферичної форми.



Рис.3.22. ЕМ структура сталі DC04 після відпалу 600 °С

Структурні зміни в листах сталі DC04 у процесі відпалів можна описати наступною моделлю:

1. При гарячій прокатці деформація металу зазвичай проходить шляхом реалізації всіх можливих систем ковзання і на цьому етапі обробки металу прокатка проводиться до значних ступенів деформації. Цей процес протікає в області існування γ-фази сталі.

2. Відомо, що процес накопичення і росту мікротріщин в залежності від напруги та температури проходить неоднорідно по всьому об'єму матеріалу. В області помірних температур швидкість утворення зародкових мікротріщин у

поверхневих шарах на 1-3 порядки вище, ніж в об'ємі матеріалу. При підвищенні температури процес мікроруйнування переміщується в об'єм. При цьому процес руйнування відбувається за рахунок зародження нових мікротріщин, так і за рахунок їх розвитку. Співвідношення вкладу даних процесів у руйнування змінюється залежно від структури матеріалу та умов його деформування [5]. На цьому етапі можлива поява різноманітних деформаційних пошкоджень.

 При охолодженні листів сталі нижче температури поліморфного γ→α перетворення виникає текстура фазового переходу з наслідуванням дефектної структури. При подальшому охолодженні зазначені процеси накладаються процеси рекристалізації.

У результаті в текстурах відпалу превалюють орієнтування текстур рекристалізації (див. рис. 3.7-3.11). Головними орієнтуваннями цієї текстури є орієнтування типу {111}<uvw>. Ці ІО є ізотропними щодо властивостей четвертої тензорної розмірності [47].

Тому за анізотропію модуля Юнга листів сталі DC04 відповідають додаткові орієнтування (001) [100] +(332) [110], які були нами виявлені експериментально [18, 84]

4. Запропоновано метод розрахунку IXT за результатами вимірювань модулів нормальної пружності в основних напрямках текстурованих листів із кубічною структурою. IXT добре описують анізотропію пружних властивостей у площині листів та ефективні при розрахунках властивостей 4-ї тензорної розмірності у важковимірних напрямках (в HH, у перерізі листів).

Низькотемпературні (<250°С) відпали призводять до збільшення модуля Юнга по всіх напрямках у листах досліджуваної сталі без зміни характеру анізотропії, тобто - без змін текстури саморекристалізації. За таких відпалів відбувається стабілізація структури сталі. Зменшується рівень пошкодженості, «заліковуються дефекти». Зменшуються внутрішні напруження. Це призводить до збільшення значень модулів пружності сталі DC04, хоча анізотропія листів суттєво не змінюється. 5. Підвищення температури відпалу вище 400°С активізують процеси вторинної рекристалізації, які призводять до переміщення дефектів усередині решітки альфа заліза. І тут можлива поява бар'єрів у вигляді різноманітних включень, границь зерен, двійників рекристалізації, які можуть створювати кластери підвищеної напруги, які, своєю чергою, провокують руйнування суцільності кристалічної решітки, тобто поява мікропор або мікротріщин (рис.3.22).

Оптимальною температурою відпалу листів сталі DC04 для отримання листів з мінімальним рівнем пошкодження, є температура 175- 200°С.

Після таких відпалів мікротвердість, отже, і величини залишкової напруги практично однакові по всій площині листів відпаленої сталі (рис. 3.23.).



Рис. 3.23. Відбитки індентора в площині листа в межах перерізу представницького обсягу

На рисунку видно, що розміри відбитків у різних точках перерізу однакові, тобто однакові і мікротвердості, і величини внутрішніх напружень.

#### Висновки до розділу 3

 Вихідний стан сталі DC04 характеризується однофазною феритною структурою, типова для OЦК металів. Виявлено наявність текстури, що містить
 4-5 ідеальних орієнтацій, що є результатом деформаційних процесів під час гарячої прокатки та подальшої рекристалізації.

2. Анізотропія пружних властивостей, зокрема модуля Юнга, значно виражена у сталях DC04. Максимальні значення модуля Юнга спостерігаються в поперечному напрямку (ПН), а мінімальні — у напрямку прокатки (НП). Це підтверджується результатами експериментальних вимірювань, де анізотропія залежить від текстури матеріалу.

3. Для оцінки анізотропії використовувалася методика на основі інтегральних характеристик текстури (IXT), яка дозволяє точно відображати пружні властивості сталі та застосовувати їх для розрахунку анізотропії властивостей, особливо в важкодоступних напрямках, таких як перерізи листа.

4. Відпали при температурах до 250°С не змінюють текстуру сталі DC04, однак сприяють «заліковуванню» дефектів і збільшенню модуля Юнга за рахунок стабілізації структури та зменшення внутрішніх напруг.

5. Відпали при температурах вище 300°С активують процеси вторинної рекристалізації, що призводить до появи нових дефектів, таких як пори та мікротріщини. Це свідчить про збільшення рівня ушкодженості на мікрорівні.

6. Оптимальною температурою відпалу для отримання квазінеушкодженого еталону сталі DC04 є 175-200°С. При такій термообробці спостерігається зниження рівня пошкодженості, вирівнювання внутрішніх напруг, що дозволяє досягти рівномірної мікротвердості по всьому перерізу листа.

## РОЗДІЛ 4. ПОШКОДЖЕНІСТЬ ЛИСТІВ ДЕФОРМОВАНОЇ СТАЛІ З ОЦК-РЕШІТКОЮ

## 4.1 Зародження і розвиток поля пошкоджень у полікристалах сталі DC04 при деформації одноосним розтягуванням

Вихідним матеріалом служили листи сталі після тривалого (до 36 годин) відпалу при температурі 175°С у середовищі аргону. Для досліджень зразки вирізали з листів сталі у вигляді «dogs bone» (рис. 4.1). Довжина робочої частини зразка становила 70 мм, ширина — 12.5 мм. На робочу поверхню зразків наносили сітку з розмірами комірок 2 × 2 мм; зміна геометричних розмірів сітки використовувалася для оцінки величини деформації [73].



Рис.4.1. Схема зразка з сіткою для деформування

Далі зразки розтягували на розривній машині "Zwick Z100" (100 кН) до 5%, 10%, 15%, 20% і 25% ступенів деформації. Як показали контрольні випробування (див. Рис. 3.4), рівномірність деформації зберігалася до 25%. Далі спостерігалася тенденція до утворення шийки, і такі зразки вже не були придатні для вимірювання модулів пружності.

З середньої частини деформованих зразків "dogs bone" вирізали зразки довжиною ~70 мм для вимірювання модулів Юнга. Далі зразки для електронномікроскопічних досліджень, вивчення текстури та вимірювання властивостей обробляли відповідно до схеми (3.3). Мікроструктуру та текстуру сталі в вихідному стані та після деформацій розтягуванням вивчали методами електронної мікроскопії на приладі FE-REM скануючий електронний мікроскоп ZEISS Supra 55 VP. Після механічного полірування з використанням мастила до 1 µм та додаткового полірування в установці Vibration polishing unit VibroMet 2 від компанії Buehler, зразки піддавали спеціальній іонній різці в комбінації з інтенсивним іонним поліруванням (іонно-променева різка дозволяє точно розміщувати мікрорізи в підповерхневих зонах) у потоці іонів нейтрального газу. Потік іонів спрямовували за допомогою вольфрамового клина під кутом 30° до площини зразка.

Зйомка мікроструктури проводилась за допомогою двох детекторів вторинних електронів: по-перше, в ракурсі «inlens», а для перевірки достовірності отриманої інформації про наявність пор — у другому випадку в ракурсі «SE» (бокового детектора).

Як представницьку площу на поверхні зразка виділяли квадрат, який розбивали на 5×5 комірок. Електронну мікроскопію проводили по кожній з комірок. Відпрацьована сталь має типову для низьковуглецевих сталей феритну структуру зі середнім розміром зерна ~80 µm з мінімальним рівнем пошкоджень. Величина мікротвердості приблизно однакова по поверхні зразка в межах перерізу представницького об'єму. Структура матеріалу — зерниста. На рисунках видна чітка зерниста структура. На границях зерен при середніх збільшеннях пошкоджень не спостерігається. У зернах зустрічаються окремі порушення цілісності у вигляді рідкісних пор, що, ймовірно, залишилися після промислової обробки листів (гаряча прокатка + саморекристалізація) і проявляються тільки при великих збільшеннях.



Рис.4.2. ЕМ структура в ракурсі (a, c) — «InLens» і в (b, d) — боковому ракурсі листів сталі DC04 після дорекристалізаційного відпалу; (a,b)x200, (c,d) x5000

Модуль Юнга, як і раніше, визначали за частотою власних поперечних коливань плоских зразків, вирізаних із середньої частини зразків «dogs bone»(рис.4.3.).



Рис. 4.3.

Прямокутні зразки обробляли в пакеті для забезпечення однакових розмірів.

На рис. 4.4 наведені криві зміни модулів Юнга в нормальному напрямку (НП) і по ширині листа (ПН) після відпалу листів сталі та наступних деформацій розтягуванням. Модуль Юнга вихідних листів сталі в ПН вищий, ніж в НП. Це характерно для ОЦК полікристалів заліза з текстурою рекристалізації [77,15,11].

Дорекристалізаційні відпали листів сталі призводять до збільшення модуля Юнга в обох напрямках листів (~4% в НП і ~7% в ПН). Після розтягування на 5% модуль Юнга зменшується до значень, що трохи менші, ніж у вихідних листах.



Рис.4.4. Зміни модуля Юнга листів сталі DC04 при деформації розтягуванням: 0 – в НП, □ – в ПН

Після деформацій до 10, 15 і 20% модулі Юнга в НП (напрямку прокатки) і ПН (поперечному напрямку) зменшуються більш або менш монотонно, приблизно на 5 і 12% відповідно, відносно деформації 5%. Далі монотонність
зміни модуля Юнга порушується, і зменшення модуля Юнга в НП і ПН після деформації до 25% відносно попереднього растягування (20%) складає 5 і 6% відповідно. Подальші деформації призводять до формування шийки, і вимірювання модуля Юнга методом власних коливань плоских зразків стає неефективним.

Деформації растягуванням змінюють картину ЕМ структур сталі (рис.4.5.). Деформація до 5% призводить до утворення пор, розподілених по поверхні зерен. Форма пор близька до сферичної, розміри яких не відрізняються суттєво один від одного.

Деформація до 10% призводить до утворення нових пор сферичної форми. При ступенях деформації (15 і 20%) в приграничних між зернами областях утворюються ланцюжки пор, які знаходяться близько один до одного, але ще не зливаються в тріщини. Пори, розсіяні по поверхні зерен, форму і розміри суттєво не змінюють. З'являються нові пори, збільшуючи таким чином інтегральну густину пошкодженості.

Ланцюжки пор, які ще не мають ознак тріщин, утворюють скупчення у вигляді пластин, орієнтованих перпендикулярно до напрямку розтягування (НР). При деформаціях більше 20% спостерігається тенденція злиття окремих близько розташованих пор.





Рис.4.5. ЕМ структура в ракурсі (a,b,c,d,e) «inlense» та в (f,g,h,i,j) — боковому ракурсі листів сталі DC04 після дорекристалізаційного відпалу і деформації розтягуванням до a,f – 5; b,g – 10; c,h – 15; d,i – 20; e,j – 35%.

Аналіз проведених досліджень і отриманих результатів дозволяє описати зміни структури сталі та властивостей листів при деформації розтягуванням за наступною схемою. Розміри пошкоджень, розподілених по поверхнях зерен, можуть бути оцінені за електронними мікрограмами великого збільшення (рис.4.6.) як 100-200 нм.

За класифікацією [14], вони відносяться до зародкових пор, локалізованих у поверхневому шарі, мають сферичну форму. Згідно [56], утворення таких мікронесплошностей можливе шляхом дислокаційного або вакансійного загострення клиноподібних мікротріщин завдяки зсуву у тріщину зустрічних дислокаційних скупчень.

Інша модель (дислокаційна) [15] передбачає «вибухоподібне» зародження зародкових несплошностей в результаті флуктуацій, що викликають злиття головних дислокацій. Зародження пошкоджень, що спостерігається у сталі DC04 при деформації розтягуванням, відповідає цій моделі.

Порообразні пошкодження, близькі до сферичної форми, на поверхні зерен спостерігаються після розтягування 5%.



Рис.4.6. Електронно-мікроскопічна структура в ракурсі -(a,c,d,e) «inlense» і в (f,h,i,j) - боковому ракурсі листів сталі DC04 після дорекристалізаційного відпалу і деформації розтягуванням до a,f – 5; c,h – 15; d,i – 20; e,j – 35%.

Збільшення ступеня деформації не веде до суттєвого збільшення розмірів пор. Формуються нові дрібні пошкодження, розсіяні по поверхні зерен та на їхніх межах. Суттєвої кількості мікротріщин клиноподібної форми ми не спостерігали.



Рис. 4.7. Зміни (integral damage variable) листів сталі DC04 після деформації розтягуванням

У попередньому розділі ми спостерігали, що виникнення зародкової несплошності призводить до утворення в металі кластерів підвищеного рівня напруження. Підвищене напруження провокує виникнення нових пошкоджень у цьому кластері та поблизу нього. Саме це ми й спостерігаємо на електронних мікрограмах. Пошкодження при малих і середніх ступенях деформацій швидко розмножуються без злиття з іншими пошкодженнями. Але виникає питання: звідки беруться такі значні напруження? Об'єму зародка навряд чи вистачить для напружень зародження несплошностей. Мабуть, певну роль у цьому процесі відіграє й напруження всередині самої мікропори. Якщо припустити, що всередині пори є електронний газ, то додаткове напруження в кластері можна пояснити кулонівською взаємодією між електронами, які розподілилися по протилежним сторонам несплошності. У такому випадку напруження в кластері буде достатнім для розмноження зародків пошкоджень.

Проведено контрольні випробування на розтягування зразків у вигляді "dogs bone", які піддалися деформації розтягування до 5 і 10% для оцінки зміни границі текучості ( $\sigma_{0.2}$ ). Отримали:  $\sigma_{0.2}$  в НП дорівнює 180 МПа,  $\sigma_{0.2}$  у тому ж напрямку після 5% розтягування границя текучості становила 190 МПа, а після 10% — 191МПа

Отже, певно має місце деформаційне зміцнення сталі. Це відбувається також і завдяки особливостям зароджених пошкоджень.

На малюнку 4.7 показано розподіл вм'ятин індентора мікротвердоміра по площині деформованого розтягуванням до 5% зразка.



Рис. 4.8. Розподіл мікротвердості в межах перерізу репрезентативного об'єму поверхні зразка, деформованого до 5% розтягуванням.

В інтервалі цих деформацій модуль Юнга зменшується монотонно, без стрибків. Монотонно збільшується і (variable) D, розрахована по (1) (рис.4.8.), а в області деформацій понад 20% пошкодженість швидко збільшується.

При цих деформаціях спостерігається тенденція злиття окремих близько розташованих пор (коагуляція), що добре видно на рис. 3d, i, де дві великі пори зливаються через руйнування перемичок між трьома дрібними порами розміром ~100 нм, розташованими між ними. Деформація розтягуванням до 35% призводить до утворення чітких тріщин на фоні більш-менш рівномірного розподілу пор по площині зерен.

Збільшення порядку (х20000-55000) показало, що деформації розтягуванням спотворюють форму пор, однак останні демонструють тенденцію до збереження рівноосьовості (рис. 2a, f, c, h). На цих малюнках добре видно шорохувату поверхню зерен після іонної полірування. Цікаво, що дно void також шорохувате, подібно до поверхні зерна, тобто є поверхнею наступного фрагмента або блоку. Це свідчить на користь того, що void розмірами приблизно 0,1 після великих активних МКМ з'являються деформацій В межах розорієнтованих фрагментів, розміри яких співмірні з розмірами блоків. [65].

Тріщина, формування якої спостерігається при деформаціях ~35%, має форму зігнутої пластинки, орієнтованої перпендикулярно до (НП) (рис.4.5 е, j). Форма і орієнтація тріщини відповідають моделі Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN) для пружних і вязких матеріалів [20,58].

В області деформацій злиття ланцюгів рівноосьових пор в тріщини спостерігається більш різке зменшення модуля Юнга (рис.4.5.) і відповідне цьому падінню збільшення константи пошкодженості D (рис.4.7.), величина якої досягає 14% і 24% у НП і ПН відповідно.

Зміни модуля Юнга відображають процес накопичення пошкоджень при деформації розтягуванням. Якщо на кожному етапі деформації сумарну деформацію представити у вигляді суми пружної ( $\mathcal{E}^{e}$ ) і пластичної ( $\mathcal{E}^{p}$ ) складових [38], то модуль Юнга, виміряний резонансним методом по частоті власних поперечних коливань пластин, характеризує для кожного з станів саме пружну частину деформації.:

$$\varepsilon^e = \frac{\sigma}{E_D}.$$

 $\sigma$  – Напруження, необхідне для досягнення конкретної рівномірної деформації, та  $E_D$  – модуль Юнга деформованої пластини, зміни якого для відповідних деформацій і напружень характеризують області формування, накопичення пошкоджень та перетворення їх у скупчення і мікротріщини.

На зміни пружних модулів суттєвий вплив також має текстурний фактор [46].

Вихідні і відпалені листи сталі DC04 мали текстуру рекристалізації з високим ступенем розсіювання. Текстура багатокомпонентна. Преважними ідеальними орієнтаціями (IO) в площині листа є ізотропні орієнтації.  $\{111\}\langle UVW\rangle$  та наближенні до них  $\{554\}\langle 225\rangle$  та  $\{10 \ 8 \ 7\}\langle 135\rangle$ . В якості другорядних присутні орієнтації  $\{335\}\langle 7 \ 12 \ 3\rangle$  и  $\{112\}\langle 681\rangle$ , а також орієнтації  $\{100\}\langle 001\rangle$  та  $\{100\}\langle 012\rangle$ .

Зміни текстури листів сталі DC04 після деформації розтягуванням характеризуються тим, що на набір орієнтацій текстури рекристалізації та прокатки, що присутні в початкових і відпалених листах, накладаються орієнтації ковзання [24], які змінюють характер анізотропії пружніх властивостей листів. Основними орієнтаціями, що визначають анізотропію, є різко анізотропні орієнтації {110}<uvw>. Ці орієнтації мають середнє значення модуля в площині листів з великими значеннями для орієнтацій типу {100}<uvw> та приблизно таке ж, як і {111}<uvw> [6]. Однак орієнтації типу {111}<uvw> у текстурі після розтягування не з'явилися нові. Тому вклад пошкоджень у зменшення модулів Юнга є переважним. Подальше утворення тріщин створює області ймовірного перерозподілу напружень, що веде до їхнього зростання і руйнування відповідно ДО існуючих класичних континуальних теорій. Поява ланцюгів пор представляється передвісником класичного руйнування.

# 4.2. Вплив періодичної зміни деформації «розтягнення-стиск» на рівень пошкоджень структури низьковуглецевої сталі

Розроблювані нині феноменологічні моделі руйнування твердих тіл [1] використовують дані про акумуляцію пошкоджень при пластичній деформації або інших видах обробки матеріалу.

Рівень пошкодженості в існуючих теоріях руйнування прийнято описувати змінною  $D(\vec{n})$ , коефіцієнтом пошкодженості матеріалу (див. Розділ 1). Ця величина характеризується відношенням площі елемента  $dS^*(\vec{n})$  ( $\vec{n}$  – нормаль до площини  $dS^*$ ) перетину тіла, пошкодженого мікропорами, мікротріщинами, скупченнями дислокацій, до загальної площі  $dS(\vec{n})$  без врахування жодних

мікропошкоджень: 
$$d(\vec{n}) = \frac{dS^*(\vec{n})}{dS(\vec{n})}$$
 (1)

Рідкісний технологічний процес обробки металів або експлуатації конструкцій обходиться без деформації вигином, під якою мається на увазі порушення прямолінійності основної осі тіла. Таку деформацію зазнають тіла, закріплені на одній або кількох опорах. Знакозмінний вигин (ЗВ) моделює чергування деформацій розтягування і стиснення. При ЗВ плоских об'єктів шари металу, що відстоять від середньої площини на певну відстань, поперемінно підлягають деформаціям стиснення і розтягування. При цьому в об'ємі металу, підданого розтягуванню, з'являються дефекти у вигляді мікропошкоджень, характер яких змінюється при зміні виду деформації.

Метою досліджень цього розділу було вивчення утворення і зміни структури мікропошкоджень при послідовних деформаціях розтягуванням і стисненням в листах низьковуглецевої однофазної сталі у зв'язку зі змінами модулів нормальної пружності.

#### Оцінка рівня пошкодженості у деформованих об'єктах

Визначення диференційованої пошкодженості в різних точках зразків проводили методами електронної мікроскопії, аналогічно описаним у попередніх

розділах. Початковим матеріалом були відпущені карти листів сталі DC04, оброблені за схемою (рис. 3.5).

З карт далі вирізали прямокутні зразки (смужки) розміром 12х80 мм в НП, НП+45<sup>0</sup> і ПН, де НП і ПН – напрямок прокатки та поперечний напрямок у листі відповідно (рис. 2.20).

Зразки обробляли в пакеті, досягаючи їх однакових розмірів. Зразки піддавали деформації знакозмінним вигином (ЗВ) на роликах діаметром 50 мм, з кількістю циклів 0.25, 0.5, 0.75, 1, 3, 6, 9, 12. Установка для вигину обкаткою забезпечувала рівномірну деформацію по всій довжині зразка. Один цикл деформування включав вигин в одну і протилежну сторони та повернення зразка до вирівняного стану. Таким чином, деформація в 0.25 циклу передбачала деформацію протилежних сторін зразків стисненням і розтягуванням.

Частоту власних коливань вимірювали резонансним методом за допомогою комп'ютерної програми Spectra PLUS [4]. Рівень пошкодженості оцінювали за [92] відносно відпущеного стану. Результати вимірювань наведені на рис.4.9.



Рис.4.9. Зміни А - частоти власних поперечних коливань плоских зразків і Б — коефіцієнта пошкодженості сталі DC04 після деформації різною кількістю циклів знакозмінного вигину ○ – НП, □ – НП+45<sup>0</sup>, Δ -ПН

Частота коливань зразків сталі після відпалу вища, ніж у зразків, вирізаних безпосередньо з листів в умовах постачання. Частота і модуль Юнга в ПН вищі, ніж у НП+45<sup>0</sup> і НП.

Згинання на 0,25 циклів знижує частоту коливань у всіх напрямках вимірювання. Випрямлення, тобто протилежне деформування, призводить до збільшення частоти коливань зразків і, відповідно, до зниження модуля Юнга. Оскільки зразки мали однакові лінійні розміри, зміни  $v^2$  характеризують зміни при ЗВ пружних модулів. Це, у свою чергу, дає можливість оцінити густину пошкоджень *D* в сталі при ЗВ.

Найбільш різкі зміни частоти при вигинах спостерігаються на початкових стадіях ЗВ (1-3 цикли). Відповідно, для цих циклів спостерігали також більше зменшення модуля Юнга та збільшення *D*.

При збільшенні числа циклів ЗВ спостерігалося зменшення амплітуд коливань частот і коефіцієнтів D при деформації дробовими частинами циклів. Криві частот демонструють тенденцію до незначного зменшення у всіх напрямках, а криві пошкодженості — до уповільнення росту.

Мікроструктури вивчали на електронному мікроскопі SUPRY 40VP. Зразки для вивчення мікроструктури розміром 5х5 мм вирізали з центральної частини смужок після відпалу та після деформації ЗВ.

Для надійної розрізненості пошкоджень у вигляді пор і інших порушень неперервності та для виключення впливу на морфологію пошкоджень механічної обробки у вигляді шліфування та полірування, поверхні деяких зразків підлягали іонній поліровці. Для цього поверхню обробляли пучком іонів на установці GATAN Met Etch 683 3 kV протягом 90 хвилин під кутом нахилу 30°.

В відпалених смужках пошкодження у вигляді пор явно не спостерігаються (рис.4.10.). Їх стан близький до квазінепошкодженого стану [84].



Рис.4.10. Мікроструктура листів сталі DC04 після дорекристалізаційного відпалу.

Після вигину смуг сталі (деформація 0,25 циклу) на стороні, підданій деформації розтягування, спостерігали пошкодження у вигляді пор, переважно сферичної форми, як всередині зерен, так і на їх межах (Рис. 4.11а). Явних пошкоджень на поверхні, яка піддавалася стисненню, не спостерігали (рис. 4.11б)..



Рис.4.11. Мікроструктура листів сталі DC04: а – в області розтягування, б – в області стиснення. НП – напрямок прокатки.

Після подальших деформацій «згинання – вирівнювання» на мікроструктурах спостерігається на загальному фоні збільшення кількості пошкоджень і їх розмірів, періодичне зменшення їх при зміні деформації розтягування на деформацію стиснення (рис. 4.12).



Рис.4.12. Мікроструктура листів сталі DC04 після деформації 12 циклами знакозмінного вигину: *а* –× 5000, б- × 20000.

Мікропошкодження практично завжди присутні в технічних матеріалах ще застосування зовнішнього навантаження. В області в'язко-пластичної ДО деформації вони стають провокаторами виникнення та розвитку більших пошкоджень. Дорекристалізаційні відпали знижують рівень пошкоджень в матеріалі. Це ми спостерігали в розділі 3 дисертації, де мікропошкодження явно не спостерігаються, хоча на мікроструктурах видно деякі затемнення, які можна трактувати як залишки мікропошкоджень сталі в її стані в момент поставки. Частоти власних коливань зразків, а отже, і модулі нормальної пластичності збільшуються. Це проявляється у зменшенні інтегрального коефіцієнта Мікротвердість приблизно пошкоджень. однакова по всьому перерізу представницького обсягу. Можна вважати, що процес формування нової структури досліджуваної сталі під дією ЗВ стартує з квазінепошкодженого стану.

Деформація вигином на 0.25 циклів ініціює утворення нових пошкоджень в області пластично-в'язкого розтягу та часткове відновлення старих, залишених після заводської обробки. В області розтягування зразків на електронномікроскопічних знімках з'являються видимі пошкодження у вигляді мікропор, головним чином, сферичної форми. Частоти власних коливань, модулі Юнга (табл.4.1) по всіх виміряних напрямках зменшуються. Коефіцієнти пошкоджень зростають по всіх трьох напрямках. Після вирівнювання зразків, тобто після деформації в 0.5 циклів, частоти власних коливань зразків зростають, відповідно коефіцієнти зменшуються. Тобто, зміна виду деформації на даному етапі ЗВ приводить до деградації сформованої після вигину в 0.25 циклів в області розтягування структури мікропошкоджень, яка відповідальна за частоту власних коливань зразків і за значення модулів пластичності. Наступний вигин (0.75 циклів ЗВ) знову призводить до падіння частот коливань зразків і значень модулів Юнга та зростання коефіцієнтів пошкоджень. Таким чином, на цьому етапі ЗВ число пошкоджень на одиницю площі перерізу не тільки збільшується, але й змінюється їх морфологія. Якщо на першому етапі ЗВ пошкодження мають переважно сферичну форму, то тепер вони набирають форму близьку до еліптичної. Про це свідчить тенденція до формування анізотропії D. Електронна мікроскопія підтверджує цей факт в роботах по впливу навантаження розтягу і стиснення на мікроструктуру низьковуглецевих сталей. [77]

Один повний цикл ЗВ знову призводить до деградації структури пошкоджень в області зміни деформації розтягування на деформацію стиснення, однак *D* не зменшується до значень, що відповідають етапу ЗВ в 0.25 циклів. Тобто спостерігається процес об'ємного накопичення пошкоджень.

В розділі 3 показано, що текстура промислових листів сталі DC04 характеризується набором орієнтацій, - {111}(123) и {111}(112), а також близькими до них {554}(225) и {10 8 7}(135). В області розсіювання входять орієнтації {335}(7 12 3) и {112}(681). Чітко присутня орієнтація {100}(001). До області її розсіювання також входить {100}(012). Ці дані узгоджуються із загальноприйнятими даними щодо текстур рекристалізації металів з ОЦК [23,88]. Отже, досліджувана сталь піддавалася кінцевому або проміжному рекристалізаційному відпалу під час виготовлення.

Сильні орієнтації {111} (UVW) І близькі до них є ізотропними, але підвищують середній модуль пружності в площині листа. Вони діють у протилежному напрямку до дії пошкоджень. Основний внесок в анізотропію пружних властивостей вихідних листів вносять різко анізотропні орієнтації  $\{112\}<110>, \{100\}<011>.$  Для цих орієнтацій значення Е в ПН вище, ніж в НП. Однак у представленні анізотропії пружних властивостей цих орієнтацій у вигляді рядів Фур'є амплітуди їхніх четвертих гармонік ( $A_4$ ) мають протилежні знаки та  $|A_4|_{\{100\}} > |A_4|_{\{112\}}$  (див. таблицю 1 у [31]). Сумарний вплив цих орієнтацій призводить до зменшення значення Е в НП +45<sup>0</sup>.

Анізотропія D повторює анізотропію Е.

Зсув на початкових стадіях деформації протікає по легким системам {111}<UVW>. Напруження, як характеристика тензорної розмірності 2, ізотропне для кубічного кристала. Отже, і пошкодження виникають у вигляді пор з високою симетрією. При багаторазових деформаціях «розтягненнястискання» можливе накопичення залишкових напружень і реалізація інших, більш складних кристалографічних систем деформації.

### Висновки до розділу 4

1. Зародження пошкоджень, що спостерігаються в сталі DC04 при деформації розтягування відповідає дислокаційній моделі, яка передбачає «вибухоподібне» зародження зародкових несплошностей, що супроводжуються злиттям головних дислокацій.

2. При деформації розтягуванням відбувається деформаційне зміцнення сталі, яке супроводжується монотонним збільшенням D з послідуючим швидким зростанням при деформації більше 20%.

3. Зміни модуля Юнга відображають процес накопичення пошкоджень при деформації розтягуванням. Текстурні перетворення відповідають характеру анізотропії пружних властивостей. Основними орієнтаціями, які відповідають за анізотропію є {110}<UVW>.

4. Зміни Е при зміні деформації «розтягнення – стинення» протікають інтенсивно на початкових стадіях знакозмінного вигину (1-3 цикли). Збільшення

числа вигинів до 10 і більше циклів зменшує величину «деградації» пошкоджень при випрямленнях зразків; коефіцієнт пошкодженості також зменшується, але менш значно. Відбувається накопичення пошкоджень у вигляді пор, які зберігаються при змінах виду деформації. Анізотропія D повторює анізотропію Е.

5. При деформації знакозмінним вигином (ЗВ) з ростом числа циклів деформації коефіцієнт пошкодженості повільно зростає.

## ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ З ДИСЕРТАЦІЇ

1. Листи сталі DC04 (0.06% C, до 0.35% Mn, до 0.40%Si, ~ 0.025% S i P) в умовах поставки (фінішна обробка — гаряча прокатка) мають складну текстуру, що характеризується ізотропними орієнтаціями {111}<uvw>, сформованими за рахунок саморекристалізації {112}<110>, {100}<011>, які основним чином впливають на анізотропію пружних властивостей листів. В зернах металу присутні пошкодження квазісферичної форми, які виникли в процесі гарячої прокатки при реалізації великої кількості систем ковзання шляхом гальмування руху дефектів двійниками рекристалізації.

2. Пропонується метод розрахунку інтегральних характеристик текстур (IXT), достатніх для опису анізотропії властивостей четвертої тензорної розмірності в будь-якому зрізі представницького об'єму акустичним способом за результатами вимірювання частот власних поперечних коливань стержнів і пластин, вирізаних у головних напрямках листів кубічних металів.

3 Дорекристалізаційні відпали вже при температурах до 200°C призводять до зменшення густини пошкоджень по всьому об'єму металу, дефектів. який тобто проходить процес загоєння супроводжується збільшенням значень модулів Юнга у всіх напрямках у листах без зміни Також спостерігається характеру анізотропії. вирівнювання значень мікротвердості по всій плошині відпалених листів і вирівнювання напруженого стану в площині зразків. Після відпалів при температурі 175-200°С листи сталі DC04 наближаються до квазінепошкоджених і можуть служити еталоном для оцінки рівня пошкоджень у методах, заснованих на вимірюванні властивостей пошкоджених структур.

4. Рекристалізаційні відпали (>300°С) призводять до появи зародків пошкоджень рекристалізації, що викликає уповільнення збільшення модулів Юнга, а потім і їх зменшення. В областях появи пошкоджень утворюються кластери підвищеного залишкового напруження.

5. Деформація розтягуванням квазінепошкодженої сталі до 5% різко, «вибухоподібно» веде до появи зародків несплошностей внаслідок флуктуацій, що викликають злиття головних дислокацій. Збільшення ступеня деформації не призводить до суттєвого збільшення розмірів пор. Утворюються нові дрібні пошкодження, розсіяні по об'єму зерен і на їх границях. Значної кількості мікротріщин клиноподібної форми також не спостерігається.

6. Головну роль у процесі деформації відіграє і напруження всередині самої мікропори. Можна припустити, що всередині пори є електронний газ, тоді додаткове напруження в кластері можна пояснити кулонівською взаємодією між електронами, які розподілилися по протилежним сторонам несплошності, і напруження в кластері буде достатнім для розмноження зародків пошкоджень. В інтервалі цих деформацій (5-10%) модуль Юнга зменшується монотонно, без стрибків. Монотонно збільшується і (variable) D, а в області деформацій більше 20% пошкодженість швидко зростає.

7. Деформація знакозмінним вигином (ЗВ) відпалених смуг сталі DC04 (0.06% C, до 0.35% Mn, до 0.40% Si, ~ 0.025% S, P) на початковому етапі (0.25 циклу) призводить до формування структури з мікропошкодженнями пор в розтягнутій області, що призводить до зменшення частоти (v) власних коливань прямокутних зразків і модуля нормальної пружності (E).

8. Виправлення смуг (деформація ЗВ 0.5 циклу) сталі призводить до «деградації» пошкоджень, що утворилися на попередньому етапі ЗВ в розтягнутій області смуг, і повторюється при кожному виправленні зразків. Коефіцієнт пошкоджень (D) збільшується при вигинах і повертається до значення, близького до попереднього, у виправленому стані.

9. Зміни *E* при зміні деформації «розтягнення – стиснення» відбуваються інтенсивно на початкових стадіях знакозмінного вигину (1-3 цикли). Збільшення кількості вигинів до 10 і більше циклів зменшує величину «деградації» пошкоджень при вирівненні зразків, коефіцієнт пошкоджень також зменшується, але менш значно. Відбувається накопичення пошкоджень у вигляді пор, які зберігаються при змінах виду деформації. Анізотропія D повторює анізотропію Е

#### Список використаних джерел

1. Алексеева С. И., Викторова И. В., Фроня М. А. Развитие наследственной модели Работнова и анализ деформационных композитов. *Наследственная механика деформирования и разрушения твердых тел - научное наследие Ю. Н. Работнова*. Москва : ИМАШ РАН, 2014. С. 11-17.

2. Алехин В. П. Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов. Киев : Наука, 1983. 279 с.

3. Ashby M., Werner B. Dislocation-Related Mechanisms and Alloy Strengthening in Metals. 1978. 463 p.

4. Барабаш М. С. Компьютерное моделирование процессов жизненного цикла объектов строительства : монография. Киев : Сталь, 2014. 301 с.

5. Баренблатт Г. И. Математическая теория равновесных трещин, образующихся при хрупком разрушении. *Журнал прикладной механики и технической физики*, 1961. № 4. С. 3–56.

6. Басин Г., Скотт Л. Текстура та механічні властивості сталей після прокатки та термообробки. *Materials and Manufacturing Processes*, 1998.

7. Бетехин В. И. Механика разрушения и прочности материалов. Москва : Наука, 1985. 430 с.

Болдирєв В. С. Методи дослідження текстур кристалічних матеріалів.
 Москва : Наука, 1983.

9. Бородич В. Ф. Физика твердого тела. Москва : Наука, 1988. 815 с.

Брюханов А. А., Гохман А. Р. Интегральные характеристики текстуры кубических и гексагональных металлов. Известия вузов. Физика, 1985. № 9. С. 127–131.

11. Брюханов А. О. Вивчення пружних властивостей стальних дротів в області рекристалізаціі. *Український фізичний журнал*, 1965. Т. 10, № 1. С. 104–107.

12. Брюханов А.А., Гохман А. Р. Метод расчета для определения параметров текстуры тензорных свойств кубических и гексагональных металлов. Заводская лаборатория, 1987. Т. 53. № 3. С. 572–574.

13. Булатов В. В., Киселев М. А. Дислокационная теория и механизм разрушения металлов. Москва : Металлургия, 1989.

14. Васильєв А. В. Механіка деформацій і пошкоджуваності металів. Київ : Наукова думка, 1992. 320 с.

Вассерман Г. Текстуры металлических материлов. Москва : Металлургия,
 1969. 655 с.

16. Власенко А. М. Матеріалознавство та технологія металів : підручник для здобувачів проф.-техн. Освіти. Київ : Літера ЛТД, 2019. 224 с.

17. Власов А. И., Елсуков К. А., Косолапов И. А. Электронная микроскопия : учеб. пособие. Москва : Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2011. 168 с.

18. Волчок Н. А., Дячок Д. А., Праведна Н. П. Влияние дорекристаллизационного отжига на текстуру и анизотропию свойств листов двухфазной низкоуглеродистой стали. *Educatio*, 2015. № (9). С. 45–49.

19. Heidenreich J. Effects of Orientation and Texture on the Fracture Behavior of Molybdenum Alloys. 1985. 293 p.

20. Гарсон А. Поведінка пористих матеріалів під час пластичної деформації. *Журнал механіки деформованих тіл*, 1977.

Гріффітс А. А. Фундаментальні принципи механіки руйнування, 2004.
 759 с.

22. Гузь А. Н. Механика хрупкого разрушения материалов с начальными напряжениями. Киев : Наукова думка, 1983. 296 с.

23. Дячок Г. І. Рекристалізаційна текстура в ОЦК металах і сплавах. Металознавство та термічна обробка металів, 1995. С. 46-57.

24. Івашченко Ф. Анізотропія та її вплив на механічні властивості текстурованих металів. *Журнал металознавства та термічної обробки металів*, 2001. С. 237-246.

25. Іовчев С. І., Стоянов П. П., Волчок Н. А. Інтегральні характеристики гексагональних текстур. *Вісник Львівського нац. ун-ту,* 2010. № 39. С. 294–299. URL : https://physics.lnu.edu.ua/wp-content/uploads/28\_45.pdf (дата звернення : 11.10.24). (Серія фізична).

26. Качанов Л. М. Основы механики разрушения. Киев : Наука, 1974. 312 с.

27. Кикучи С. Исследования по дифракции обратных электронов. *Journal of the Physical Society of Japan*, 1928. Т. 5. С. 14–27.

28. Кобаяси Н. Введение в нанотехнологию. Москва : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2008. 134 с.

29. Конструкционная прочность материалов и ресурс оборудования AEC : Тезисы док. междунар. научно-техн. конференции / редкол. : В. Т. Трощенко, В. В. Харченко. Киев : Ин-т проблем прочности им. Г. С. Писаренко НАН Украины, 2009. 206 с.

30. Костантинов С. А. Методы кристаллографического анализа текстур металлов. Київ, 1999. 450 с.

31. Костенко Н. В. Разрушение материалов при статических и динамических нагрузках. 2015. 462 с.

32. Кочетов В. Е. Теория дефектов и разрушения в металлах. Москва : Наука. 1996. 547 с.

33. Кристалографія – одна з фундаментальних наук про Землю : реком. бібліогр. покажчик / уклад. : О. В. Кисільова. Кривий Ріг : Наукова бібліотека КНУ. 2014. 45 с.

 Кулинский В. П. Кристаллография и физика металлов. Москва : НАУКА, 1989. 320 с.

35. Курнишов А. В. Физика металлов и механика разрушения. Киев : Наукова думка, 2003. 230 с.

36. Курнишов А. И. Основы механики поврежденности материалов. Москва : Наука, 2003. 512 с.

37. Кушнір О., Луців-Шумський Л., Корчак Ю. К. Практикум з фізики кристалів : навч. посібник. Львів : Видавничий центр ЛНУ імені Івана Франка, 2008. 121 с.

Лариков Л. Н. Залечивание дефектов в металлах. Киев : Наукова думка.
 1980. 280 с.

39. Лариков Л. Н. Термическое восстановление структуры металлов после деформации. *Физика металлов и металловедение*, 1980. № 5. С. 57–64.

40. Лариков Л. Н., Сафонов В. А. Исследование процессов рекристаллизации при термической обработке сталей. Москва : Наука, 1983. 99 с.

41. Лариков Л. Н., Юрченко Ю. Ф. Структура и свойства металлов и сплавов. Тепловые свойства металлов и сплавов. Киев : Наукова думка, 1985. 437 с.

42. Леметр Д., Шабош Р. Механика повреждений твердого тела. Москва : Наука, 2008. 248 с.

43. Леметр Д., Шабош Ж.-Л. Механика повреждаемости и пластичности материалов. Москва : Наука, 2004. 361 с.

44. Методы дифракционных исследований кристаллических материалов : сб. науч. трудов / за ред. В. А. Франк-Каменского, Б. М. Шмакина. Новосибирск : Наука, 1989. 183 с.

45. Механика разрушения и прочность материалов. Справочное пособие: 4 т. / Под общей ред. Панасюка В. В. Т. 4: Усталость і циклическая трещиностойкость конструкционных материалов / Романив О. Н., Ярема С. Я., Никифорчин Г. Н. и др. Киев : Наукова думка, 1990. 680 с.

46. Міхель С., Рейл В. Текстура та анізотропія пружних властивостей сталей. *Materials Science Forum*, 2002. С. 573-576.

47. Най Дж. Физические свойства кристаллов : Их описание при помощи тензоров и матриц. Москва : Мир, 1967. 385 с.

48. Оценка достоверности данных о модулях упругости металлов и сплавов. Москва : Изд-во стандартов, 1985. 14 с.

49. Панасюк В. В., Андрейкив А. Е., Партон В. З. Основы механики разрушения материалов. Киев : Наукова думка, 1988. 488 с.

50. Пчелінцев В. О. Кристалографія, кристалохімія та мінералогія : навч. посібник. Суми : Вид-во СумДУ, 2007. 226 с.

51. Работнов Ю. Н. Механика твердого деформируемого тела с повреждениями. Москва : Наука, 1979. 744 с.

Работнов Ю. Н. Ползучесть элементов конструкций. Москва : Наука. 1966.
 752 с.

53. Рид Р. Электронная микроскопия и анализ тонких слоев. Москва : Мир, 1983. 150 с.

54. Риддл М. Дж., Райс Дж. Р. On the Structure of Intergranular and Transgranular Fractures. 1970. 356 с.

55. Розуміння та розрахунок модуля Юнга : покрокове керівництво. URL : <u>https://www.tuofa-cncmachining.com/ru/tuofa-blog/calculating-youngs-</u> modulus.html (дата звернення : 10.11.24).

56. Ройтбурд А. Л. Дислокации и физические свойства металлов. Москва : Наука, 1978. 427 с.

57. Семенов В. В. Механические свойства и разрушение металлов. 2013.

58. Твегаард В., Нідлман А. Мікромеханічні моделі пошкоджуваності в металах. *Міжнародний журнал з механіки твердих тіл і конструкцій*, 1984.

59. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. Москва : Металлургия. 1982, 632 с.

60. Уфимцева М. П. Влияние деформации на текстурообразование в кремнистом железе. Структура и свойства текстурованных металлов и сплавов. Москва : Наука, 1969. С. 48–52.

61. Хан Дж. Р., Гантер Р. К. Introduction to Dislocations. 1972.

62. Хонинкомб Р. Пластическая деформация металлов. Москва : Мир, 1972.408 с.

63. Черепин В. Т., Васильев М. А. Методы и приборы для анализа поверхности материалов : справочник. Киев : Наукова думка, 1982. 399 с.

64. Sheehan P. J. Fracture Toughness and Mechanisms of Failure in Metals. 1980.437 p.

65. Шмидт Х., Нейл Р. Физические основы деформации и разрушения металлов. Москва : Мир, 1987.

66. Штукенберг А. Г., Лунин Ю. О. Оптические аномалии в кристаллах. СПб. : Наука, 2004. 263 с.

67. Юнг Г. Механические свойства материалов. Москва : Наука, 1978. 320 с.

68. Яновский Е. Н. Основы микромеханики разрушения металлов. Киев : Либідь, 2016. 340 с.

69. Ясній В. П., Студент О. З., Ясній П. В. Прогнозування втомної довговічності псевдопружних сплавів з пам'яттю формами : монографія. Тернопіль : Вид-во ТНТУ імені Івана Пулюя, 2021. 278 с.

70. Ясній П. В. Пластично деформовані матеріали : втома і тріщинотривкість. Львів : Світ, 1998. 224 с.

 71.
 Anderson T. L.
 Fracture
 Mechanics.
 CRC
 Press,
 2017.

 URL: https://doi.org/10.1201/9781315370293 (date of access: 11.10.2024).

72. ASM Metals Handbook, Metallography and Microstructures Vol 09. *Google Docs*. URL: <u>https://docs.google.com/file/d/0B3Mrzn2Z7-</u>

tSbURmRThQQnh6Skk/edit?resourcekey=0-bWLfD0aUKlQJBs7laEr31Q (date of access: 11.10.2024).

73. ASTM E8/E8M-21: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. ASTM International, 2021.

74. Barsom John M., Rolfe Stanley Theodore. Fracture and Fatigue Control in Structures : Applications of Fracture Mechanics. Pearson College Div; Revised, Subsequent edition, 1978. 576 p.

75. Bragg W. The Diffraction of X-rays by Crystals. *Proceedings of he Cambridge Philosophical Society*, 1912. Vol. 17. P. 43–57.

76. Briukhanov A., Gerstein G., Volchok N., Numberger F., Lukashin V. Effect of tension on the formation of local voids and integral damages in DC04 steel sheets. *Functional Materials*, 2022. P. 521–529.

77. Bryukhanov A. A., Gerstein G., Bryukhanova Z. A., Volchok N. Effect of Low-Temperature Annealings on the Change in the Level of Microdamage of Sheets of the Dual DP-600 Steel. *Physics of Metals and Metallography*, 2019. Vol. 120.  $N_{2}$  5. P. 506–512. 78. Bryukhanov A., Gokhman A., Usov V. Orientation distribution-functions for cubic polycrystals and elasticity parameters of monocrystalline electrolytic copper Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. *Fizika*, 1983. V. 26 (7). P. 22–26.

79. Bunge H. Texture Analysis in Materials Science : Mathematical Methods. London : Butterworths, 1982. 832 p.

80. Bunge H.-J. Texture Analysis in Materials Science : Mathematical Methods. London, England : Butterworth, 1982. 614 p.

81. Cottrell A. H. The Mechanical Properties of Matter. Wiley; 1st edition, 1964.430 p.

82. Cullity B., Stock S. Elements of X-ray Diffraction. New York : University Press, 2001. 514 p.

 Cullity B., Stock S. Elements of X-Ray Diffraction. CIIIA : Pearson Educatio, 2001. 654 p.

84. Dyachok D. A., Bryukhanov, A., Ggerstein G. Effect of deformation texture on the anisotropy of elasticity and damage of two-phase steel sheets. *Phys. Metals Metallogr*, 2016. Vol. 117. P. 742–747.

85. Egerton R. Physical Principles of Electron Microscopy : An Introduction to TEM, SEM, and AEM. *USA* : Springer Science & Business Media Springer, 2005. URL :

https://www.academia.edu/70157755/Physical\_principles\_of\_electron\_microscopy\_an\_introduction\_to\_TEM\_SEM\_and\_AEM (дата звернення : 10.10.24).

86. El-Magd E. Mechanical properties at high strain rates. *Journal de Physique IV Proceedings*, 1994, 04 (C8), pp.C8-149-C8-170. 10.1051/jp4:1994823.

87. Higgins J. Theory of Crack Propagation in Solid Materials. *Journal of Mechanics of Materials*, 1986. Vol. 31. № 3. C. 503–512.

88. Humphreys F. J., Hatherly M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Elsevier, 2004. URL: <u>https://doi.org/10.1016/b978-0-08-044164-1.x5000-</u>
<u>2</u> (date of access: 11.10.2024).

89. Hutchinson W., Rybin V. Texture and Anisotropy in Metals. *Metals and Materials International*. 2019. № 25. P. 1161–1169.

 90.
 Introduction
 to
 Dislocations.
 Elsevier,
 2011.

 URL: https://doi.org/10.1016/c2009-0-64358-0 (date of access: 11.10.2024).
 2011.

91. Kachanov L. Rupture Time Under Creep Conditions. *International Journal of Fracture*, 1999. Vol. 97. P. 11–18. URL : https://doi.org/10.1023/A:1018671022008 (дата звернення : 10.10.24).

92. Kiv A., Bruykhanov A., Soloviev V., Kavetskyy T., Donchev I., Diachok D., Irreversible measures of complexity of plastic deformation processes in metals. *ITEST*, 2022. P. 135–137.

93. Klug H., Alexander E. X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials. New York : John Wiley and Sons, 1974. 716 c.

94.Lemaitre J. Course on Damage Mechanics. Berlin and New York : SpringerVerlag,1996.228 p.

URL : <u>http://bok.org/md5/A8250B34EFA794112F33B4D17616C5CA</u> (дата звернення : 11.10.24).

95.MechanicalPropertiesofmatter.SlideShare.URL:<a href="https://www.slideshare.net/slideshow/mechanical-properties-of-">https://www.slideshare.net/slideshow/mechanical-properties-of-</a>

matter/5449420 (date of access: 11.10.2024).

96. Plasticity and Fracture Mechanics. *springerprofessional.de*.
URL: <u>https://www.springerprofessional.de/introduction/14220482</u> (date of access: 11.10.2024).

97. R I. G. Analysis of Stresses and Strains Near the End of a Crack Traversing a Plate. *ASME Digital Collection*. URL: <u>https://doi.org/10.1115/1.4011547</u> (date of access : 11.10.2024).

98. Rabotnov Ju. Creep Problems in Structural Members. North-Holland Publishing Company, Amsterdam and John Wiley & Sons, Inc., New York, 1969. 822 p.

99. Salzgitter Flachstahl GmbH. DC04 Material Data Sheet. Salzgitter AG, Germany, 2015.

100. Volchok N. A., Briukhanova Z. A., Iovchev S. I., Briukhanov A. A., Yefimenko D. O. Recrystallization texture and anisotropy of elastic properties of DC04 steel sheets. The Scientific Technical journal Metal Science and Treatment of Metals Vol. 30 No. 1 (2024). DOI: https://doi.org/10.15407/mom2024.01

101. Wassermann G. Textural Analysis and the Use of Kikuchi Patterns in EBSD for Steel Characterization. *Materials Science Forum*, 2007. Vol. 2. P. 337-342; 558–559.

102. Williams D., Carter C. Transmission Electron Microscopy : A Textbook for Materials. USA : Springer Science & Business Media Springer, 1996. 729 p.