



УДК 539.3

© 2007

Е. Э. Засимчук, В. И. Засимчук, Р. Г. Гонтарева, Т. В. Турчак,
Л. В. Тарасенко

Гармонический анализ субструктурных параметров деформированных металлов

(Представлено членом-корреспондентом НАН Украины Ю. Н. Ковалем)

The substructure parameters in tension- and rolling-deformed nickel, Al, and Al-alloy are determined by X-ray diffraction peak profile analysis. It is shown by theoretical calculations that the Fourier coefficients of profiles can be obtained from the experimental curve but not from the α_1 -curve profile. The non-monotone change of the substructure parameters during the deformation process and a drastic decrease of microstresses in blasted tension-deformed specimens are described. These X-ray data are compared with the TEM information.

Образование структуры в металлах в процессе и после пластической деформации может происходить по двум сценариям:

так называемое релаксационное структурообразование (образование ячеистой и полигональной структуры, рекристаллизация). Его характерными чертами являются: зависящая от температуры, природы материала и условий деформации кинетика; отсутствие морфологического самоподобия структур разных масштабов; скейлинг (масштабная инвариантность) размеров и разориентаций [1–3];

самоорганизация деформируемого кристалла — синергетическое структурообразование. Его характерными чертами являются: скачкообразная кинетика (может быть описана с помощью δ -функции); кооперативный характер процесса, в который одновременно включаются макрообъемы анализируемого вещества; фрактальная морфология структур разных масштабов.

Характеристики самоорганизующихся структур в некоторых случаях удастся изучать после снятия нагрузки по поверхностному рельефу деформированных кристаллов, который является следом локализованного пластического течения [4, 5]. Релаксационные структуры можно наблюдать и изучать после снятия нагрузки различными методами структурного анализа, которые предполагают частичное разрушение и препарирование деформированного образца (оптическая, электронная и атомная силовая микроскопия). Несмотря на высокую прецизионность этих методов, в процессе подготовки объектов исследования могут происходить неконтролируемые структурные изменения, которые вносят существенную

погрешность в определяемые параметры. Поэтому большой интерес, не угасающий с годами, представляют неразрушающие методы структурного анализа. Одним из таких методов является метод анализа формы интерференционных линий (гармонический анализ) [6, 7].

Настоящая работа посвящена рентгенографическому исследованию деформационных структур “релаксационного” типа с целью выяснения физического смысла определяемых этим методом параметров. Использовали деформированные образцы никеля и алюминия технической чистоты (99,9% (вес.) Me) и авиационного сплава на основе алюминия Д16. Деформацию проводили статическим растяжением при комнатной температуре до разных степеней удлинения и прокаткой. Затем проводили рентгенодифракционный анализ линий (200) и (400) и линий (111) и (222) в монохроматизированном $\text{Cu} - K_\alpha$ излучении. В настоящей работе измерялись средние микро- и макронапряжения и размер областей когерентного рассеяния (ОКР). Следует отметить, что методы рентгеноструктурного анализа в настоящее время широко используются исследователями разных стран благодаря их высокой статистичности (см., например, [8]). В нашей работе к стандартному методу были сделаны следующие дополнения, с учетом которых составлена компьютерная программа для расчета.

Методика расчета и программирования.

1. Пусть мы имеем экспериментально измеренную кривую $h(x)$, где x — угол.

Тогда

$$h(x) = h_i(x) + p(x), \quad (1)$$

где $h_i(x)$ — истинная кривая; $p(x)$ — кривая погрешностей измерения.

Предположим, что все эти кривые симметричны относительно оси OY . Пусть $2\pi/a$ — истинный теоретический интервал разложения кривых, а $2B = 2\pi/b$ — визуально наблюдаемый интервал. Очевидно, что

$$a \ll b, \quad \frac{a}{b} = e_1 \ll 1. \quad (2)$$

Разложим эти кривые в ряд Фурье в интервале $[-B, B]$ (визуальном):

$$h(x) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} H_n \exp(ibnx); \quad h_i(x) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} H_i(n) \exp(ibnx); \quad (3)$$

$$p(x) = \sum_{n=1}^{\infty} P_n \cos(bnx).$$

Здесь мы предположили, что $P_0 = 0$, поскольку погрешности равновероятны как в одну, так и в другую сторону. Из условий симметрии $H_n = H_{-n}$; $H_i(n) = H_i(-n)$. Ищем $A(n)$ и $P_n(n)$, т. е. коэффициенты Фурье в истинном (теоретическом) интервале разложения. Поскольку за пределами визуального интервала функции h , h_i и p равны нулю, а также

$$\int_{-B}^B x H_0 dx = 0; \quad ax \ll 1, \quad (4)$$

имеем (для простоты рассмотрим случай $n = 1$):

$$A(1) - 0(e_1^2) = \int_{-B}^B H_0 \exp(iax) dx = \frac{2\pi H_0}{b} - \frac{2a^2 H_0 \pi^3}{3b^3} + 0(e_1^3) = \frac{2\pi H_0}{b} + 0(e_1^2), \quad (5)$$

$$P_a(1) = \int_{-B}^B p(x) \exp(iax) dx = \sum_m \frac{4P_m \exp(i\pi(m+1))\pi a^2}{bm^2} + 0(e_1^3) = 0(e_1^2). \quad (6)$$

Таким образом, видим, что $A(n)$ имеет порядок $H_0/b \sim 1$, а погрешность P_a в определении $A(n)$ — порядок $P_m e_1^2/b \sim P_m e_1^2$, т. е. намного меньше $A(n)$, особенно с учетом того, что и $P_m \ll H_0$. Относительная погрешность $\Delta A(n) = P_a(n)/A(n)$ имеет порядок

$$\Delta A(n) \sim \frac{P_m e_1^2}{H_0} \ll 1. \quad (7)$$

Совсем иная картина наблюдается, когда мы используем, как это предлагается, например в [6, 7], интервал порядка визуального. Для простоты рассмотрим случай $a = b$. Легко показать, что

$$A^{(1)}(n) = \frac{2\pi H_n}{b}; \quad P_a^{(1)}(n) = \frac{\pi P_n}{b} \quad (8)$$

и относительная погрешность имеет порядок

$$\Delta A^{(1)}(n) = \frac{P_a^{(1)}(n)}{A^{(1)}(n)} = \frac{P_n}{2H_n}, \quad (9)$$

т. е. погрешность Фурье-преобразования имеет порядок погрешности исходной кривой, что значительно больше, чем в случае (2). Поэтому в настоящей работе мы рассматривали истинный теоретический интервал разложения, а значения интенсивности за пределами визуального интервала полагали равными нулю.

2. Теоретический интервал разложения $a_1 = 2\pi/a$ определяется по формуле

$$a_1 = \frac{\lambda}{a_3 \cos \theta} = \frac{s}{\cos \theta}, \quad (10)$$

где λ — длина волны излучения; a_3 — период решетки; θ — брэгговский угол [6, 7]. Пусть угол θ определен с некоторой погрешностью r

$$\theta = \theta_2 + r; \quad a_2 = \frac{s}{\cos(\theta_2)}. \quad (11)$$

Тогда погрешность в определении интервала разложения имеет вид

$$\Delta a = a_1 - a_2 \approx \frac{s(\sin(\theta))r}{\cos^2 \theta}. \quad (12)$$

Мы видим, что при $\theta \rightarrow 90^\circ$, $\cos \theta \rightarrow 0$ и даже при малых r погрешность в определении теоретического интервала Δa может быть достаточно большой. Поскольку точно определить брэгговский угол практически невозможно, так как у нас присутствует суперпозиция α_1 и α_2 излучения, мы рекомендуем и сами в настоящей работе использовали брэгговские углы, далекие от 90° (максимально — $49,6^\circ$).

3. Следует также учесть, что мы имеем на рентгенограммах не монохроматическую кривую, а суперпозицию α_1 и α_2 излучения, т. е.

$$I(x) = j(x) + 0,5j(x + g), \quad (13)$$

где x — угол; $j(x)$ — профиль α_1 -линии; $I(x)$ — профиль наблюдаемой кривой; g — расстояние между максимумами интенсивности α_1 и α_2 излучения [7]. Тогда, поскольку вблизи границ интервалов интенсивности равны нулю, Фурье-компонента в пространстве индексов $u(n)$ будет иметь вид:

$$u(n) = \int_{-c}^c I(x) \exp(inx) dx = \int_{-c}^c j(x) \exp(inx) dx + 0,5 \exp(-ing) \int_{-c}^c j(x+g) \times \\ \times \exp(in(x+g)) dx = v(n)(1 + 0,5 \exp(-ing)) = v(n)q(n, g), \quad (14)$$

где $v(n) = \int_{-c}^c j(x) \exp(inx) dx$.

При нахождении Фурье-компоненты истинной кривой образца $F(n)$ мы, следуя [6, 7], делим Фурье-компоненту экспериментально измеренной кривой образца $H(n)$ на соответствующую компоненту эталона $G(n)$

$$AF(n) = \frac{H(n)}{G(n)} \quad (15)$$

и величина $q(n, g)$ сокращается.

Здесь A — некоторая константа, одинаковая для всех n . Поэтому можно сразу рассматривать наблюдаемую кривую, а не искать из нее профиль α_1 -линии, что значительно упрощает расчет.

Результаты эксперимента и расчета. Съемку образцов проводили от двух противоположных поверхностей и после снятия поверхностных слоев разной толщины. В табл. 1–4 приведены данные для одной из двух поверхностей. Тенденция сохраняется для другой поверхности и для внутренних объемов.

Несомненный интерес представляет кинетика изменения с деформацией величины микронапряжений. Из приведенных данных видно немонокотное изменение этого параметра: и в никеле, и в сплаве микронапряжения вначале растут, а затем уменьшаются, достигая минимального значения в разрушенном состоянии. Интересно отметить, что в сплаве Д16 в разрушенных образцах микронапряжения меньше, чем в исходном состоянии сплава. Это связано с возможностью изменения фазового состава сплава под влиянием механических

Таблица 1. Значения микронапряжений (10^4) поликристаллического никеля технической чистоты после деформации растяжением до различных степеней

Степень деформации	$\varepsilon = 11,2\%$	$\varepsilon = 23,7\%$	После разрушения	Исходное состояние
Микронапряжения	7,21	5,36	3,79	2,905

Таблица 2. Значения микронапряжений (10^4), размера ОКР и брегговских углов θ_{200} сплава Д16 после деформации растяжением (данные относятся к образцам, нагруженным при разных значениях отношения приложенной нагрузки P к разрушающей нагрузке P_p)

Нагрузка	$P = 0,6P_p$	$P = 0,83P_p$	$P = 0,91P_p$	$P = P_p$	Исходный
Микронапряжения	3,995	4,614	6,324	1,806	2,905
ОКР, мкм $\pm 0,002$	1,230	1,330	0,856	0,721	1,496
$\theta_{200} \pm 0,002$ град.	22,359	22,366	22,344	22,363	22,379

Таблица 3. Значения размера ОКР(мкм) и береговских углов θ_{200} никеля технической чистоты после деформации растяжением

Степень деформации	$\varepsilon = 11,2\%$	$\varepsilon = 23,7\%$	После разрушения	Исходный
ОКР, мкм	$0,758 \pm 0,002$	$0,733 \pm 0,002$	$0,920 \pm 0,002$	$1,157 \pm 0,002$
θ_{200} , град ($\pm 0,002$)	22,238	22,238	22,247	22,269

Таблица 4. Значения микронапряжений (10^4), размера ОКР и береговских углов θ_{200} никеля после деформации прокаткой до различных степеней (с точностью $\pm 0,002$ измеряемой величины)

Степень деформации	$\varepsilon = 15\%$	$\varepsilon = 50\%$	$\varepsilon = 65\%$	$\varepsilon = 80\%$	Исходный
Микронапряжения	2,20	3,45	3,10	3,0	0
Размер ОКР, мкм	0,690	0,672	0,792	0,716	1,16
Угол θ_{200} , град	22,307	22,232	22,228	22,227	22,379

нагрузок, что, как и деформационное упрочнение/разупрочнение, определяет уровень микронапряжений.

Был проведен статистический анализ размеров субструктурных элементов прокатанного никеля, при этом использованы данные ТЕМ по структуре не менее 30 полей зрения. Оказалось, что средний размер ячеек при деформации 50% составил 0,305 мкм, а при 80% — 0,581 мкм. Следовательно, прямые измерения элементов субструктуры показали их существенное укрупнение с ростом деформации. Такая же тенденция отмечена и при использовании рентгеновского гармонического анализа (см. табл. 3, 4), хотя размеры ОКР не полностью физически эквивалентны размеру ячеек.

Таким образом, проведение рентгенографического анализа формы интерференционных линий деформированных образцов показывает определяющую роль релаксационных процессов в формировании напряженного состояния кристаллической решетки материала.

1. Засимчук Е. Э., Гордиенко Ю. Г., Прудникова В. И., Турчак Т. В. Особенности рекристаллизации при прокатке кристаллов Al // Скейлинг размеров рекристаллизованных зерен. – 2005. – **27**, № 5. – С. 595–607.
2. Godfrey A., Hughes D. A. Scaling of the spacing of deformation induced dislocation boundaries // Acta Mater. – 2000. – **48**. – P. 1897–1905.
3. Sethna J. P., Coffman V. R. Scaling in plasticity-induced cell-boundary microstructure: fragmentation and rotational diffusion // Phys. Rev. – 2003. – **B67**. – P. 84–107.
4. Gordienko Yu. G., Zasimchuk E. E., Gontareva R. G. Unconventional deformation modes and surface roughness evolution in Al single crystals under restricted cyclic tension conditions // J. of Mater. Sci. Lett. – 2003. – **22**. – P. 241–245.
5. Zasimchuk E. E., Gordienko Yu. G., Gontareva R. G., Zasimchuk I. K. Equidimensional fractal maps for indirect estimation of deformation damage in nonuniform aircraft alloys // J. of Mater. Eng. and Perform. – 2003. – **12**, No 1. – P. 68–76.
6. Иверонова В. И., Ревкевич Г. П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. – Москва: Изд-во Моск. ун-та, 1972.
7. Горелик С. С., Расторгуев Л. Н., Скаков Ю. А. Рентгенографический и электроннооптический анализ. – Москва: Металлургия, 1970.
8. Lucks I., Lamparter P. and Mittemeijer. An evaluation of methods of diffraction – line broadening analysis applied to ball-milled molybdenum // J. Appl. Cryst. – 2004. – **37**. – P. 300–311.

Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова
НАН Украины, Киев

Поступило в редакцию 23.04.2007