

Исследование структуры и свойств Structure and properties research

**Физические методы
исследования и контроля**

**Physical methods
of research and monitoring**

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2020-86-5-22-30>

ИССЛЕДОВАНИЕ СУБСТРУКТУРНОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ ТЕКСТУРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ РЕНТГЕНОВСКИМ МЕТОДОМ ОБОБЩЕННЫХ ПРЯМЫХ ПОЛЮСНЫХ ФИГУР

© **Юрий Анатольевич Перлович, Маргарита Геннадьевна Исаенкова*,
Ольга Александровна Крымская, Ян Александрович Бабич,
Владимир Александрович Фесенко**

Национальный исследовательский ядерный университет (МИФИ), Россия, 115409, Москва, Каширское ш. 31;
*e-mail: isamarg@mail.ru

*Статья поступила 23 октября 2019 г. Поступила после доработки 23 марта 2020 г.
Принята к публикации 25 марта 2020 г.*

Любой материал можно рассматривать как композит, состоящий из зерен разных ориентаций, характеризующихся различными свойствами в зависимости от предыстории их переориентации в процессе термомеханической обработки. Как известно, рентгеновские методы исследования избирательны, поскольку в формировании отраженного излучения участвуют только зерна определенных ориентаций. В то же время для описания материала необходимы данные о субструктуре зерен всех ориентаций. Для этого можно использовать метод описания субструктурного состояния зерен в исследуемом объеме изделия по анализу профиля рентгеновских линий. Предлагаемый рентгеновский дифрактометрический метод обобщенных прямых полюсных фигур (ОППФ) показал свою эффективность при систематическом рентгеновском исследовании субструктурной неоднородности текстурованных металлических материалов. Метод включает совмещение текстурной съемки с регистрацией профиля рентгеновских линий. Измеряемые параметры профиля рентгеновской линии — ее истинная угловая полуширина β и угловое положение пика 2θ — определяются искаженностью (фрагментацией) отражающих зерен и межплоскостными расстояниями в их кристаллической решетке. ОППФ-метод позволяет сопоставить субструктурные особенности зерен образца с различными кристаллографическими ориентациями. Приведен алгоритм расчета истинной физической полуширины рентгеновской линии с использованием необходимых компьютерных программ. Для металлических материалов с кристаллическими ГПУ-, ГЦК- и ОЦК-решетками представлены ОППФ β и ОППФ 2θ , а также характерные диаграммы их взаимной корреляции с текстурными прямыми полюсными фигурами. Использование метода ОППФ дает возможность выявить закономерности формирования субструктурной неоднородности при пластической деформации металлов.

Ключевые слова: кристаллографическая текстура; ориентация зерен; обобщенная полюсная фигура; полуширина рентгеновской линии; угловое положение линии.

STUDY OF SUBSTRUCTURAL HETEROGENEITY OF TEXTURED MATERIALS BY THE X-RAY METHOD OF GENERALIZED DIRECT POLE FIGURES

© **Yuriy A. Perlovich, Margarita G. Isaenkova*, Olga A. Krymskaya,
Yan A. Babich, Vladimir A. Fesenko**

National Research Nuclear University (MEPhI), 31, Kashirskoe shosse, Moscow, 115409, Russia; *e-mail: isamarg@mail.ru

Received October 23, 2019. Revised March 23, 2020. Accepted March 25, 2020.

Any material can be considered a composite consisting of grains of different orientations which possess different properties depending on the history of their reorientation upon thermomechanical processing. A well-known selective character of X-ray methods is attributed to the fact that only grains of certain orientations participate in the formation of reflected radiation. A comprehensive description of the material including information about the substructure of grains of all orientations necessitates developing of the method providing description of the substructural state of grains located in the volume under study by analyzing the profile of x-ray lines. The proposed x-ray diffractometric method of Generalized Direct Pole Figures (GPF) which suggests combination of texture imaging and recording the profile of x-ray lines appeared to be rather efficient in a systematic x-ray study of the substructural heterogeneity of textured metallic materials. The measured parameters of the X-ray line profile — the true angular half-width β and angular peak position 2θ — are determined by the distortion (fragmentation) of the reflecting grains and interplanar spacings in their crystal lattice, respectively. The method provides a possibility to compare the substructure features of grains with different crystallographic orientations. An algorithm for calculation of the true physical half-width of the x-ray line using the necessary computer programs is presented. GPF β and GPF 2θ are presented for metal materials with hcp, fcc, and bcc crystalline lattices, as well as characteristic diagrams of their mutual correlation with texture PF. The use of the developed GPF method makes it possible to identify patterns of the formation of substructural heterogeneity during plastic deformation of metals.

Keywords: crystallographic texture; grain orientation; generalized pole figure; half-width of X-ray line; angular position of line.

Введение

Металлические поликристаллы, претерпевшие значительную пластическую деформацию, приобретают кристаллографическую текстуру и характеризуются субструктурной неоднородностью, состоящей в том, что в зернах с разными кристаллографическими ориентациями развиваются различные субструктуры (разные внутренние системы дефектов). Такие неоднородности оказываются естественным следствием действия механизмов пластической деформации, при которой сдвиговое напряжение в плоскостях скольжения зависит от угла между нормальными к этим плоскостям и направлением приложенной нагрузки. Различие сдвиговых напряжений в разных зернах обуславливает варьирование в них взаимосвязанных процессов перемещения дислокаций, поворота кристаллической решетки и образования конечных комплексов дефектов [1 – 3].

Эксперименты по прокатке монокристаллов в разных исходных ориентациях свидетельствуют о различии формирующихся в них субструктур [4]. Наконец, существование текстур рекристаллизации, отличающихся от текстуры прокатки того же материала, говорит о том, что зерна прокатанного листа в результате деформации приобретают разные энергии остаточных искажений кристаллической решетки. Поэтому вероятности зарождения и роста новых рекристаллизованных зерен в областях локализации остаточных искажений решетки также различны [5, 6].

Построенные полюсные фигуры (ПФ) деформации решетки наглядно характеризуют неоднородность поля упругих микронапряжений в исследуемом образце, но почти ничего не говорят о его субструктурной неоднородности и о распре-

делении микронапряжений в зернах с разными ориентациями [7 – 10]. Поэтому не случайно, что до недавнего времени какой-либо определенной систематической корреляции между обычными текстурными ПФ и ПФ деформации решетки не отмечали [11].

С развитием дифрактометрической техники благодаря применению позиционно-чувствительных детекторов стало возможным непосредственное измерение профиля рентгеновской линии в процессе съемки прямой текстурной ППФ [12, 13]. Однако гарантировать успешность построения обобщенной прямой полюсной фигуры (ОППФ) было невозможно, поскольку не учитывалось искажение профиля рентгеновской линии вследствие дефокусировки при текстурной съемке [14 – 19].

Цель работы — разработка метода построения ОППФ для исследования субструктурной неоднородности текстурированных металлических материалов.

Метод ОППФ

Стандартная рентгеновская дифрактометрическая методика, повсеместно используемая для оценки структурного состояния деформированных и/или отожженных металлических поликристаллов по профилю рентгеновской линии [23], не учитывает существования в них текстуры и связанной с ней субструктурной неоднородности. Вместе с тем регистрируемый профиль рентгеновской линии характеризует состояние кристаллической решетки только в тех зернах исследуемого образца, в которых нормали к отражающим кристаллографическим плоскостям совпадают с биссектрисой угла между падающим и регистри-

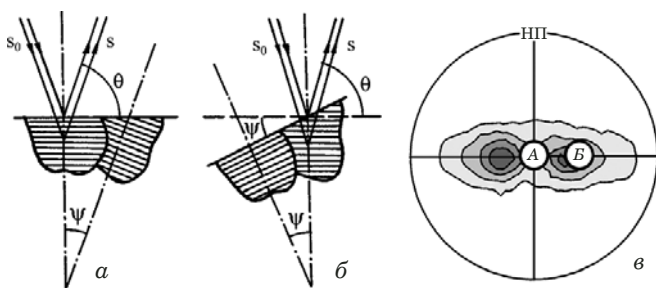


Рис. 1. Геометрия дифрактометрической записи профиля рентгеновской линии при стандартном (*a*) и модифицированном (дефокусированное положение образца) (*b*) вариантах съемки; ППФ(0001), α -Zr (*c*)

Fig. 1. Geometry of diffractometric registration of X-ray line profile: *a* — standard; *b* — modified mode (defocused sample position); *c* — PF(0001), α -Zr

руемым лучами [24, 25]. Методика записи профиля рентгеновской линии [26] предусматривает такую геометрию съемки, при которой с биссектрисой указанного угла совпадает нормаль к поверхности образца. Но тогда в случае съемки прокатанного листа регистрируемый профиль рентгеновской линии (hkl) характеризует состояние решетки вдоль нормалей $\langle hkl \rangle$ в тех зернах, у которых плоскости $\{hkl\}$ параллельны поверхности образца. Таким образом, получаемые в результате данные относятся только к зернам с определенной кристаллографической ориентацией. Поэтому субструктура металлических материалов с развитой текстурой деформации не может быть адекватно описана на основе стандартной рентгеновской методики, которая требует модификации, учитывающей субструктурную неоднородность материала.

В частности, если в листе Zr, имеющем ГПУ-решетку (рис. 1), зерна одной из текстурных компонент имеют плоскость прокатки (0001), то профиль рентгеновской линии (0004) характеризует состояние решетки в зернах этой текстурной компоненты вдоль нормали к поверхности листа, с которой в данном случае совпадают оси $\langle 0001 \rangle$. Но если исследуют состояние кристаллической решетки вдоль оси $\langle 0001 \rangle$ в зернах, у которых плоскость (0001) отклонена на угол ψ от той же плоскости в зернах первой текстурной компоненты, то следует так повернуть (или наклонить) образец, чтобы ось $\langle 0001 \rangle$ совместилась с биссектрисой угла между падающим S_0 и регистрируемым S лучами.

Модификация стандартной методики рентгеновской съемки сопряжена с нарушением условия фокусировки и требует введения поправки на дефокусировку, если угол наклона образца ψ достаточно велик. Профили рентгеновских линий (0004), записанные при стандартном и модифицированном вариантах съемки, характеризуют

субструктурное состояние зерен, отмеченных буквами *A* и *B* на ПФ (0001) (см. рис. 1). Угловое расстояние между точками *A* и *B* равно ψ — углу отклонения образца от фокусирующего положения при переходе от стандартной к модифицированной геометрии записи рентгеновской линии.

Цель метода ОППФ — построение распределения характеристик субструктуры (называемых в зависимости от контекста остаточными деформационными эффектами, деформационным упрочнением, наклепом и др.) в зернах металлических материалов с развитой кристаллографической текстурой в зависимости от ориентации этих зерен. При этом под субструктурой зерна понимают его внутреннюю структуру, определяющую особенности рентгеновской дифракции.

Метод текстурных полюсных фигур (ППФ) включает регистрацию рентгеновских дифракционных отражений от зерен исследуемого образца со всеми кристаллографическими ориентациями, входящими в его текстуру. Однако при съемке и построении ППФ используют только интенсивности I_{hkl} регистрируемого рентгеновского отражения, пропорциональные (при учете эффекта дефокусировки) доле зерен с соответствующей ориентацией в текстуре образца. Поэтому оценить субструктурное состояние этих зерен на основе ППФ невозможно. Исследовать субструктуру зерен с той или иной ориентацией можно, если при рентгеновской съемке текстуры при каждом положении образца на гониометре дифрактометра (ψ , ϕ) регистрировать профиль рентгеновской линии и определять его угловую полуширину β_{hkl} и угловое положение $2\theta_{hkl}$.

Принцип предлагаемого метода изучения распределения деформационных эффектов в текстурованных металлических поликристаллах состоит в построении ПФ, на которой (в отличие от обычной ППФ) каждой паре угловых координат (ψ , ϕ) соответствует не регистрируемая интенсивность I рентгеновской линии (hkl), а величина истинной полуширины β этой рентгеновской линии и ее угловое положение 2θ . Полученные таким образом обобщенные полюсные фигуры обозначим ОППФ β_{hkl} и ОППФ $2\theta_{hkl}$. По сути, обычную ППФ можно рассматривать как ОППФ I_{hkl} , когда в результате нормировки интенсивности рентгеновского рассеяния заменяют величинами полюсной плотности P . (На представленных далее диаграммах взаимной корреляции ОППФ β_{hkl} и ОППФ $2\theta_{hkl}$ с ППФ $\{hkl\}$ по оси абсцисс отложены именно величины полюсной плотности P_{hkl} .)

ОППФ могут быть построены не только для непосредственно измеряемых дифракционных параметров, но и для расчетных параметров субструктуры исследуемого образца. К их числу от-

носятся: искаженность кристаллической решетки отражающих зерен $\Delta d/d$ (d — межплоскостное расстояние в решетке); размер блоков когерентного рассеяния D ; плотность дислокаций ρ и др.

Угловая полуширина линии β_{hkl} служит мерой искаженности кристаллической решетки $\Delta d/d_{hkl}$ вдоль нормали к отражающим плоскостям $\{hkl\}$ и зависит от содержания в ней дислокаций и размера блоков когерентного рассеяния D_{hkl} — элементарных фрагментов совершенной решетки [24, 25]. Кроме того, β_{hkl} зависит также от содержания в отражающих зернах дефектов упаковки. Что касается углового положения рентгеновской линии $2\theta_{hkl}$, то оно через соотношение Вульфа – Брэгга [23] связано с межплоскостным расстоянием d_{hkl} для отражающих кристаллографических плоскостей $\{hkl\}$. Полагая, что химический состав исследуемого поликристалла в первом приближении однороден, колебания межплоскостного расстояния при переходе от зерен одной ориентации к зернам другой ориентации следует рассматривать как результат упругой деформации кристаллической решетки, в том числе вследствие ее насыщения дефектами при пластической деформации поликристалла. Определение углового положения линии $2\theta_{hkl}$ в зернах всех ориентаций, представленных на текстурной ПФ, позволяет выявить распределение микродеформации в анализируемом образце.

Отметим, что при каждом положении исследуемого образца измеряемые I_{hkl} , β_{hkl} и $2\theta_{hkl}$ характеризуют суммарный профиль дифракционной линии всей совокупности зерен с одной и той же кристаллографической ориентацией, локализованных в пределах облучаемого участка. Хотя существуют и широко используются методы разделения вкладов различных факторов в уширение рентгеновской линии, для описания распределения остаточных деформационных эффектов целесообразнее применять непосредственно измеряемую величину β_{hkl} , не пересчитывая ее в те или иные физические характеристики изучаемого объекта.

Для построения ОППФ использовали текстурный рентгеновский дифрактометр с позиционно-чувствительным детектором (для регистрации профиля рентгеновской линии в каждом из последовательных положений образца в процессе съемки его текстуры) и/или возможностью θ -сканирования (для дополнительного усиления регистрируемой интенсивности рентгеновского рассеяния за счет суммирования показаний различных каналов детектора).

С помощью программного обеспечения проводили: 1) обработку профиля регистрируемой рентгеновской линии с определением ее угловой полуширины и углового положения; 2) поиск оптимальной аппроксимирующей функции пу-

тем варьирования параметров профиля линии до достижения минимальной разницы между экспериментально измеренным профилем и моделируемым [18]; 3) вычисление истинных полуширин рентгеновских линий с учетом дефокусировки на основе результатов съемки эталонных образцов с совершенной структурой [19 – 20]; 4) построение ОППФ на стереографической проекции.

При дифрактометрической съемке текстуры нарушается геометрия фокусировки образца по Брэггу – Brentano [26 – 28]. Поверхность образца с увеличением угла его наклона ψ все больше отклоняется от фокусирующей окружности, что приводит к падению интенсивности регистрируемого отражения I_{hkl} . Чтобы это учесть, обычно проводят съемку бестекстурного эталона. Если при каждом положении образца в процессе съемки его ПФ $\{hkl\}$ регистрировать также профиль рентгеновской линии (hkl), то этот профиль будет претерпевать уширение при увеличении угла наклона ψ .

Автоматизированный алгоритм съемки и построения ОППФ предусматривал [2, 15]: сглаживание профиля линии; определение уровня фона; разделение дублета линий $K\alpha_1$ и $K\alpha_2$; построение системы поправок, включающей величины инструментального уширения линии в зависимости от ее угла Брэгга – Вульфа и угла наклона образца (причем, поправки находили в результате съемки отожденного эталона с поглощающей способностью, близкой к поглощающей способности исследуемого образца); выбор аппроксимирующей функции и последующую итерационную процедуру до достижения минимального различия между измеренной и вычисляемой интегральными интенсивностями линии; нахождение угловой полуширины измеренной линии; вычисление истинного физического уширения линии; построение ОППФ β_{hkl} и ОППФ $\Delta d_{hkl}/d_{hkl}$.

Программное обеспечение для анализа субструктурной неоднородности материала по ОППФ разрабатывали в среде Visual Fortran. Программу GPF (Generalized Pole Figure) использовали для обработки рентгеновских данных в целях построения ОППФ, представляющих собой распределения полюсной плотности, полуширины рентгеновских отражений и микродеформаций на стереографической проекции. В качестве исходных данных выступали фрагменты дифракционных спектров с интенсивностями рентгеновских отражений определенного типа (hkl), последовательно записанные для различных положений образца по углу его наклона и поворота.

Сначала с помощью программы рассчитывали параметры аппроксимации рентгеновской

линии по модели псевдо-Фойгта для всех положений образца. Получаемые результаты содержали углы наклона и поворота образца, положение максимума рентгеновской линии, ее максимальную интенсивность и полуширину. Затем осуществляли корректировку данных по дефокусировочным коэффициентам, полученным для эталона, расчет полюсной плотности, истинного физического уширения и микродеформаций [15, 19, 20 – 25].

Расчет истинной полуширины рентгеновской линии

Сглаженный профиль дифракционной линии аппроксимировали функцией псевдо-Фойгта:

$$f_{пФ}(x) = \eta f_{Г}(x) + (1 - \eta) f_{К}(x), \quad x = 2\theta - 2\theta_{\max}, \quad (1)$$

где

$$\begin{aligned} f_{Г}(x) &= \exp[-4 \ln 2(x/B)^2], \\ f_{К}(x) &= 1/(1 + 4(x/B)^2) \end{aligned} \quad (2)$$

функции Гаусса и Коши; x — угловое расстояние от вершины профиля линии $2\theta_{\max}$ ($2\theta_{\max}$, B — положение и ширина дифракционной линии на половине ее высоты).

Дублетную структуру $K\alpha$ -линии учитывали при суперпозиции двух идентичных профилей псевдо-Фойгта $f_{\alpha 1}(x)$ и $f_{\alpha 2}(x - \Delta x)$, первый из которых выше второго в два раза. Тогда конечный вид модельной аппроксимирующей функции следующий:

$$f_{\text{мод}}(x) = A f_{\alpha 1}(x) + 0,5A f_{\alpha 1}(x - \Delta x), \quad (3)$$

где коэффициент A соответствует максимальной интенсивности α_1 -линии; Δx — угловое расстояние между линиями α_1 и α_2 .

Модельная функция $f_{\text{мод}}$ содержит свободные параметры A , $2\theta_{\max}$, B и η , которые определяются условием минимизации

$$\int [f_{\text{мод}}(x) - f_{\text{эксп}}(x)]^2 dx = \min, \quad (4)$$

где $f_{\text{эксп}}(x)$ — экспериментальный профиль линии, удовлетворяющий условию минимизации в результате применения процедуры подгонки.

Поиск оптимальной аппроксимирующей функции $f_{\text{мод}}$ реализовывали с помощью процедуры подгонки [2, 3, 15], включающей компьютерное варьирование максимальной интенсивности, полуширины, углового положения линии и η -параметра до достижения минимальной ошибки. Ошибка подгонки зависит от координат ψ и φ на ПФ и описывается ПФ этой ошибки. В нашем случае она менялась от 2 – 3 % в текстурных максимумах до 30 % в текстурных минимумах.

Физическая ширина профиля рентгеновской линии зависит от типа аппроксимирующих функций. Экспериментально определяемый профиль линии $f_{\text{эксп}}(x)$ — свертка функций физического $f_{\text{физ}}(x)$ и инструментального $f_{\text{инстр}}(x)$ профилей линии:

$$f_{\text{эксп}}(x) = \int f_{\text{физ}}(x) f_{\text{инстр}}(x - y) dy. \quad (5)$$

Соответственно, ширина B измеренного профиля $f_{\text{эксп}}(x)$ зависит от ширины β и b физического $f_{\text{физ}}(x)$ и инструментального $f_{\text{инстр}}(x)$ профилей.

Величина β определяется искаженностью кристаллической решетки отражающих зерен и размером блоков когерентного рассеяния, b — такими факторами, как расходимость рентгеновского пучка, угол наклона образца, поглощение в нем рентгеновского излучения и неоднородность длины волны используемого излучения. В случаях аппроксимирующих функций Гаусса и Коши угловые полуширины профилей B , b и β связаны друг с другом простыми соотношениями:

$$\beta^2 = B^2 - b^2 \text{ (Гаусс) и } \beta = B - b \text{ (Коши)}. \quad (6)$$

Если для аппроксимации используют функцию псевдо-Фойгта, то физическое уширение

$$\beta = \sqrt{\sqrt{B^2 - b^2}(B - b)}. \quad (7)$$

Для расчета параметра η , задающего соотношение между функциями Гаусса и Коши, при нахождении истинного физического уширения линии β можно использовать линейную интерполяцию в следующей форме:

$$\beta = \eta \sqrt{B^2 - b^2} + (1 - \eta)(B - b). \quad (8)$$

Инструментальное уширение $b(\psi)$, где ψ — угол наклона образца, можно найти с помощью стандартного отожденного эталона, рентгеновские линии которого почти свободны от физического уширения. Правильный выбор эталонного образца — ключевой момент при построении истинной ОППФ β . Отметим, что при съемке стандартного образца необходимо сохранять достаточно высокую интегральную интенсивность рентгеновской линии вплоть до предельных углов наклона (в этом случае обеспечивается нужная точность определения инструментального уширения).

Обсуждение результатов

На рис. 2 – 4 представлены ОППФ для прокатанных металлических материалов и диаграммы их взаимной корреляции (ДК) (ОППФ имеют угловой радиус 70°).

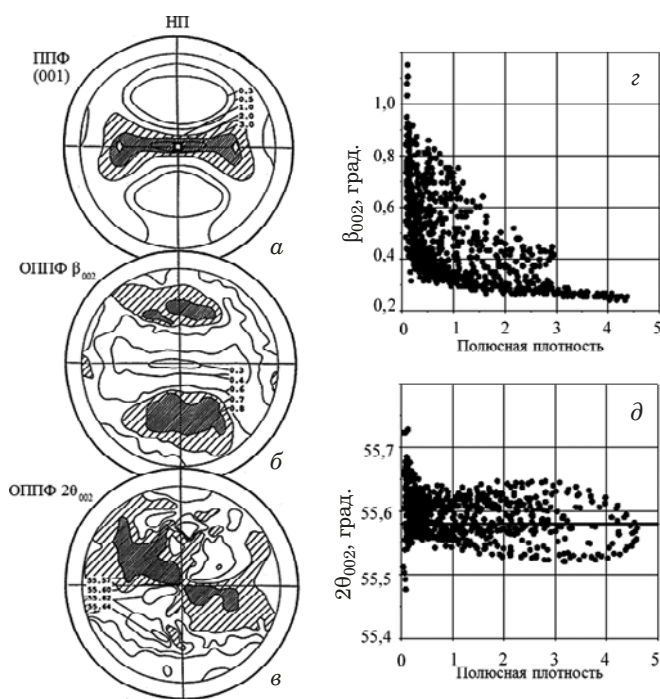


Рис. 2. ОППФ фольги Nb (холодная прокатка, $\epsilon = 50\%$) и диаграммы их взаимной корреляции: а — ППФ{001}; б — ОППФ β_{002} ; в — ОППФ $2\theta_{002}$; г — ДК ППФ{001} – ОППФ β_{002} ; д — ДК ППФ{001} – ОППФ $2\theta_{002}$

Fig. 2. GPF for Nb foil (cold rolling, $\epsilon = 50\%$) and diagrams of their mutual correlation (CD): а — PF{001}; б — GPF β_{002} ; в — GPF $2\theta_{002}$; д — CD PF{001} – GPF β_{002} ; е — CD PF{001} – GPF $2\theta_{002}$

Видно, что полученные распределения носят закономерный характер. В случае ОППФ β закономерность состоит в том, что ее максимумы совпадают с текстурными минимумами, а минимумы — с текстурными максимумами. Это подтверждают диаграммы взаимной корреляции между ППФ $\{hkl\}$ и ОППФ β_{hkl} , на которых нанесены точки ППФ таким образом, что их абсциссы равны величинам полюсной плотности $P(\psi_i, \varphi_j)$ на ППФ $\{hkl\}$, а ординаты — истинной угловой полуширине рентгеновских линий $\beta_{hkl}(\psi_i, \varphi_j)$ в тех же точках стереографической проекции.

Для фольги Nb с кристаллической решеткой ОЦК и прокатанного сплава Zr – 1 % Nb с кристаллической решеткой ГПУ распределения точек на диаграммах корреляции формируют кривые, восходящие ветви которых располагаются в пределах текстурных минимумов, а нисходящие — в пределах текстурных максимумов. Следовательно, зерна, находящиеся в пределах текстурных максимумов, характеризуются минимальной угловой полушириной рентгеновских линий, т.е. минимальной искаженностью кристаллической решетки и раздробленностью ее фрагментов. По мере приближения к текстурным минимумам оба эти параметра субструктуры зерна усиливаются.

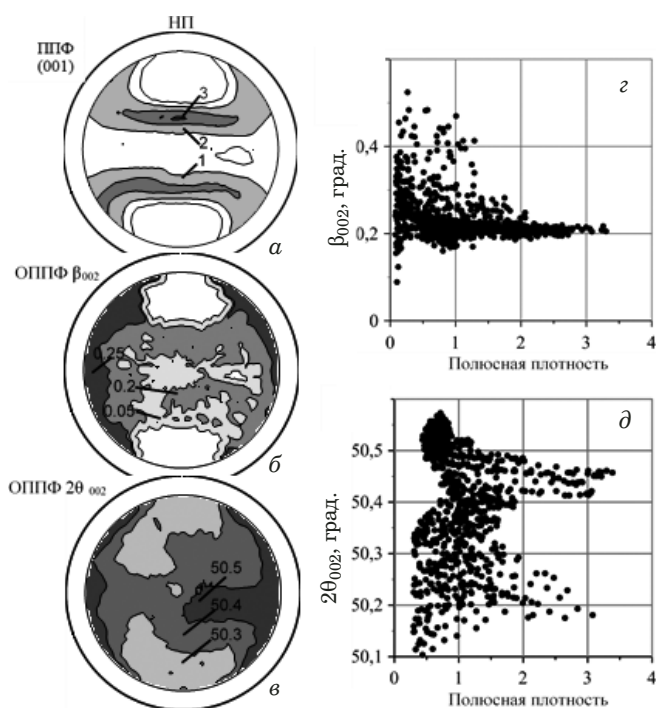


Рис. 3. ОППФ листа Cu (холодная прокатка, $\epsilon = 30\%$) и диаграммы их корреляции: а — ППФ{001}; б — ОППФ β_{002} ; в — ОППФ $2\theta_{002}$; г — ДК ППФ{001} – ОППФ β_{002} ; д — ДК ППФ{001} – ОППФ $2\theta_{002}$

Fig. 3. GPF for Cu sheet (cold rolling, $\epsilon = 30\%$) and diagrams of their mutual correlation (CD): а — PF{001}; б — GPF β_{002} ; в — GPF $2\theta_{002}$; д — CD PF{001} – GPF β_{002} ; е — CD PF{001} – GPF $2\theta_{002}$

Наименее регулярный характер распределения β_{002} для листа меди обусловлен относительной легкостью протекания процессов возврата, сопряженных с совершенствованием ее кристаллической решетки (ГЦК) и снижением угловой полуширины рентгеновских отражений.

Угловая полуширина рентгеновской линии β , как и ее угловое положение 2θ , — непосредственно измеряемые дифракционные параметры. К их числу относятся и некоторые другие, которые могут быть определены без использования теоретических моделей, связывающих измеряемые дифракционные параметры с параметрами структуры или субструктуры исследуемого образца. Например, флуктуации регистрируемой интенсивности при поступательном движении образца вдоль тех или иных направлений позволяют оценить размер зерен определенных ориентаций, а особенности изменения текстуры в результате малой деформации — отличить двойникование от скольжения.

В то же время использование теоретических моделей на основе измеренных дифракционных параметров дает возможность рассчитать многие важные субструктурные параметры материала. Так, в соответствии с моделью Гриффитса [26] применительно к изделиям из сплавов на основе

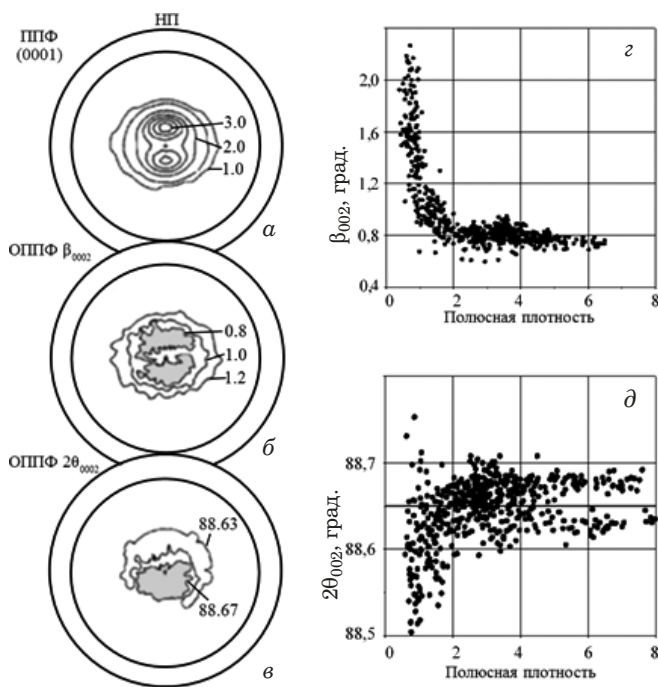


Рис. 4. ОППФ сплава Zr – 1 % Nb (холодная поперечная прокатка, $\varepsilon = 57\%$) и диаграммы их взаимной корреляции: *a* — ППФ(0001); *b* — ОППФ β_{0004} ; *c* — ОППФ $2\theta_{0004}$; *z* — ДК ППФ{0001} – ОППФ β_{0004} ; *d* — ДК ППФ{001} – ОППФ $2\theta_{0004}$

Fig. 4. GPF for Zr – 1% Nb alloy (cold transversal rolling, $\varepsilon = 57\%$) and diagrams of their mutual correlation (CD): *a* — PF(0001); *b* — GPF β_{0004} ; *c* — GPF $2\theta_{0004}$; *d* — CD PF{0001} – GPF β_{0004} ; *e* — CD PF{001} – GPF $2\theta_{0004}$

Zr по угловым полуширинам рентгеновских линий можно оценить плотность дислокаций с различными векторами Бюргера в отражающих зернах.

На рис. 5 представлена ОППФ ρ_c в трубной заготовке из сплава Zr – 1 % Nb (α — фаза, ρ_c — плотность дислокаций *c*-типа с вектором Бюргера вдоль [0001]). Области стереографической проекции, которым отвечает пониженная плотность *c*-дислокаций, совпадают с текстурными максимумами. Это объясняет характер изменения измеряемой полуширины рентгеновских линий β_{hkl} и рассчитываемой плотности дислокаций ρ_c в зависимости от полюсной плотности. В процессе пластической деформации зерна металла переориентируются, стремясь к устойчивым положениям, при которых в зерне действуют симметричные системы скольжения. Каждая из них вызывает взаимно компенсирующиеся повороты кристаллической решетки деформируемого зерна. Однако так деформация может развиваться только в зернах с относительно совершенной решеткой (с невысоким уровнем искаженности). В противном случае симметричное скольжение по нескольким плоскостям оказывается невозможным, и зерно при деформации не

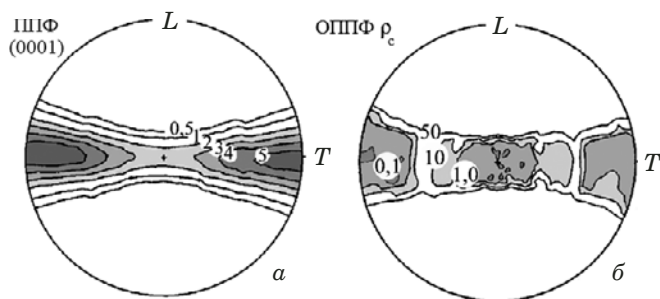


Рис. 5. ОППФ сплава Zr – 1 % Nb (трубная заготовка $\varnothing 20$ мм, $\varepsilon = 65\%$): *a* — ППФ(0001); *b* — ОППФ ρ_c (единицы плотности дислокаций — 10^{14} м^{-2})

Fig. 5. GPF for Zr – 1% Nb alloy (tubular billet $\varnothing 20$ mm, $\varepsilon = 65\%$): *a* — PF(0001); *b* — GPF ρ_c (dislocation density units — 10^{14} m^{-2})

достигнет устойчивой ориентации (или отклонится от нее при увеличении степени деформации).

Что касается ОППФ 2θ для исследуемых прокатанных материалов, то закономерный характер распределений выражается в их симметрии относительно некоторого среднего уровня, соответствующего величине $2\theta_0$ для недеформированного материала, в котором отсутствует кристаллографическая текстура. Подобная симметрия означает, что в деформированном образце всегда присутствуют зерна, кристаллическая решетка которых или растянута ($\Delta d > 0$), или сжата ($\Delta d < 0$) относительно исходного уровня d_0 , когда $2\theta > 2\theta_0$ или $2\theta < 2\theta_0$ соответственно. Причем в первом приближении каждому зерну, решетка которого растянута на $+\Delta d$, отвечает зерно, решетка которого сжата на $-\Delta d$. В этом случае в деформированном металле реализуется равновесие растягивающих и сжимающих упругих напряжений. Зонам упругого растяжения решетки отвечают зерна, которым отвечают точки, расположенные в нижней части ОППФ 2θ , тогда как зонам упругого сжатия решетки — зерна, которым отвечают точки в верхней части ОППФ 2θ .

Предположение о том, что повышенная полуширина рентгеновской линии в пределах текстурного минимума может быть обусловлена большой ошибкой ее измерения при малой интенсивности этой линии, оказывается несостоятельным при учете распределения ошибки аппроксимации, которая составляет 2 – 3 % в текстурных максимумах и 15 – 20 % в текстурных минимумах. Поскольку полуширины рентгеновских линий в текстурных максимумах и минимумах отличаются в 3 – 5 раз, ошибки их аппроксимации не могут перекрыть их различия, отражающие истинную тенденцию.

Отметим, что приведенные ОППФ построены при использовании эталонного образца, полученного спеканием «таблетки» из прессованного

молибденового порошка. Режим прессования исключал пластическую деформацию отдельных частиц, а режим спекания ограничивал развитие роста зерен. «Таблетка» включала эталоны двух типов: 1) бестекстурный (требующийся обычно для корректировки ППФ); 2) отожженный (характеризующийся пренебрежимо малой величиной физического уширения рентгеновских линий, требующийся для корректировки ОППФ β) [5, 6, 27 – 30].

Заключение

Таким образом, предложенный рентгеновский дифрактометрический метод ОППФ, включающий рентгеновскую съемку текстуры и регистрацию профиля рентгеновской линии при каждом последовательном положении исследуемого образца в текстурной приставке, позволяет исследовать субструктурные неоднородности текстурованных металлических изделий. Получаемое распределение на стереографической проекции измеряемых параметров профиля одного и того же рентгеновского отражения от зерен с разными кристаллографическими ориентациями или вычисляемых по ним параметров субструктуры этих зерен можно с успехом использовать при расчетах истинной полуширины рентгеновской линии. Метод показал свою эффективность для выявления закономерностей распределения зерен, находящихся в разных структурных состояниях, по их ориентациям.

ЛИТЕРАТУРА

1. Перлович Ю. А., Исаenkova М. Г. Рентгеновские методы изучения структуры объемных металлических наноматериалов / В кн.: Физика, технологии и применение наносистем и наноматериалов. — М.: НИЯУ МИФИ, 2012. С. 146 – 174.
2. Исаenkova М. Г., Перлович Ю. А. Закономерности развития кристаллографической текстуры и субструктурной неоднородности в циркониевых сплавах при деформации и термообработке. — М.: НИЯУ МИФИ, 2014. — 528 с.
3. Перлович Ю. А., Исаenkova М. Г. Структурная неоднородность текстурованных металлических материалов. — М.: НИЯУ МИФИ, 2015. — 396 с.
4. Перлович Ю. А., Исаenkova М. Г., Фесенко В. А. Структурные и текстурные особенности прокатанных монокристаллов TiNi / В кн.: Перспективные материалы и технологии. Т. 2. — Витебск: ВГТУ, 2015. С. 124 – 144.
5. Perlovich Yu., Isaenkova M. Development of texture and substructure inhomogeneity by recrystallization of rolled Zr-based alloys / In: Recrystallization. — Rijeka, Croatia. 2012. P. 1 – 22.
6. Perlovich Yu., Isaenkova M. Recrystallization of rolled α -Zr single crystals / In: Recrystallization in Materials Processing. — Rijeka, Croatia. 2015. P. 101 – 124.
7. Евстюхин А. И., Перлович Ю. А. Рентгеновский метод избирательного исследования зерен прокатанного материала, имеющих заданные кристаллографические ориентации / В кн.: Металлургия и металловедение чистых металлов. — М.: Атомиздат, 1973. С. 32 – 38.
8. Евстюхин А. И., Русаков А. А., Перлович Ю. А., Зайцев Е. В. Температурная зависимость процессов возврата в различно ориентированных зернах листового молибдена / В кн.: Металлургия и металловедение чистых металлов. — М.: Атомиздат, 1973. С. 38 – 43.
9. Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Иващенко Р. К., Перлович Ю. А., Рачек А. П., Фрезе Н. И. Структура, текстура и механические свойства деформированных сплавов молибдена. — Киев: Наукова думка, 1983.
10. Hoffmann J., Maurer G., Neff H., Macherauch E. A PSD-diffractometer for the determination of texture and lattice deformation pole figures / In: Experimental technique of texture analysis. — Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Informationsgesellschaft Verlag, 1986. P. 409 – 418.
11. Maurer G., Neff H., Scholtes B., Macherauch E. Textur- und Gittereigendeformationszustände kaltgewalzter unlegierter Stähle / Z. Metallkunde. 1987. Vol. 78. P. 1 – 7.
12. Barral M., Spraul J., Lebrun J., Maeder G. X-ray macrostress determination and microstrain evaluation on a textured material / In: Experimental techniques of texture analysis. — Deutsche Gesellschaft für Metallkunde. Informationsgesellschaft Verlag, 1986. P. 419 – 428.
13. Barral M., Lebrun J., Spraul J., Maeder G. X-ray macrostress determination on textured material: use of the ODF for calculating the X-ray compliances / Metallurgical Transactions A. 1987. Vol. 18. P. 1229 – 1238.
14. Weislak L., Bunge H. Texture analysis with a position sensitive detector. — Gottingen: Cuvillier Verlag, 1996. — 215 p.
15. Perlovich Yu., Bunge H., Isaenkova M. Inhomogeneous distribution of residual deformation effects in textured BCC metals / Textures and Microstructures. 1997. Vol. 29. N 3 – 4. P. 241 – 266.
16. Perlovich Yu., Bunge H., Isaenkova M., Fesenko V. Equilibrium of elastic microstresses in textured metal materials / Textures and Microstructures. 1999. Vol. 33. N 3 – 4. P. 303 – 319.
17. Perlovich Yu., Bunge H., Isaenkova M. Structure inhomogeneity of rolled textured niobium / Z. Metallkunde / Materials Research and Advanced Techniques. 2000. Vol. 91. N 2. P. 149 – 159.
18. Perlovich Yu., Isaenkova M. Distribution of c - and α -dislocations in tubes of Zr alloys / Metallurgical and Materials Transactions A. 2002. Vol. 33A. N 3. P. 867 – 874.
19. Perlovich Yu., Bunge H., Isaenkova M. The fullest description of the structure of textured metal materials with generalized pole figures: The example of rolled Zr alloys / Materials Science Forum. 2001. Vol. 378 – 381. P. 180 – 185.
20. Русаков А. А. Рентгенография металлов. — М.: Атомиздат, 1977.
21. Warren E. B. X-ray Diffraction. — Addison-Wesley Publishing Company Inc. MA, 1969. — 382 p.
22. Кривоглаз М. А. Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами. — М.: Наука, 1967. — 338 с.
23. Хейкер Д. М., Зевин Л. С. Рентгеновская дифрактометрия. — М.: Физматгиз, 1963. — 191 с.
24. Powder Diffraction. Theory and Practice / Ed. by Dinnebier R., Billinge S. — RSC Publishing, 2008. — 582 p.
25. Pecharsky V., Zavalij P. Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials. — Springer, 2008. — 741 p.
26. Griffiths M., Winegar J., Mecke J., Holt R. Determination of dislocation densities in hexagonal close-packed metals using X-ray diffraction and transmission electron microscopy / Advances in X-Ray Analysis. 1992. Vol. 35. P. 593 – 599.
27. Isaenkova M., Perlovich Yu., Fesenko V., Krymskaya O., Krapivka N., Soe San Thu. Regularities of recrystallization in rolled Zr single crystals and polycrystals / The Physics of Metals and Metallography. 2014. Vol. 115. Is. 8. P. 756 – 764.
28. Isaenkova M., Perlovich Yu., Fesenko V., Krymskaya O., Dobrokhotov P. Practical applications of the method of generalized pole figures / IOP Conf. Series: Materials Science and

- Engineering. 2015. Vol. 82. P. 012075. DOI: 10.1088/1757-899X/82/1/012075.
29. **Krymskaya O., Isaenkova M., Perlovich Yu.** Determination of grain size for different texture components by statistical fluctuations of intensity registered in the course of texture measurement / *Solid State Phenomena*. 2010. Vol. 160. P. 135 – 140.
 30. **Isaenkova M., Perlovich Yu., Krymskaya O.** Recrystallization of BCC metals: distribution of strain hardening and texture formation / *Materials Science Forum*. 2013. Vol. 753. P. 534 – 537.
- ## REFERENCES
1. **Perlovich Yu. A., Isaenkova M. G.** X-ray methods for structure study of volumetric metal nanomaterials / In: *Physics, technologies and application of nanosystems and nanomaterials*. — Moscow: Izd. NIYaU MIFI, 2012. P. 146 – 174 [in Russian].
 2. **Isaenkova M. G., Perlovich Yu. A.** Regularities of development of crystallographic texture and substructure inhomogeneity in Zr alloys under deformation and heat treatment. — Moscow: Izd. NIYaU MIFI, 2014. — 528 p. [in Russian].
 3. **Perlovich Yu. A., Isaenkova M. G.** Structure inhomogeneity of textured materials. — Moscow: Izd. NIYaU MIFI, 2015. — 396 p. [in Russian].
 4. **Perlovich Yu. A., Isaenkova M. G., Fesenko V. A.** Structure and texture features of rolled TiNi single crystals / In: *Perspective materials and technologies*. Vol. 2. — Vitebsk: Izd. VGTU, 2015. P. 124 – 144 [in Russian].
 5. **Perlovich Yu., Isaenkova M.** Development of texture and substructure inhomogeneity by recrystallization of rolled Zr-based alloys / In: *Recrystallization*. — Rijeka, Croatia. 2012. P. 1 – 22.
 6. **Perlovich Yu., Isaenkova M.** Recrystallization of rolled α -Zr single crystals / In: *Recrystallization in Materials Processing*. — Rijeka, Croatia. 2015. P. 101 – 124.
 7. **Evstyukhin A. I., Perlovich Yu. A.** X-ray method for selective study of grains in rolled material with given crystallographic orientations / In: *Metallurgy and metal science of pure metals*. — Moscow: Atomizdat, 1973. P. 32 – 38 [in Russian].
 8. **Evstyukhin A. I., Rusakov A. A., Perlovich Yu. A., Zaitsev E. V.** The temperature dependence of recovery processes in differently oriented grains of sheet Mo / In: *Metallurgy and metal science of pure metals*. — Moscow: Atomizdat, 1973. P. 38 – 43 [in Russian].
 9. **Trefilov V. I., Milman Yu. V., Ivashchenko R. K., Perlovich Yu. A., Rachek A. P., Freze N. I.** Structure, texture and mechanical properties of deformed Mo alloys. — Kiev: Naukova Dumka, 1983 [in Russian].
 10. **Hoffmann J., Maurer G., Neff H., Macherauch E.** A PSD-diffractometer for the determination of texture and lattice deformation pole figures / In: *Experimental technique of texture analysis*. — Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Informationsgesellschaft Verlag, 1986. P. 409 – 418.
 11. **Maurer G., Neff H., Scholtes B., Macherauch E.** Textur- und Gittereigendeformationszustände kaltgewalzter unlegierter Stähle / *Z. Metallkunde*. 1987. Vol. 78. P. 1 – 7.
 12. **Barral M., Sprauel J., Lebrun J., Maeder G.** X-ray macrostress determination and microstrain evaluation on a textured material / In: *Experimental techniques of texture analysis*. — Deutsche Gesellschaft für Metallkunde. Informationsgesellschaft Verlag, 1986. P. 419 – 428.
 13. **Barral M., Lebrun J., Sprauel J., Maeder G.** X-ray macrostress determination on textured material: use of the ODF for calculating the X-ray compliances / *Metallurgical Transactions A*. 1987. Vol. 18. P. 1229 – 1238.
 14. **Weislak L., Bunge H.** Texture analysis with a position sensitive detector. — Gottingen: Cuvilier Verlag, 1996. — 215 p.
 15. **Perlovich Yu., Bunge H., Isaenkova M.** Inhomogeneous distribution of residual deformation effects in textured BCC metals / *Textures and Microstructures*. 1997. Vol. 29. N 3 – 4. P. 241 – 266.
 16. **Perlovich Yu., Bunge H., Isaenkova M., Fesenko V.** Equilibrium of elastic microstresses in textured metal materials / *Textures and Microstructures*. 1999. Vol. 33. N 3 – 4. P. 303 – 319.
 17. **Perlovich Yu., Bunge H., Isaenkova M.** Structure inhomogeneity of rolled textured niobium / *Z. Metallkunde / Materials Research and Advanced Techniques*. 2000. Vol. 91. N 2. P. 149 – 159.
 18. **Perlovich Yu., Isaenkova M.** Distribution of c - and a -dislocations in tubes of Zr alloys / *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2002. Vol. 33A. N 3. P. 867 – 874.
 19. **Perlovich Yu., Bunge H., Isaenkova M.** The fullest description of the structure of textured metal materials with generalized pole figures: The example of rolled Zr alloys / *Materials Science Forum*. 2001. Vol. 378 – 381. P. 180 – 185.
 20. **Rusakov A. A.** Rentgenography of metals. — Moscow: Atomizdat, 1977 [in Russian].
 21. **Warren E. B.** X-ray Diffraction. — Addison-Wesley Publishing Company Inc. MA, 1969. — 382 p.
 22. **Krivoglaz M. A.** Theory of scattering of X-rays and thermal neutrons by real crystals. — Moscow: Nauka, 1967. — 338 p. [in Russian].
 23. **Kheiker D. M., Zevin L. S.** X-ray diffractometry. — Moscow: Fizmatgiz, 1963. — 191 p. [in Russian].
 24. **Powder Diffraction. Theory and Practice** / Ed. by Dinnebier R., Billinge S. — RSC Publishing, 2008. — 582 p.
 25. **Pecharsky V., Zavalij P.** Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials. — Springer, 2008. — 741 p.
 26. **Griffiths M., Winegar J., Mecke J., Holt R.** Determination of dislocation densities in hexagonal close-packed metals using X-ray diffraction and transmission electron microscopy / *Advances in X-Ray Analysis*. 1992. Vol. 35. P. 593 – 599.
 27. **Isaenkova M., Perlovich Yu., Fesenko V., Krymskaya O., Krapivka N., Soe San Thu.** Regularities of recrystallization in rolled Zr single crystals and polycrystals / *The Physics of Metals and Metallography*. 2014. Vol. 115. Is. 8. P. 756 – 764.
 28. **Isaenkova M., Perlovich Yu., Fesenko V., Krymskaya O., Dobrokhoto P.** Practical applications of the method of generalized pole figures / *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. 2015. Vol. 82. P. 012075. DOI: 10.1088/1757-899X/82/1/012075.
 29. **Krymskaya O., Isaenkova M., Perlovich Yu.** Determination of grain size for different texture components by statistical fluctuations of intensity registered in the course of texture measurement / *Solid State Phenomena*. 2010. Vol. 160. P. 135 – 140.
 30. **Isaenkova M., Perlovich Yu., Krymskaya O.** Recrystallization of BCC metals: distribution of strain hardening and texture formation / *Materials Science Forum*. 2013. Vol. 753. P. 534 – 537.