

на правах рукописи

МАКАРОВ Иван Михайлович

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ
КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ И
ТЕРМИЧЕСКОЙ СТАБИЛЬНОСТИ СТРУКТУРЫ МЕДИ
РАЗЛИЧНОЙ СТЕПЕНИ ЧИСТОТЫ, ПОДВЕРГНУТОЙ
РАВНОКАНАЛЬНОМУ УГЛОВОМУ ПРЕССОВАНИЮ**

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Санкт-Петербург

2003

Работа выполнена в Центральном научно-исследовательском институте
конструкционных материалов “Прометей”

Научный руководитель: член-корреспондент РАН, профессор Рыбин В.В.

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
профессор Добаткин С.В.,
кандидат физико-математических наук,
старший научный сотрудник Зисман А.А.

Ведущая организация: Физико-технический институт
им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург

Защита состоится 19 ноября 2003 года в ___ часов ___ минут на заседании
диссертационного совета Д 212.229.05 при Санкт-Петербургском
государственном политехническом университете по адресу:
195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29, корп. 2, аудитория 265.

С диссертацией можно ознакомиться в Фундаментальной библиотеке СПбГПУ

Автореферат разослан « ___ » октября 2003 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
Д 212.229.05

доктор физико-математических наук,
профессор Титовец Ю.Ф.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы. Равноканальное угловое (РКУ) прессование является эффективным методом формирования дисперсных структур в металлических материалах [Л1]. При использовании этого метода металл подвергают большой ($\epsilon > 1$) пластической деформации, практически без формоизменения, что позволяет создавать в его объеме однородную фрагментированную структуру, отличающуюся предельно малыми размерами фрагментов ($0,1 \div 0,2$ мкм) [Л2]. Такую структуру в литературе называют субмикроструктурной (СМК) (далее, для краткости, металлы с СМК структурой будем называть СМК металлами).

Изучение СМК металлов показывает, что РКУ прессование позволяет получать материалы с уникальными физико-механическими свойствами [Л3]. Основной проблемой, стоящей на пути широкого использования этих материалов, является проблема низкой термической стабильности СМК структуры. Как показывают экспериментальные данные, температура рекристаллизации в СМК металлах ниже $0,4T_m$ (T_m – температура плавления), нагрев до небольшой температуры (порядка $0,3T_m$) приводит к возврату их физико-механических свойств.

Несмотря на большое число работ, посвященных изучению проблемы структурной стабильности СМК металлов, в ней остается много неясного. Не до конца определено влияние примесей на стабильность СМК металла, а также на закономерности формирования и эволюции их структуры и текстуры. Результаты структурных исследований недостаточно увязаны с исследованиями структурно-чувствительных свойств (твердость, электросопротивление и т.д.), которые интегрально характеризуют структуру и ее стабильность.

Недостаточное внимание уделено комплексной кристаллографической аттестации границ фрагментов, которые являются определяющими элементами СМК структуры. Число работ, посвященных определению спектра разориентировок границ в СМК структуре, невелико. Наиболее подробная работа, в которой такой спектр был определен, сделана на технически чистой меди [Л4]. Однако информация по влиянию примесей на кристаллографические параметры границ фрагментов, а также какие-либо сведения об особенностях распределения векторов разориентации в осях макродеформации, в литературе отсутствуют.

Решение указанных вопросов позволит достичь более глубокого понимания физической природы процессов формирования СМК структур и особенностей их эволюции в процессе рекристаллизации, а также наметить пути повышения термической стабильности СМК материалов.

Целью работы является исследование структуры и текстуры меди различной степени чистоты, подвергнутой равноканальному угловому прессованию, а также их эволюции в процессе рекристаллизации.

В работе решались следующие задачи:

1. Экспериментальное определение спектра разориентировок границ в высокочистой СМК меди и анализ полученных результатов.
2. Исследование текстуры СМК меди с различным количеством примесей и ее эволюции при рекристаллизации.
3. Исследование рекристаллизации СМК меди с различным содержанием примесей прямыми структурными методами и интегральными структурно-чувствительными методами.

Научная новизна:

- Получены экспериментальные распределения векторов разориентировок на границах фрагментов в СМК структуре высокочистой меди по величине угла разориентировки и по направлениям векторов разориентировок в кристаллографическом базисе и лабораторной системе координат, связанной с осями макродеформации.
- Выявлена зависимость распределения кристаллографических направлений векторов разориентировок СМК фрагментов от величины угла разориентировки. Для анализа этой зависимости проведен расчет соответствующего распределения в модельном хаотически разориентированном ансамбле (ХРА) зерен.
- Проведен совместный анализ макро- и микротекстур. Выявлены текстурные компоненты в текстурах деформации (при РКУ прессовании) и рекристаллизации СМК меди с различным содержанием примесей. Показано, что вид текстур и характер ее эволюции при отжиге не зависят от содержания примесей в исследованных пределах.
- Показано, что изменение степени чистоты меди от 99,997% до 99,98% не влияет на морфологические и кристаллографические параметры СМК структуры после РКУ прессования и характер рекристаллизации в ней, и существенно влияет на термическую стабильность СМК структуры.

Научная и практическая значимость работы.

Установленные закономерности важны для понимания механизмов формирования СМК структур при больших пластических деформациях и могут быть использованы для развития деформационных методов получения металлов с СМК структурой.

Результаты исследований рекристаллизации и факторов на нее влияющих могут быть использованы при решении практически важной проблемы стабилизации структуры СМК металлов.

Результаты расчета распределения разориентировок по зонам стандартного стереографического треугольника в зависимости от угла разориентировки в ХРА позволяют анализировать экспериментально получаемые распределения. На основании этого анализа можно делать выводы об особенностях спектра границ в металлах кубической сингонии.

Продемонстрирована возможность применения метода электросопротивления для изучения кинетики рекристаллизации в однофазных СМК металлах и интегрального описания эволюции их структуры.

На защиту выносятся :

1. Экспериментально полученные распределения векторов разориентировок на границах СМК фрагментов в высокочистой меди (99,997 %) по величине угла разориентировки, по направлениям осей разориентировок в кристаллографическом базисе и лабораторной системе координат, связанной с осями макродеформации.
2. Результаты расчета распределения векторов разориентировок в хаотически разориентированном ансамбле зерен по зонам стандартного стереографического треугольника в зависимости от угла разориентировки.
3. Экспериментально полученные зависимости электросопротивления СМК меди технической чистоты от времени в ходе изотермических отжигов.
4. Представления о характере влияния примесей на морфологические и кристаллографические параметры СМК структуры, сформированной РКУ прессованием, а также на ее устойчивость при термических воздействиях.

Апробация работы. Основные положения диссертационной работы докладывались на конференциях: "Межзеренные и межфазные границы в материалах" ("Intergranular and interphase boundaries in materials", Prague, Czech Republic, 1998); "Структура и свойства твердых тел"(Н. Новгород, 1999), на XIX Научных чтениях им. акад. Н.В. Белова,(Н. Новгород, 2000); на XXXVII международном семинаре "Актуальные проблемы прочности" (Киев, Украина, 2001); на международном семинаре "Мезоструктура" (Санкт-Петербург, 2001); на первом русско-французском симпозиуме "Физика и механика больших пластических деформаций" ("Physics and mechanics of large plastic strains", St. Petersburg, Russia, 2002)

Публикации. По теме диссертации опубликовано 8 работ, список которых приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа изложена на 104 стр. машинописного текста, содержит 8 таблиц и 21 рисунок. Работа состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы из 85 наименований.

Работа выполнена при научной консультации д.ф.-м.н. В.Н. Чувильдеева и к.т.н. Е.В. Нестеровой.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** сделан краткий обзор опубликованных в научной литературе работ, посвященных изучению структуры и свойств СМК металлов, обоснованы актуальность темы и выбор объекта исследования. Сформулированы цель и задачи работы, а также приведены основные положения, выносимые на защиту.

Глава 1 посвящена описанию объекта исследования, методик приготовления образцов и экспериментальных методик, использованных для исследований.

В работе исследовали медь двух химических составов, с различным содержанием примесей: высокочистую бескислородную медь (99,997мас.%) – состав А и медь технической чистоты (99,98мас.%) – состав Б.

СМК структуру получали равноканальным угловым прессованием за 12 проходов при комнатной температуре в заготовке с размерами 14x14x160 мм (прессование провел Копылов В.И.). Между проходами заготовку поворачивали на 90° вокруг оси прессования (режим Д, согласно обозначениям принятым в

работе [Л1]). Структурные и текстурные исследования проводили в сечении перпендикулярном оси прессования.

Структуру СМК меди изучали с помощью оптической микроскопии (Neophot-32) и просвечивающей электронной микроскопии (JEM-200СХ и EM-400Т).

Измерения локальных ориентировок и разориентировок фрагментов и рекристаллизованных зерен проводили на просвечивающем электронном микроскопе методом одиночных рефлексов. Точность определения ориентировок составляла $\sim 0,3^\circ$ при локальности не менее 0,1 мкм.

Макротекстуру исследовали рентгеновским методом. Съемку проводили на отражение (в диапазоне угла: $0 < \omega < 70^\circ$) на дифрактометре ДРОН-2. Для каждого образца получали прямые полюсные фигуры в рефлексах $\{200\}$ и $\{222\}$. Оси ОХ и ОУ прямых полюсных фигур ориентировали вдоль боковых граней прессованной заготовки.

Электросопротивление образцов измеряли четырехзондовым компенсационным методом. Для изучения возврата электросопротивления были использованы две процедуры отжига: 1) Изотермические выдержки, в ходе которых (*in situ*) измеряли электросопротивление; 2) Изохрональные выдержки, при которых электросопротивление измеряли при комнатной температуре, после отжигов в течение 1 часа и быстрого охлаждения.

В **Главе 2** описаны результаты структурных исследований, выполненных методами металлографии и просвечивающей электронной микроскопии.

Структура меди состава А после РКУ прессования состояла, в основном, из фрагментов вытянутой формы (с отношением осей – $a/b \sim 1,5$) и средним размером – 0,18 мкм. На фоне СМК структуры было обнаружено небольшое количество рекристаллизованных зерен. Их доля, определенная металлографически и методом ПЭМ, составила 10%. Рекристаллизованные зерна имели размер 3÷5 мкм. Ниже будет показано (см. главу 5), что температура рекристаллизации меди состава А составляет 120°C , поэтому появление рекристаллизованных зерен связано с нагревом металла в процессе РКУ прессования до этой температуры. В меди состава Б после РКУ прессования рекристаллизованные зерна отсутствовали. Средний размер фрагментов, как и в меди состава А, составил 0,18 мкм при такой же степени вытянутости.

Исследования микроструктуры после отжигов показали, что в СМК меди наблюдается существенная неравномерность роста зерен в отличие от обычной собирательной рекристаллизации (при которой все зерна растут равномерно). Рекристаллизованные зерна растут на фоне практически неизменной СМК

структуры и, достигнув размера D , примерно на порядок превышающего исходный размер фрагментов, прекращают свой рост (рис.1). Размеры anomalously крупных зерен D , наблюдавшихся в меди составов А и Б отличаются : $D \sim 4$ мкм в меди состава А; $D \sim 1$ мкм в меди состава Б.

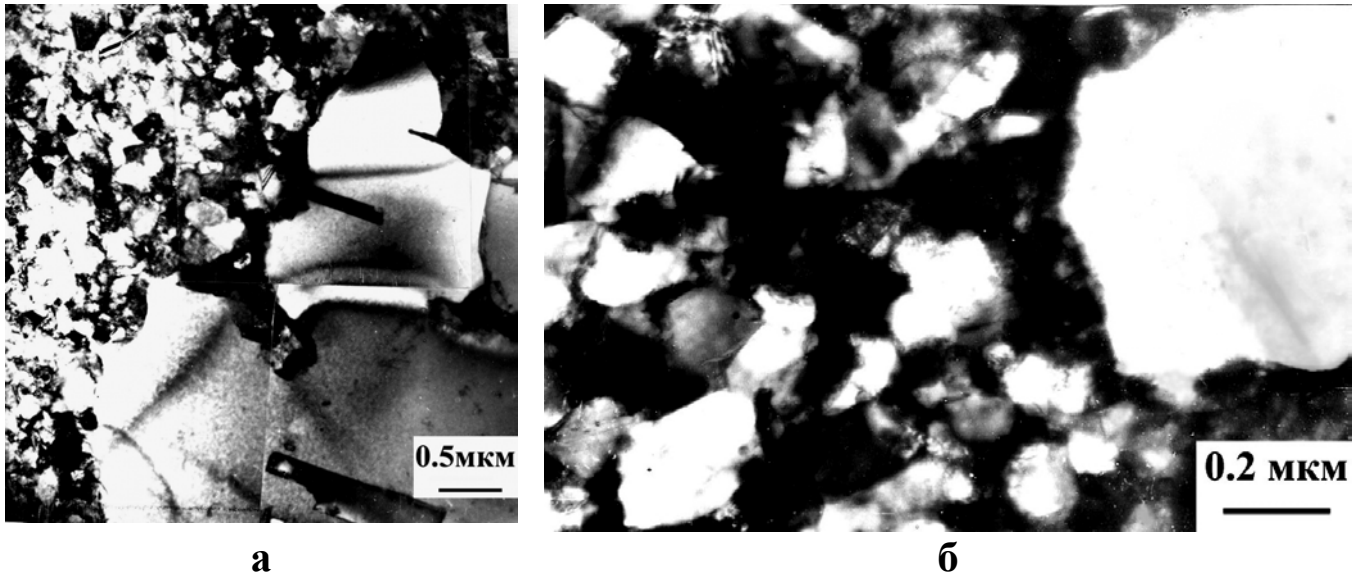


Рис.1. Структура меди в различных состояниях (а – медь состава А после РКУ прессования; б – медь состава Б после РКУ прессования и отжига 200°C, 1 час). Просвечивающая электронная микроскопия.

Объемная доля рекристаллизованных зерен зависит от температуры и времени отжига, а также от содержания примесей. С течением времени весь объем заполняется рекристаллизованными зернами, после чего рост зерен продолжается в режиме обычной собирательной рекристаллизации.

Таким образом, изменение чистоты меди от 99,997% до 99,98% не влияет ни на морфологические параметры фрагментированной структуры, сформированной РКУ прессованием, ни на характер роста зерен при рекристаллизации. Кинетика же рекристаллизации СМК меди в существенной мере определяется содержанием примесей.

В **Главе 3** приведены результаты исследований макро- и микротекстуры в СМК меди с различным содержанием примесей.

Текстурные компоненты характеризовали низкоиндексным кристаллографическим направлением наиболее близким к оси прессования. В рамках такого описания макротекстура в состоянии после РКУ деформации была интерпретирована нами как содержащая три компоненты. Первая из них близка к $\langle 111 \rangle$, вторая близка к $\langle 110 \rangle$ (с отклонением на угол 15°), а третья близка к $\langle 100 \rangle$, отклоняясь на угол $15-20^\circ$ (рис.2а).

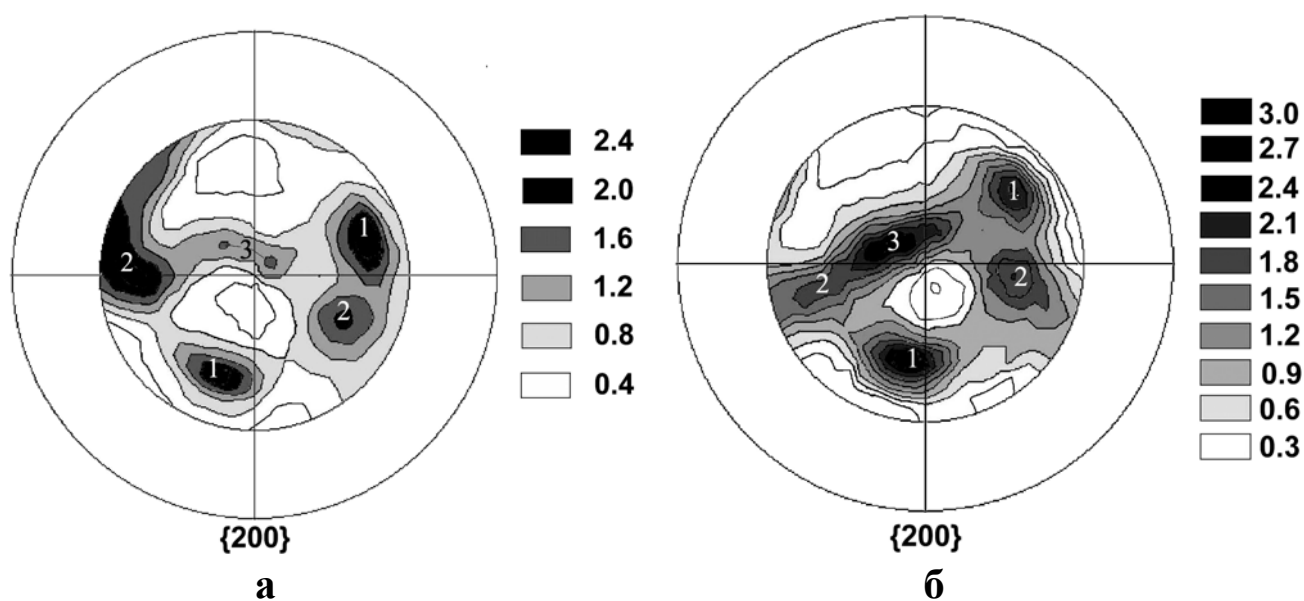


Рис. 2. Текстура меди состава Б в состоянии после РКУ прессования (а) и отжига 200°С, 1 час (б). На полюсных фигурах цифрами (1, 2, 3) обозначены положения текстурных максимумов, соответствующих текстурным компонентам.

Анализ идеальных ориентировок, соответствующих этим текстурным компонентам, проведенный по полюсным фигурам $\{200\}$ и $\{222\}$ показал, что в первой и второй компонентах направления $[111]$ совпадают (в пределах телесного угла 7°). Направление $[100]$ третьей компоненты ориентировано примерно вдоль этого, общего для них, направления $[111]$, в пределах телесного угла 10° . Важно подчеркнуть, что макротекстуры меди составов А и Б, непосредственно после РКУ прессования, качественно подобны, т.е. для них в равной мере характерно наличие трех упомянутых текстурных компонент и ориентационных соотношений между ними. Изменение степени чистоты сказывается только на интенсивности третьей компоненты: в меди состава А ее интенсивность заметно выше, чем в меди состава Б.

В работе были определены также макротекстуры меди состава А после отжига (230°С, 1 час), приводящего к полной рекристаллизации, и меди состава Б после отжига (200°С, 1 час), приводящего к частичной (около 20 %) рекристаллизации (рис. 2б). Оказалось, что при рекристаллизации происходит усиление третьей текстурной компоненты. Интенсивность первой и второй компонент при рекристаллизации меняется не столь существенно, и в процессе рекристаллизации наблюдается их аксиальное размытие (вокруг общей оси $[111]$).

Как следует из исследований структур меди состава А и Б после упомянутых рекристаллизационных отжигов, изменение текстур коррелирует с повышением объемной доли крупных рекристаллизованных зерен.

С помощью метода одиночных рефлексов на просвечивающем электронном микроскопе были определены ориентировки 50-ти СМК фрагментов в меди состава А (один из участков, исследованной СМК структуры, показан на рис.3а) и 15-ти рекристаллизованных зерен, которые присутствуют в меди состава А после РКУ прессования. Размер этих зерен составлял около 3 мкм. Они были практически бездефектными, некоторые содержали двойники.

На базе этих измерений были построены точечные прямая и обратная полюсные фигуры (ППФ и ОПФ), по которым можно было судить о микротекстуре изученных участков образца. Сопоставление микротекстуры с макротекстурой показало, что во фрагментированной структуре присутствуют ориентировки, соответствующие всем трем макротекстурным компонентам. Среди фрагментов доля ориентировок, соответствующих третьей компоненте, невелика (менее 10%). Среди рекристаллизованных зерен доля таких ориентировок существенно выше (около 50%).

На ОПФ, полученной на фрагментированной структуре, видно сгущение выходов осей прессования вблизи полюса [110]. Это наблюдение не противоречит выводам, сделанным при анализе макротекстур, где наряду с компонентой [110] четко выявляется компонента [111]. Действительно ППФ макротекстуры дает значения интенсивностей, усредненных по значительной площади поверхности образца порядка 1см^2 , тогда как микротекстура дает информацию о распределении ориентировок всего лишь 50-ти фрагментов, расположенных на площади в 10^8 раз меньше – около 1мкм^2 . Удивление вызывает то обстоятельство, что на столь малой площади уже выявляется по крайней мере одна из сильных текстурных компонент, а именно близкая к [110].

В **Главе 4** приведено описание экспериментального спектра векторов разориентировок во фрагментированной структуре меди состава А, а также расчет распределения разориентировок по зонам стандартного стереографического треугольника в зависимости от угла разориентировки для хаотически разориентированного ансамбля (ХРА). Проведено сравнение этих спектров.

Экспериментально получен спектр векторов разориентировок (на массиве из 95 векторов) границ фрагментов в СМК меди состава А. Один из изученных участков СМК структуры и его схема показаны на рис.3.

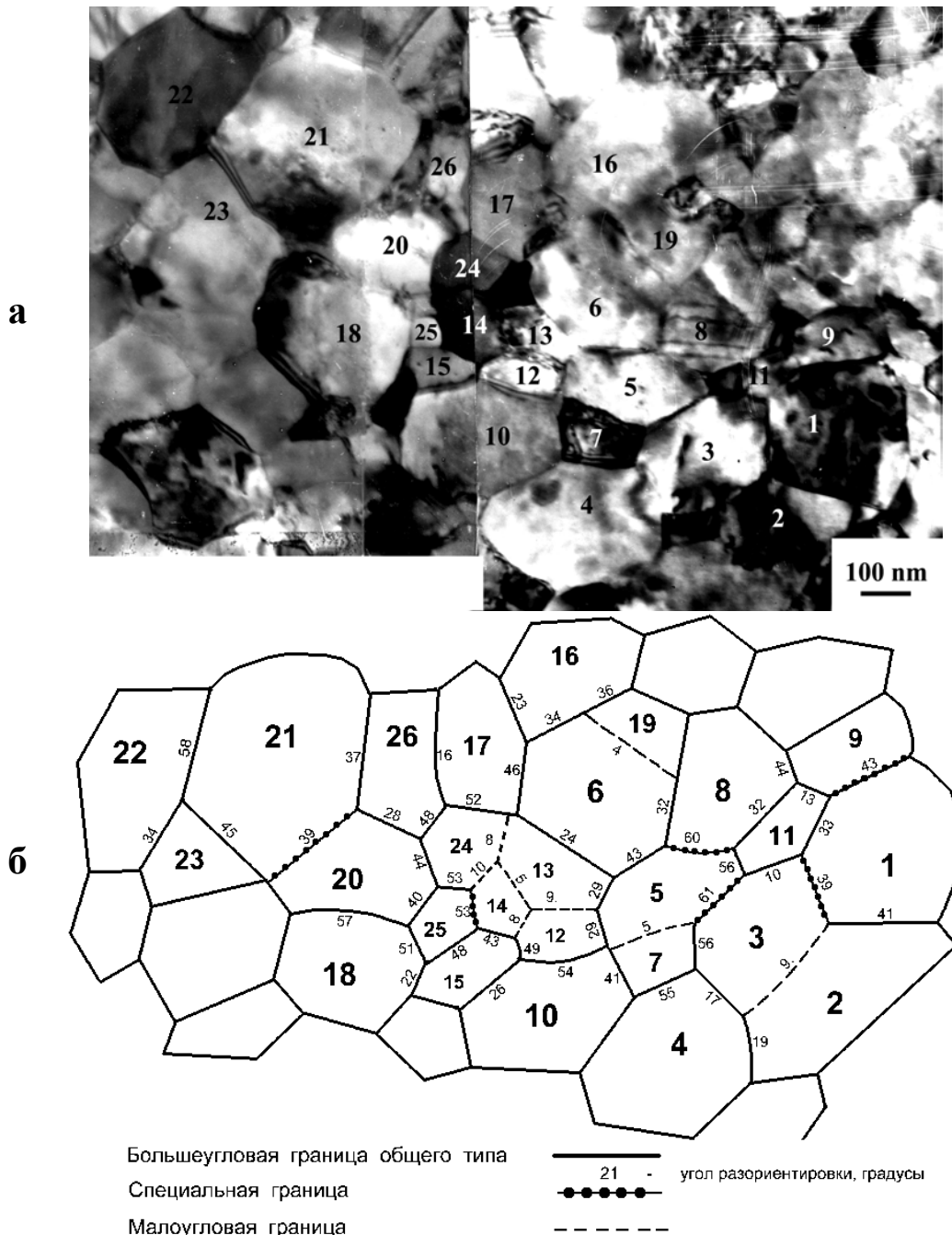


Рис. 3. Участок микроструктуры (а) и его схема (б), на котором определялись ориентировки фрагментов. Медь А после РКУ прессования.

Распределение границ по углу разориентировки представлено на рис.4а. Значительную долю границ (около 90%) составляют большеугловые границы. Проведено сопоставление этого распределения со спектром ХРА. Экспериментальное распределение отличается от спектра ХРА : 1) повышенной долей (в 5 раз) малоугловых границ ; 2) повышенной долей (в 1,5 раза) границ близких к специальным. Такая же закономерность была зафиксирована и на меди технической чистоты [Л4].

При анализе распределения осей разориентировок в стандартном стереографическом треугольнике (ССТ) с дифференциацией по углу было обнаружено, что оси разориентировок с углами $\theta > 40^\circ$ неравномерно распределены в ССТ (Рис.4б). Эти оси располагаются преимущественно в третьей и четвертой зонах ССТ.

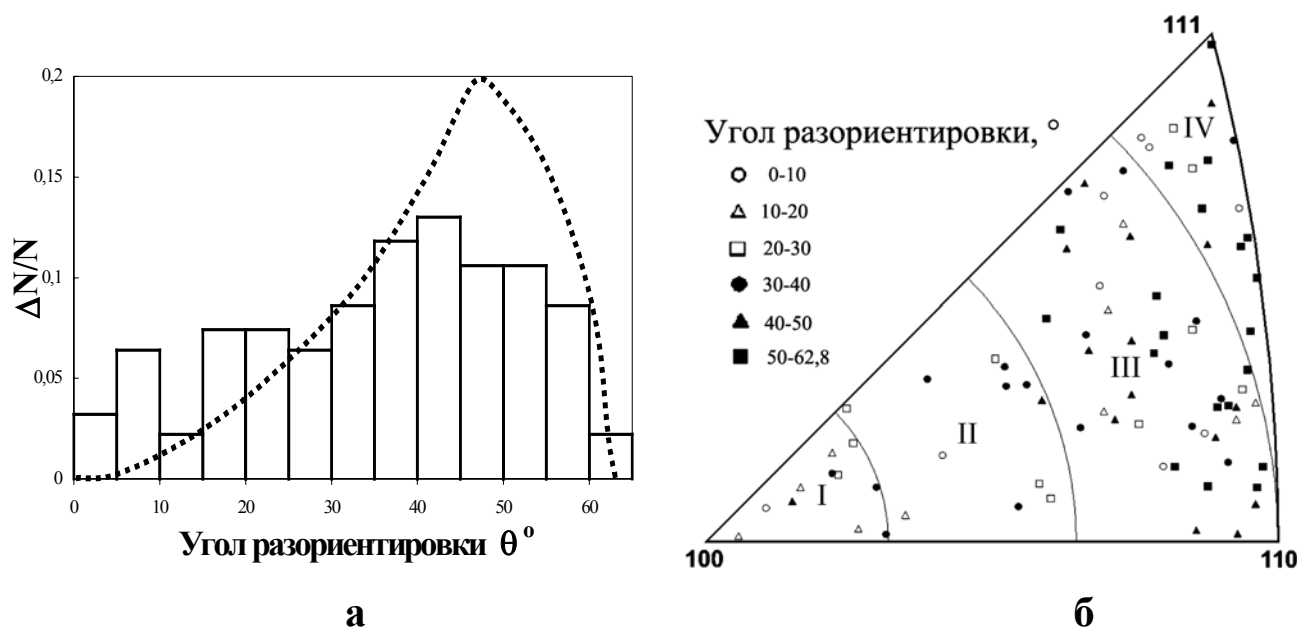


Рис.4. Распределения векторов разориентировок на границах фрагментов СМК структуры по углу разориентировки (а) и по направлению в стандартном стереографическом треугольнике (б).

В литературе отсутствуют сведения о таком распределении для ХРА. В работе проведен аналитический расчет распределения векторов разориентировок по зонам в ССТ в зависимости от угла разориентировки для ХРА.

При описании разориентировки вектором с минимальным значением угла θ для каждого кристаллографического направления в ССТ существует величина предельного угла θ^* , при превышении которого вектор разориентировки становится не минимальным (разориентировка при этом может быть описана другим вектором, у которого значение угла θ меньше). По данным работы [Л5] были построены изолинии с одинаковым значением θ^* в ССТ. Изолинии представляют собой дуги окружностей с центрами: в направлении [100] для первой, второй и третьей зонах и в направлении [111] для четвертой зоны. Показано, что разориентировки с углами $\theta < 45^\circ$ возможны для всех направлений ССТ. В первой зоне ССТ не может быть осей разориентировок с углом большим $46,5^\circ$; во второй - 51° , в третьей - $60,7^\circ$; в четвертой - $62,8^\circ$.

Весь диапазон изменений угла θ (от 0 до 62.8°) был разбит на интервалы по 5° (последний интервал: от 55° до 62.8° составил: 7.8°), затем были вычислены вероятности попадания угла разориентировки в угловой интервал $\theta_1 < \theta < \theta_2$, а ее оси в одну из зон ССТ.

Во фрагментированной структуре доля малоугловых границ выше, чем в ХРА, это обстоятельство необходимо учитывать при сравнении экспериментального распределения разориентировок с распределением в ХРА. Для адекватного сопоставления распределений данные были перенормированы так, чтобы сумма по зоне ССТ была равна 100% для каждого углового интервала (Таблица 1).

Таблица 1. Распределение векторов разориентировок ($\Delta n/n$, %) по зонам стандартного стереографического треугольника и углу θ в меди А после РКУ прессования. Для сравнения приведено распределение, вычисленное в ХРА (выделенные числа).

Номер зоны	Угол разориентировки θ°					
	0-15	15-20	20-30	30-40	40-50	50-62.8
I	16,7	37,5	25,0	15,8	4,5	0,0
	<u>10,2</u>	<u>10,2</u>	<u>10,2</u>	<u>10,2</u>	<u>5,9</u>	<u>0</u>
II	16,7	12,5	33,3	26,3	4,5	0,0
	<u>30</u>	<u>30</u>	<u>30</u>	<u>30</u>	<u>27,7</u>	<u>0,9</u>
III	41,7	50,0	25,0	47,4	77,3	57,1
	<u>47,7</u>	<u>47,7</u>	<u>47,7</u>	<u>47,7</u>	<u>52,8</u>	<u>64,7</u>
IV	25,0	0,0	16,7	10,6	13,7	42,9
	<u>12,1</u>	<u>12,1</u>	<u>12,1</u>	<u>12,1</u>	<u>13,6</u>	<u>34,4</u>

Доля разориентировок с углами 0-40° повышена в I, понижена во II и IV зонах ССТ по сравнению с ХРА. Особенно это существенно для разориентировок с углами 15-20°. Разориентировки с углами 50-62,8° сосредоточены в III и IV зонах, что объясняется отсутствием таких разориентировок в I и очень малой долей их во II зоне.

Распределение осей разориентировок в лабораторной системе координат, связанной с осями макродеформации отличается от хаотического. Выходы осей группируются вблизи плоскости, направленной вдоль боковой грани образца.

В **Главе 5** описаны результаты экспериментального исследования процесса возврата электросопротивления в СМК меди. Проведен анализ, показывающий, что кинетика возврата электросопротивления отражает кинетику роста зерен.

Измерения электросопротивления (Рис.5) и микротвердости после часовых отжигов показали, что температура рекристаллизации меди состава А и состава Б составляют 120°C и 200°C, соответственно. Полное изменение удельного электросопротивления в меди состава А и в меди состава Б совпало в пределах погрешности и составило 0,12 мкОм·см. Для меди состава Б были получены кинетические кривые возврата электросопротивления, измерявшегося при отжиге (*in situ*), при 4-х температурах (Рис.6а).

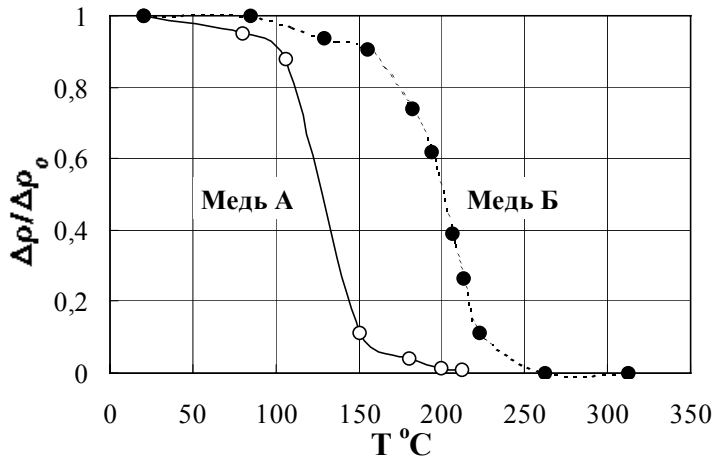


Рис. 5. Изменение величины относительного электросопротивления в зависимости от температуры отжига (время отжига 1 час). Медь составов А и Б.

видны два участка. При других температурах первая (более быстрая) стадия возврата успела завершиться при нагреве образца до температуры изотермической выдержки. В ходе первой стадии относительное электросопротивление уменьшается на 20%, на второй стадии его уменьшение составляет 80%.

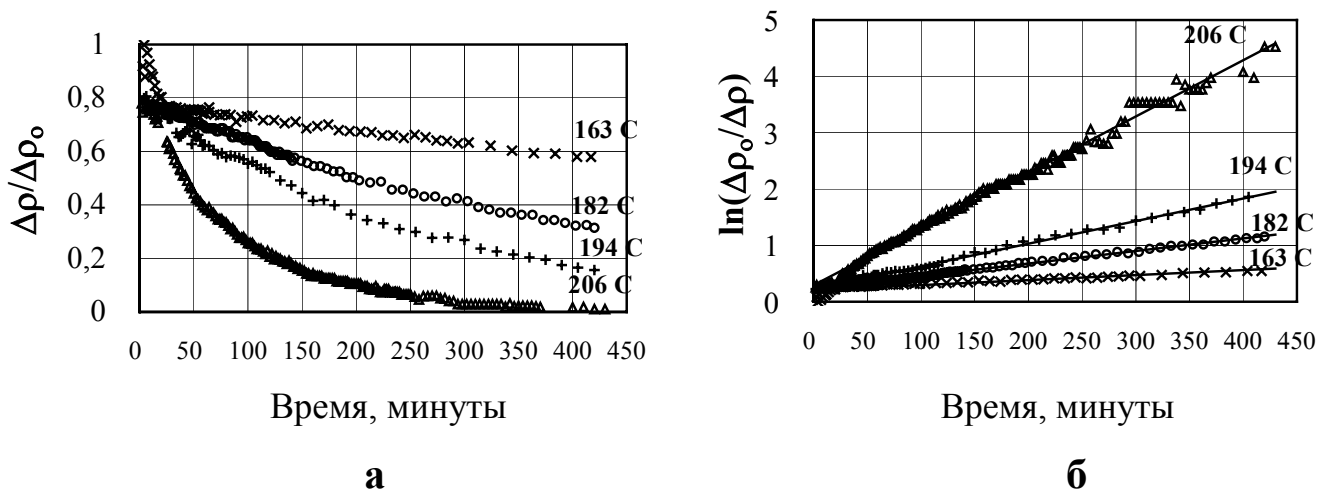


Рис. 6. Изменение величины относительного электросопротивления в зависимости от времени при разных температурах отжига (а) и представление этих данных в полулогарифмических координатах (б). Медь состава Б.

Анализ вкладов, вносимых в электросопротивление меди примесями, дислокациями и границами зерен, показал, что изменение электросопротивления

на второй стадии возврата связано с уменьшением доли границ в структуре.

Экспериментальные данные, построенные в полулогарифмических координатах (рис.6б) в зависимости от времени с хорошей точностью интерполируются прямой. Таким образом, в пределах точности эксперимента кинетика процесса возврата электросопротивления на второй стадии описывается выражением :

$$\Delta\rho = \Delta\rho_0 \exp(-t/\tau) \quad (1)$$

где $\Delta\rho_0$ – полное изменение электросопротивления на второй стадии возврата; τ – характерное время процесса, контролирующего скорость возврата.

Энергия активации процесса возврата определена из выражения:

$$\tau = \tau_0 \exp(Q/kT) \quad (2)$$

где Q - энергия активации процесса возврата, k - постоянная Больцмана, τ_0 - предэкспоненциальный множитель.

Расчет показал, что $Q=107$ кДж/моль. Эта величина соответствует энергии активации зернограницной самодиффузии в меди.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Проведены исследования микроструктуры СМК меди и ее эволюции при рекристаллизации. В процессе РКУ прессования в высокочистой меди (99,997%) – состава А, и меди технической чистоты (99,98%) – состава Б формируется СМК структура со средним размером фрагментов $d=0,18$ мкм. Рекристаллизационный отжиг приводит к появлению и постепенному увеличению относительной доли крупных рекристаллизованных зерен размером $1\div 4$ мкм на фоне практически неизменной СМК структуры.

2. Получены распределения векторов разориентировок на границах фрагментов в СМК структуре меди состава А по величине угла разориентировки, по направлениям осей разворота в кристаллографическом базисе и в лабораторной системе координат (связанной с осями макродеформации). Установлено, что большая часть границ (89%) являются большеугловыми, распределенными во всем интервале углов разориентировок. Доля малоугловых границ ($\theta < 15^\circ$) составляет 11%.

Распределения границ по углу разориентировки в исследованной высокочистой меди и в меди состава Б, изученной в работе [Л4], совпали в пределах статистического разброса.

Экспериментальный спектр разориентировок отличается от спектра хаотически разориентированного ансамбля (ХРА) : повышенной (в 5 раз) долей малоугловых разориентировок; повышенной (в 1,5 раза) долей разориентировок близких к специальным; неоднородностью распределения осей разориентировок в лабораторной системе координат, связанной с осями макродеформации.

3. При анализе распределения осей разориентировок в кристаллографическом базисе – стандартном стереографическом треугольнике (ССТ) с дифференциацией по углу было обнаружено, что оси разориентировок с углами $\theta > 40^\circ$ неравномерно распределены в ССТ. Эти оси располагаются преимущественно в третьей и четвертой зонах ССТ. Проведен аналитический расчет распределения векторов разориентировок по зонам ССТ в зависимости от угла разориентировки θ для ХРА. Показано, что в ХРА оси разориентировок с углами $\theta > 45^\circ$ распределены по площади ССТ неравномерно и преимущественно сосредоточены в третьей и четвертой зонах ССТ. Эта особенность распределений является следствием описания разориентировок вектором с минимальным углом θ .

4. Исследованы макро- и микротекстуры, сформированные при РКУ прессовании и их эволюция при рекристаллизации.

Макротекстура СМК меди состава А и состава Б в состоянии после РКУ прессования содержит три компоненты (первая из них близка к $\langle 111 \rangle$, а вторая и третья близки к $\langle 110 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$, соответственно). При рекристаллизации повышается интенсивность третьей компоненты, а также происходит аксиальное размытие первой и второй компонент (вокруг их общей оси $[111]$).

Были определены ориентировки фрагментов и рекристаллизованных зерен в структуре меди состава А (микротекстура). Показано, что во фрагментированной структуре присутствуют ориентировки, соответствующие всем трем текстурным компонентам. Среди фрагментов доля ориентировок, соответствующих третьей компоненте, невелика (менее 10%). Среди рекристаллизованных зерен доля таких ориентировок существенно выше (около 50%).

5. Проведены исследования возврата электросопротивления СМК меди. Установлено, что основной вклад в кинетику возврата электросопротивления вносит процесс роста зерен. Зависимость возврата электросопротивления при изотермических отжигах (проведенных *in situ*) от времени имеет двухстадийный характер и на второй стадии описывается экспоненциальной зависимостью. Энергия активации процесса возврата электросопротивления составила $Q=107$ кДж/моль. Эта величина соответствует энергии активации зернограницной самодиффузии в меди.

6. Установлен характер влияния примесей на формирование СМК структуры в меди при РКУ прессовании и на процесс рекристаллизации в ней. Изменение степени чистоты меди от 99,997% до 99,98% не влияет на морфологические и кристаллографические параметры СМК структуры после РКУ прессования и характер роста зерен при рекристаллизации. Температура рекристаллизации зависит от содержания примесей и составляет 120°C и 200°C для меди чистоты 99,997% и 99,98% , соответственно.

Список цитируемой литературы :

- Л1. Процессы пластического структурообразования металлов/ В.М Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов и др. Минск: Наука и техника, 1994. 232 с.
- Л2. *Рыбин В.В.* Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.:Металлургия, 1986. 224 с.
- Л3. *Валиев Р.З., Александров И.В.* Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
- Л4. Grain boundary distribution and texture in ultrafine grained copper produced by severe plastic deformation/ Mishin O.V., Gertsman V.Y., Valiev R.Z., Gottstein G.// Scripta Mater. 1996. Vol. 35, № 7. P. 873-878.
- Л5. *Mackenzie J.K.* The distribution of rotation axes in a random aggregate of cubic crystals// Acta metall. 1964. Vol. 12, № 2. P. 223-225.

Основные результаты диссертации отражены в работах :

1. *Makarov I. M.* Effect of grain boundaries recovery on microcrystalline copper electrical resistance// Proc. Int. Conf. "Intergranular and interphase boundaries in materials", Prague, Czech Republic, 1998. P. P428.
2. *Makarov I. M., Chuvil'deev V. N.* Changing of resistance and hardness of submicrometer grained Cu during annealing// Proc. Int. Workshop "Nondestructive testing and computer simulation in science and engineering", St.Petersburg, Russia, 1998. P. F14.
3. *Makarov I.M., Nesterova E.V.* TEM examination and simulation of recrystallization in submicrometer grained Cu// Proc. Int. Workshop "Nondestructive testing and computer simulation in science and engineering", St.Petersburg, Russia, 1998. P. F15.
4. *Макаров И. М., Нестерова Е. В., Рыбин В. В.* Кристаллографические особенности структурного состояния бескислородной меди после РКУ прессования // Материалы XXXV семинара "Актуальные проблемы прочности", Псков, 1999. Ч.2, С. 577-581.
5. *Макаров И.М.* Возврат электросопротивления в микрокристаллической меди после РКУ прессования// Материаловедение. 1999. № 9. С. 47-53.
6. *Чувильдеев В.Н., Макаров И.М., Копылов В.И.* Модель рекристаллизации чистых металлов// Материаловедение. 1999. № 10. С. 52-56.
7. *Копылов В.И., Макаров И.М., Нестерова Е.В., Рыбин В.В.* Кристаллографический анализ субмикрокристаллической структуры, полученной РКУ прессованием высокочистой меди// Вопросы материаловедения. 2002. № 1. Т. 29. С. 273-278
8. *Kopylov V.I., Makarov I.M., Nesterova E.V., Rybin V.V.* Boundary misorientations in submicrocrystalline structure formed in copper by equal-channel angular pressing// Problems of material science. 2003. № 1. Vol. 33. P.164-168 (proc. The 1-st Russian-French Symposium "Physics and mechanics of large plastic strains")