

М. М. БОРОДКИНА, Э. Н. СПЕКТОР

**РЕНТГЕНО-  
ГРАФИЧЕСКИЙ  
АНАЛИЗ  
текстуры металлов  
и сплавов**



М. М. БОРОДКИНА, Э. Н. СПЕКТОР

*Handwritten signature*

Рентгено-  
графический  
анализ  
текстуры металлов  
и сплавов



Москва «Металлургия» 1981

УДК 620.179.152.1

**Рентгенографический анализ текстуры металлов и сплавов.** Бородинна М. М., Спектор Э. Н. М., «Металлургия», 1981. 272 с.

Приводится систематическое описание основных методов рентгенографического исследования текстуры, включая обработку результатов с помощью ЭВМ, в том числе анализ трехмерных функций распределения ориентировок. Рассмотрена разнообразная аппаратура для изучения текстур и особенности работы на автоматическом дифрактометре ДАРТ-2,0. Обобщены основные закономерности формирования текстур разного вида. Приведены данные по анизотропии свойств материалов, связанной с текстурой.

Рассчитана на работников научно-исследовательских институтов, заводских лабораторий предприятий черной, цветной металлургии и машиностроительных заводов. Она также может быть полезной для студентов старших курсов вузов и аспирантов указанных специальностей. Ил. 102. Табл. 23. Библиогр. список: 253 назв.

Б  $\frac{31106-198}{040(01)-81}$  136-81 2605000000

© Издательство «Металлургия», 1981

## ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр.
Предисловие	3
Введение	8
Глава I. Описание текстуры и методы ее определения	11
1. Виды текстуры и их обозначения	16
2. Характеристика методов определения текстуры	19
3. Основные положения рентгенографического метода определения текстуры	22
4. Описание текстуры	31
5. Симметрия текстуры	32
Глава II. Фотографические методы определения текстуры	32
1. Аксиальная текстура	39
2. Обратная решетка текстурованных образцов	40
3. Текстура прокатки	42
4. Примеры использования метода	43
5. Камеры и приспособления для изучения текстур	43
Глава III. Дифрактометрические методы определения текстур	48
1. Принцип методов и схемы съемок прямых полюсных фигур	48
2. Поправка на поглощение	57
3. Эффект дефокусировки	59
4. Прямые полюсные фигуры	67
5. Обратные полюсные фигуры	83
6. Экспрессные приближенные методы дифрактометрического анализа текстуры	90
7. Аппаратура для дифрактометрического изучения текстуры	92
8. Применение энергодисперсионного анализа к исследованию текстуры	117
Глава IV. Подготовка эксперимента	118
1. Приготовление образцов для анализа текстуры	118
2. Приготовление бестекстурного эталона	121
3. Подбор толщины образца	125
4. Юстировка текстур гониометра	126
5. Некоторые практические указания по съемке полюсных фигур	128
6. Учет влияния текстуры при рентгеноструктурных исследованиях	129
Глава V. Методы полукваликативной оценки текстуры по прямым полюсным фигурам	130
1. Аксиальная текстура	131
2. Текстура прокатки	134
3. Оценка ориентировок слаботекстурованных материалов	138
4. Оценка преимущественных кристаллографических направлений в плоскости листа	141
Глава VI. Обработка результатов рентгеновского анализа текстуры с помощью ЭВМ	145
1. Построение прямых полюсных фигур	145
2. Определение обратных полюсных фигур	151

3. Вычисление трехмерных функций распределения ориентировок (ФРО)	161
4. Взаимосвязь стереографической проекции и трехмерного пространства Эйлера	171
5. Расчет анизотропии механических и физических свойств материала по результатам анализа ФРО	174
6. Другие области применения ФРО	177
<b>Глава VII. Некоторые закономерности образования текстуры и влияния ее на свойства металлов и сплавов</b>	178
1. Пластическая деформация и текстурообразование	178
2. Текстура деформации	181
3. Текстура рекристаллизации	193
4. Закономерности формирования текстуры в сплавах Fe—Si	199
5. Особенности дислокационной структуры и процесса рекристаллизации в текстурованном материале	205
6. Теоретические представления о текстурообразовании при рекристаллизации	211
7. Некоторые результаты, полученные с помощью ФРО и их трактовка	218
8. Неоднородность текстуры по сечению листа и проволоки	227
9. Текстура, формирующаяся при различных видах обработки	230
10. Влияние текстуры на свойства металлов и сплавов	235
11. Примеры применения анализа текстуры в металлофизических исследованиях	247
Приложения	251
Библиографический список	261

Разработка и производство текстурованных материалов, высокий уровень свойств которых в определенных направлениях достигается за счет использования кристаллической анизотропии, получают в последнее время все более широкое применение. Стремление управлять анизотропными свойствами материалов увеличило интерес к проблеме текстурообразования. С другой стороны, изучение текстурных изменений, происходящих при деформации, термообработке, фазовых превращениях, облегчает понимание механизма этих процессов.

Впервые связь между расположением максимумов почернения на рентгенограммах деформированных металлов и текстурой была показана в 1923 г. в работах Н. Е. Успенского и С. Т. Конобеевского. Большую роль в развитии рентгенографического анализа текстуры в последующие годы сыграли работы Г. С. Жданова, Г. В. Курдюмова, Г. Вассермана, Ч. Баррета, Д. Дилламора, С. Смолмена и др.

Качественный скачок в развитии методики рентгенографических исследований текстуры связан с началом широкого применения в 40—50-х годах дифрактометрического анализа, а в 60-х — ЭВМ для обработки результатов и расчета трехмерных функций распределения ориентировок кристаллитов.

Важность проблемы и возрастающий объем исследований требуют всемерного расширения экспериментальных средств, усовершенствования и автоматизации специализированной аппаратуры, а также подготовки квалифицированных кадров. В то же время в книгах И. П. Кудрявцева «Текстуры в металлах и сплавах» (1965 г.), Г. Вассермана и И. Гревен «Текстуры металлических материалов» (1969 г.), Д. М. Хейкера и Л. С. Зевина «Рентгеновская дифрактометрия» (1963 г.), «Теория образования текстур в металлах и сплавах» под ред. Н. В. Агеева (1979 г.) и учебных пособиях Я. С. Уманского «Рентгенография металлов и полупроводников» (1969 г.), С. С. Горелика, Л. Н. Расторгуева и Ю. А. Скакова «Рентгенографический и электроннооптический анализ» (1970 г.), А. А. Русакова «Рентгенография металлов» (1977 г.) изложены лишь некоторые из методов рентгенографического анализа текстуры. Особенности работы с автоматической аппаратурой, соз-

данной за последние годы, а также обработка результатов текстурного анализа с помощью ЭВМ в монографиях и учебных пособиях не описаны.

Настоящая книга посвящена систематическому, детальному рассмотрению разнообразных методов рентгенографического исследования текстуры, включая работу с автоматической аппаратурой и обработку результатов с помощью ЭВМ, не описанных в опубликованных до настоящего времени монографиях и учебных пособиях. Уделено внимание особенностям методики в связи с разнообразием текстуры и структуры исследуемых материалов.

На основании обобщения опубликованных в советской и зарубежной литературе материалов и собственного опыта работы авторы попытались дать по возможности полное описание основных положений и деталей наиболее важных качественных и количественных методик рентгенографического анализа текстуры. Большое внимание уделено подготовке и проведению эксперимента, автоматизации сбора информации и обработки результатов, экспрессным методам анализа текстуры, особенно удобным для заводского контроля.

В отдельной главе кратко освещены современные представления о некоторых закономерностях формирования текстуры и о ее влиянии на механические и физические свойства металлов и сплавов, изложены некоторые результаты собственных исследований авторов. Рассмотрены также результаты, полученные с помощью анализа трехмерных функций распределения ориентировок.

В приложении приведены справочные данные и таблицы, необходимые для практической работы по анализу текстуры.

Авторы выражают глубокую благодарность рецензенту акад. Н. В. Агееву за ценные указания, сделанные им при просмотре рукописи.

Введение, гл. I, V, VI написаны М. М. Бородкиной, гл. II, III, IV, VII и приложение — совместно М. М. Бородкиной и Э. Н. Спектор.

## Условные обозначения

ППФ — прямая полюсная фигура;

ОПФ — обратная полюсная фигура;

ФРО — функция распределения ориентировок кристаллитов;

КТ — кубическая текстура  $\{100\} \langle 100 \rangle$ ;

ЭДУ — энергия дефектов упаковки;

$\psi$  — угол Вульфа — Брэгга для «отражающих» плоскостей  $\{hkl\}$ ;

$N_{hkl}$  — нормаль к плоскостям  $\{hkl\}$ ;

$B$  — направление одноосного воздействия, приводящее к аксиальной текстуре, ось образца;

$T$  — ось текстуры;

НН — нормаль к плоскости прокатки;

НП — направление прокатки;

ПН — нормаль к НП, лежащая в плоскости прокатки;

$\alpha$  — угол наклона или поворота образца соответственно вокруг горизонтальной ( $Y$ ) и вертикальной ( $Z$ ) осей гониометра;

$\beta$  — угол поворота образца вокруг нормали ( $X$ ) к его плоскости  $q$ .

## ВВЕДЕНИЕ

Важные для техники материалы обычно имеют поликристаллическую структуру. Текстурой называют закономерное распределение ориентаций кристаллической решетки отдельных кристаллитов, из которых состоит материал, относительно осей образца. Поскольку большинство механических, магнитных и других физических свойств является функцией направления в кристалле, то при наличии преимущественной кристаллической ориентировки, появляется анизотропия свойств в поликристаллическом образце.

Создание благоприятных текстур открывает возможность использования природной анизотропии свойств кристаллических тел. Текстура играет важную роль среди других параметров, определяющих свойства. Как способ повышения свойств в заданном направлении текстурование находит все большее применение в технологии производства различных металлов и сплавов, таких как трансформаторная сталь, конструкционные материалы, прецизионные сплавы и др.

В ряде случаев к материалам предъявляются требования изотропности свойств. Например, наличие острой текстуры в листовых материалах, подвергающихся штамповке или глубокой вытяжке, нежелательно, так как вызывает образование трещин и фестонов, обрезка которых приводит к лишнему расходу материала. Магнитные материалы, работающие в условиях кольцевого магнитного потока (динамная сталь), также должны обладать изотропными свойствами в плоскости листа. В этих случаях стремились подобрать такую технологию изготовления, при которой текстура не развивалась. В последнее время было установлено, что наилучшие свойства получают не в отсутствие текстуры, а при наличии текстуры особого типа, так называемой «плоскостной» текстуры, когда с плоскостью листа преимущественно совпадает определенная кристаллографическая плоскость, а кристаллографические направления строго не фиксируются. Все это указывает на необходимость изучения закономерностей формирования текстуры с целью управления ею и зависящими от нее свойствами. Характер образующейся текстуры с точки зрения ее симметрии определяется как симметрией внешнего поля напряжений, так и симметрией решетки. В зависимости от усло-

вий возникновения различают текстуры: роста, деформации, рекристаллизации. К текстурам роста, прежде всего, относится текстура литья. В процессе кристаллизации слитков вследствие направленного отвода тепла происходит ориентированный рост столбчатых кристаллов. В последнее время получает развитие метод направленной кристаллизации, при котором создают условия ускоренного отвода тепла в направлении оси слитка. После затвердевания такой слиток состоит из длинных кристаллов, вытянутых вдоль его оси. При этом с направлением оси слитка преимущественно совпадает определенное кристаллографическое направление. Исходная текстура слитка оказывает влияние на текстуру и структуру, формирующиеся в процессе последующей деформации.

Текстурой роста обладают также металлы, полученные электролитическим путем. В этом случае характер ориентировок зерен зависит как от структуры осаждаемого металла, так и от структуры и текстуры электрода, состава электролита, плотности тока и других параметров процесса осаждения. Преимущественные ориентировки наблюдаются и в тонких металлических пленках, полученных конденсацией паров. Помимо природы осаждаемого металла, они зависят от температуры и текстуры подложки, что обусловлено эпитаксиальным ростом. Основной причиной образования текстур роста является анизотропия линейной скорости роста при кристаллизации.

Наибольший интерес представляют текстуры, возникающие при пластической деформации и рекристалляционном отжиге, поскольку эти виды обработки являются наиболее распространенными.

Изучение текстур также представляет большой теоретический интерес, поскольку позволяет лучше понять механизм пластической деформации, рекристаллизации и других процессов, протекающих при обработке металлов и сплавов. Следует учитывать, что наличие текстуры в деформированной матрице приводит к тому, что рекристаллизация и фазовые превращения происходят в анизотропной среде, возникают условия, благоприятные для закономерной перестройки решетки, в результате которой формируется текстура рекристаллизации твердого раствора, а иногда и фаз выделения.

Необходимость управления текстурообразованием предопределила развитие методик, позволяющих произ-

ОПИСАНИЕ ТЕКСТУРЫ  
И МЕТОДЫ ЕЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

## 1. ВИДЫ ТЕКСТУРЫ И ИХ ОБОЗНАЧЕНИЯ

Качественно вид текстуры определяется характером расположения решетки отдельных кристаллитов в поликристаллическом материале относительно внешних осей образца. Исходя из этого текстура подразделяется на три основных вида: аксиальную или волокнистую, коническую и ограниченную.

водить не только качественный, но и количественный анализ преимущественных кристаллографических ориентировок. Среди физических методов определения текстур наиболее объективным и точным наряду с нейтронографическим является рентгенографический метод. Однако до недавнего времени в нем использовалась весьма трудоемкая и малопроизводительная фотографическая техника, с помощью которой был возможен лишь полуколичественный анализ.

Создание дифрактометров — аппаратуры для регистрации рентгеновской дифракционной картины с помощью счетчиков — открыло возможность развития количественного метода определения текстур. Первый серийный отечественный рентгеновский дифрактометр общего назначения был разработан в 1955 г.

Начало использования дифрактометрического метода определения текстур в нашей стране было положено разработкой конструкции текстурной приставки к дифрактометру общего назначения в 1956—1958 гг. В дальнейшем аппаратура развивалась по пути автоматизации съемки и построения полюсных фигур. В 1972—1974 гг. был создан специализированный автоматический текстуродифрактометр ДАРТ-2,0. Конструкция дифрактометра обеспечивает широкие возможности его использования как для экспрессного определения текстуры, удобного в условиях заводского контроля, так и для точного количественного исследования преимущественных ориентировок с помощью ЭВМ.

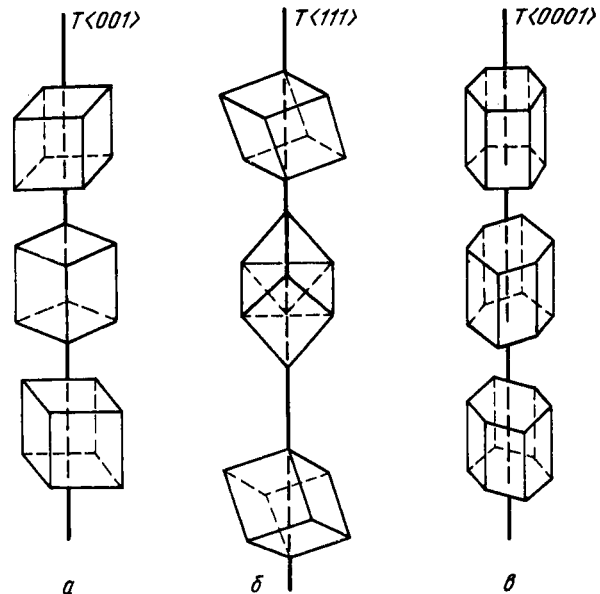


Рис. 1. Аксиальная текстура  $\langle 002 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 0001 \rangle$

Аксиальная текстура характеризуется наличием преимущественного кристаллографического направления — оси текстуры, совпадающего с внешним направлением образца. Рис. 1 поясняет образование аксиальной текстуры на примере материалов с кубической и гексагональной решеткой. Кристаллическая решетка в разных

зерна поликристаллического материала повернута таким образом, что с некоторой степенью вероятности окажется параллельным данному направлению в образце какое-либо кристаллографическое направление, например ребро куба (рис. 1, а), направление пространственной диагонали куба (рис. 1, б), направление ребра призмы (рис. 1, в). Это преимущественное кристаллографическое направление называют осью текстуры или осью волокна. В случае простой аксиальной текстуры ось волокна совпадает с определенной осью образца, например с направлением оси проволоки или прутка, с направлением нормали к поверхности электролитически осаждаемого металла и т. д.

Аксиальную текстуру принято обозначать миллеровскими индексами совокупности кристаллографических направлений, совпадающих с осью  $T$ , заключенными в скобки:  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 0001 \rangle$  — рис. 1, а, б, в соответственно, в отличие от обозначения указанных направлений в монокристалле:  $[001]$ ,  $[111]$ ,  $[0001]$ . Индексы в скобках вида  $\langle \quad \rangle$  обозначают не одно направление, а всю совокупность направлений данного типа. Очевидно, что свойства вдоль оси образца будут зависеть от типа совпадающего с ней кристаллографического направления, от степени вероятности этого совпадения, т. е. от интенсивности или степени совершенства текстуры, а также от характера анизотропии рассматриваемого физического свойства в монокристалле. В тех случаях, когда в текстуре присутствует несколько различных преимущественных ориентировок, уровень свойств зависит также от их количественного соотношения.

В материалах с кубической решеткой перпендикулярно оси текстуры лежат кристаллографические плоскости, имеющие те же индексы, что и направления:  $\{001\}$ ,  $\{111\}$  (рис. 1, а, б). Плоскости решетки, перпендикулярные оси текстуры, называют диатропными. Для гексагональных материалов индексы осей текстуры и диатропных плоскостей не всегда совпадают. В случае, рассмотренном на рис. 1, в, диатропными плоскостями являются базисные плоскости  $\{0001\}$ . Индексами, заключенными в фигурные скобки, обозначают совокупность плоскостей данного типа в поликристаллическом материале в которых пишутся в круглых скобках в определенном порядке и с указанием знаков, например  $(00\bar{1})$ ,  $(1\bar{1}\bar{1})$ .

Поскольку при аксиальной текстуре кристаллическая решетка повернута вокруг оси текстуры любым образом (равновероятно), то эквивалентные кристаллографические нормали образуют системы коаксиальных конусов, угол раствора которых равен удвоенному углу между направлением, совпадающим с осью текстуры  $T$ , и рассматриваемыми нормалью (см. табл. 1 Приложения). На рис. 2 показано пространственное расположение нормалей  $\langle 111 \rangle$  в случае аксиальной текстуры  $\langle 001 \rangle$  (см. рис. 1, а) и текстуры  $\langle 111 \rangle$  (см. рис. 1, б).

Пространственное распределение нормалей плоскостей разного типа удобно исследовать с помощью сфери-

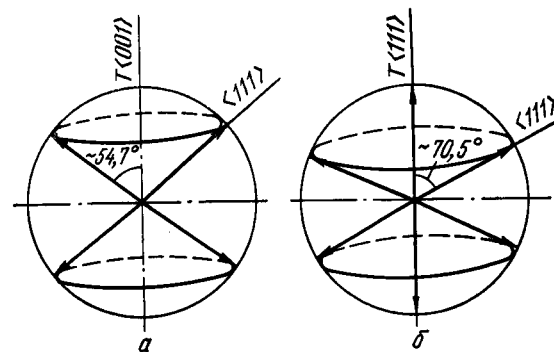


Рис. 2. Пространственное расположение нормалей  $\langle 111 \rangle$  для аксиальной текстуры  $\langle 001 \rangle$  (а) и  $\langle 111 \rangle$  (б)

ческой проекции. С вертикальным диаметром сферы совмещают ось образца. При беспорядочной ориентировке кристаллитов нормали плоскостей любого типа пересекают поверхность сферы в точках, равномерно распределенных по ней. В случае аксиальной текстуры при пересечении конусов нормалей со сферой проекций на ее поверхности образуются закономерно расположенные круги. Только плоскости, перпендикулярные оси текстуры, изображаются точками, совпадающими с полюсами сферы (рис. 2, а).

Существует несколько более сложных видов аксиальной текстуры, для которых ось образца, являющаяся осью вращения бесконечного порядка, и ось текстуры не



совпадают<sup>1</sup>. Сюда относится кольцевая текстура, для которой угол между указанными осями составляет 90°. Такая текстура характерна для проволоки гексагональных металлов и сплавов. Гексагональная ось (ребро призмы) устанавливается преимущественно перпендикулярно оси проволоки и образует экваториальное кольцо на сфере проекций. Базисные плоскости при этом параллельны оси проволоки, а плоскости призмы из-за отсутствия ограничений вращения вокруг оси текстуры разориентированы. Спиральной текстурой называют такую, при которой ось  $T$  отклонена от продольной оси образца  $B$  на небольшой

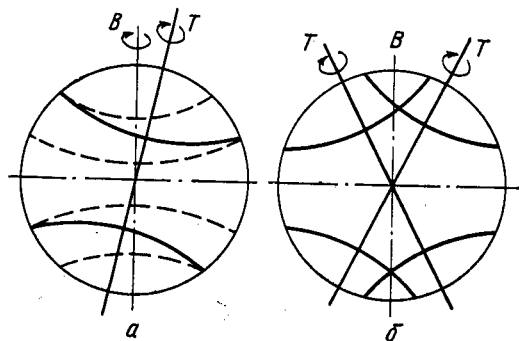


Рис. 3. Сферическая проекция спиральной (а) и конической (б) текстур ( $B$  — ось образца,  $T$  — ось текстуры)

угол (рис. 3, а). Видно, что при этом происходит лишь уширение кругов на сфере проекций. Поэтому спиральная текстура отличается от простой аксиальной, имеющей некоторое рассеяние, только характером распределения нормалей внутри поясов сферической проекции.

Аксиальная текстура возникает в материале под действием на него внешних полей осевой симметрии. Усложнение типа аксиальной текстуры связано либо с нарушением симметрии воздействующих на решетку полей, либо с особенностями кристаллической структуры, как это имеет место в материалах с гексагональной решеткой, когда в процессе деформации скольжение облегчается в базисных плоскостях.

<sup>1</sup> Вассерман и Гревен [1] приводят восемь теоретически возможных типов аксиальной текстуры, причем коническая текстура также отнесена к аксиальной. Представляется целесообразным коническую текстуру рассматривать как особый вид текстуры.

Характерной особенностью конической текстуры, как и рассмотренной выше спиральной, является наклон осей текстуры  $T$  к оси образца  $B$ , однако при конической текстуре ось образца не является осью вращения и ось текстуры фиксирована в определенной плоскости образца.

Если оси  $T$  пересекаются на оси образца  $B$ , но вершины конусов, образованных эквивалентными кристаллографическими нормальными вокруг осей  $T$ , обращены в сторону одного конца оси образца, то такую текстуру называют одинарной конической. Чаще имеется два симметричных положения, как показано на рис. 3, б. Такую текстуру называют двойной конической.

Ограниченная текстура возникает в результате воздействия на поликристаллический материал поля плоскостной или близкой к ней симметрии. Характерным признаком текстуры этого вида является ограничение вращения решеток кристаллитов вокруг оси текстуры. При этом кристаллографические плоскости и направления какого-либо типа фиксируются в определенных плоскостях и направлениях образца соответственно. Примером ограниченной текстуры является текстура прокатки.

Текстуру прокатки принято описывать в первом приближении так называемыми идеальными ориентировками: миллеровскими индексами семейства плоскостей, преимущественно совпадающих с плоскостью прокатки, и кристаллографических направлений, совпадающих с направлением прокатки —  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ , в отличие от ориентировок монокристаллов, индексы которых заключают в круглые и квадратные скобки соответственно:  $(hkl) [uvw]$ <sup>1</sup>.

Обычно текстура прокатки носит сложный характер и описывается не одной, а несколькими идеальными ориентировками, обладающими значительными областями рассеяния. Кроме того, на ориентировки ограниченного типа в условиях прокатки с натяжением накладываются аксиальные, а в условиях горячей прокатки и конические ориентировки. Текстура рекристаллизации, как правило, менее сложная, часто описывается одной ориентировкой. На рис. 4 схематично показаны два распространенных

<sup>1</sup> Подразумевается, что для конкретных ориентировок, входящих в совокупность  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$  выполняется условие зональности, при котором направление  $[uvw]$  лежит в плоскости  $(hkl) : hu + kv + lw = 0$ .

для материалов с г. ц. к. и о. ц. к. решеткой вида текстуры рекристаллизации: кубическая и ребровая. Более полное описание текстуры осуществляется с помощью полюсных фигур. В последнее время получает распространение количественное описание текстуры с помощью трехмерных функций распределения ориентировок. Эти виды описания будут рассмотрены ниже.

## 2. ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕКСТУРЫ

Методы определения текстуры подразделяются на прямые и косвенные. К прямым методам относятся оптические и все дифракционные методы: рентгенографический, электронно- и нейтронографический; к косвенным — методы, основанные на измерении анизотропии физических, химических и механических свойств.

Оптические методы исследования текстуры основаны на различной скорости травления разных кристаллографических плоскостей. Анализируя углы отражения светового пучка известными обнаженными травлением гранями  $\{hkl\}$  (метод максимального блеска) либо форму и расположение ямок травления с помощью электронного микроскопа [2] или оптического гониометра [3], удается судить об ориентировке отдельных зерен поликристаллического материала. Статистические обработки результаты или построив суммарную стереографическую проекцию, можно определить тип преимущественной ориентировки.

Оптические методы удобны для определения отклонений от известной идеальной ориентировки, когда исследуют крупнозернистый материал с четкой однокомпонентной текстурой, например трансформаторную сталь с ребровой текстурой вторичной рекри-

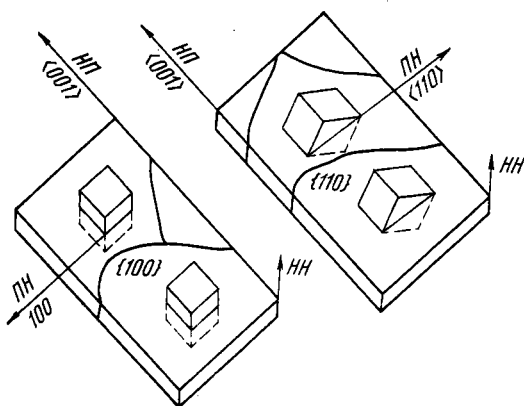


Рис. 4. Схематическое изображение кубической и ребровой текстур прокатанного листа

сталлизации. При этом точность определения достигает  $\pm 1^\circ$ . В случае многокомпонентной, рассеянной текстуры анализ ямок травления разнообразной формы представляет известные затруднения и не дает высокой точности [4]. Для определения текстуры гексагональных материалов этот метод применяют редко, так как поверхность фигур травления может быть образована разными кристаллографическими гранями. Поэтому для изучения текстуры отожженных металлов с гексагональной и тетрагональной решетками используют метод оптической поляризационной микроскопии и цветового травления, основанный на анизотропии поляризации световых волн кристаллами разной ориентировки, дающий точность определения  $\pm 3^\circ$  [5, 6]. Оптические методы малоприменены для определения текстуры сильно деформированных материалов. Недостатком оптических методов является также то, что они позволяют получить сведения об ориентировке зерен, расположенных только на поверхности шлифа.

Косвенные методы удобны для быстрой количественной оценки однокомпонентной текстуры, например в условиях заводского контроля. Из всех косвенных методов наибольшее распространение получил магнитометрический метод, однако он позволяет оценивать текстуру только ферромагнитных и парамагнитных материалов. При этом характер имеющихся ориентировок должен быть заранее известен, поскольку между кривой механического момента, действующего на образец в форме диска в магнитном поле, и пространственным распределением ориентировок нет однозначного соответствия. Наложение нескольких четких ориентировок может дать малый механический момент, как и при слабой текстуре [7]. Получение одинаковой кривой механического момента для двух образцов является необходимым, но недостаточным условием тождественности их текстуры. Поэтому вывод о характере текстуры образца, сделанный только на основании сопоставления кривой механического момента с кривой для эталонного образца, может оказаться ошибочным.

Следует упомянуть о косвенном методе, основанном на анизотропии модуля упругости. Метод пригоден для оценки текстуры как отожженных, так и деформированных материалов и весьма чувствителен к небольшим ее изменениям [8, 9]. Однако ему присущи упомянутые выше недостатки косвенных методов исследования. Необходимо также иметь в виду, что на анизотропию физических и механических свойств могут оказывать влияние неучтенные побочные факторы; например образование ориентированных скоплений дислокаций в сильно деформированных материалах, ориентированных выделений фаз и др.

Основным прямым методом анализа текстуры является рентгенографический, позволяющий определять непосредственно ориентировку граней кристаллитов, участвующих в отражении. С его помощью можно определять текстуру разнообразных материалов, в том числе мелкозернистых деформированных, и получать представление об ориентировке зерен, расположенных не только на поверхности, но и в слое образца толщиной порядка 0,1—0,15 мм. Текстуру образцов большой толщины исследуют послойно. Точность и производительность метода существенно возросли после перехода к дифрактометрической съемке с регистрацией интенсивности излучения с помощью счетчика.

В связи с большим разнообразием исследуемых материалов,

различающихся по типу текстуры, типу кристаллической решетки, величине зерна, поглощающей способности, форме образцов, а также дифференциацией задач текстурных исследований получили развитие разнообразие схемы и способы рентгеновской съемки. Подробному их рассмотрению посвящены гл. II и III.

Отличительной особенностью электронографического метода является то, что в связи с малой длиной волны потока электронов 0,007—0,004 нм и сильным их взаимодействием с веществом объекта можно получить интенсивные рефлексы при меньших размерах кристаллитов и меньшем количестве исследуемого вещества, чем при рентгенографическом методе. Поэтому электронографический метод используют для анализа текстуры очень тонких пленок (порядка 0,01 мкм) и поверхностных слоев. При работе с электронографом применяют два способа съемки: «на просвет» и «на отражение», аналогичные существующим в рентгеновском фотографическом методе. Регистрируемая на пластинку дифракционная картина, полученная от текстурованных мелкодисперсных материалов и приемы ее расшифровки принципиально не отличаются от рассмотренных в гл. II. С учетом особенностей электронографического метода они изложены в работе [10].

При исследовании монокристаллических объектов (величина кристаллитов ~1 мкм в поперечнике и более) в электронографии или под электронным микроскопом получают точечную дифракционную картину, которую можно рассматривать как практически неискаженную проекцию плоскости обратной решетки на плоскость фотопластинки. Чтобы судить о текстуре объекта, применяют «топографический» метод: определяют ориентировку большого числа (порядка 500) отдельных расположенных рядом зерен или субзерен, которую наносят затем на одну суммарную стереографическую проекцию (полусферическую фигуру) [11]. Неточность в определении ориентировки фольги связана с тем, что дифракционные картины сохраняют симметрию, близкую к симметрии плоскостей обратной решетки с низкими индексами, при значительных (до 20 град) отклонениях отражающих плоскостей от истинных углов Вульфа — Брэгга [12]. Точность удается резко повысить, если перейти к количественным измерениям интенсивностей рефлексов и определять их соотношение для двух порядков отражений. Согласно работе [12], измерив величины отношений  $I_{110}/I_{\bar{1}\bar{1}0}$  и  $I_{220}/I_{\bar{2}\bar{2}0}$  для фольги из молибдена, можно получить точность определения ориентировки до 1/10—1/20 град. При топографическом методе число исследованных кристаллитов в  $10^5$ — $10^8$  раза меньше, чем при рентгенографическом, и усреднение данных остается недостаточным для распространения полученных результатов на материал в целом. Кроме того, метод чрезвычайно трудоемкий; им следует пользоваться для решения специфических задач локальных исследований на уровне субзерна, которые невозможно решить другими методами: например, установления ориентационной сопряженности фрагментов кристаллической решетки, определения ориентировки зародышей рекристаллизации и др. Недостатком метода электронографической съемки на отражение является сильное влияние шероховатостей и загрязнений поверхности образцов, это вызывает необходимость тщательной их подготовки и удаления окислов.

В последнее время для исследования текстуры применяется также дифрактометрический нейтронографический метод, при ко-

тором используется поток тепловых нейтронов с длиной волны  $\lambda \approx 0,1$  нм. Схемы съемки при нейтронографическом методе, принципиально не отличаются от применяющихся при рентгеновском дифрактометрическом, однако большая проникающая способность потока нейтронов (линейный коэффициент поглощения на 2—3 порядка ниже, чем для рентгеновских лучей). Наряду с другими особенностями метода, такими как возможность использования широких монохроматизированных первичных пучков (диаметр равен 20 мм) и образцов в форме шара диаметром до 30 мм или кубика, возможность съемки  $1/4$  части полюсной фигуры вследствие достаточного усреднения результатов обуславливают специфику конструкции нейтроновых дифрактометров [13, 14]. Большим преимуществом нейтронографического метода является возможность изучения текстуры крупнозернистых материалов, таких как трансформаторная сталь, отожженная на вторичную рекристаллизацию, что встречает известные затруднения при рентгенографическом методе. Облучаемый объем материала при первом из указанных методов, по крайней мере, на порядок больше. Однако необходимость работы на ядерном реакторе ограничивает применение нейтронографического метода исследования.

### 3. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕКСТУРЫ

Задачей текстурного анализа является получение картины распределения ориентаций кристаллитов в исследуемом объеме образца. Для ее решения в первом приближении достаточно проследить за распределением плоскостей одного типа. Это легко выполнить с помощью сферической проекции нормалей отражающих плоскостей. Для удобства переходят к плоской картине — стереографической проекции плоскостей  $\{hkl\}$  — полюсной фигуре. Оси образца совмещают с взаимно перпендикулярными диаметрами проекций и рассматривают расположение нормалей плоскостей какого-либо типа  $\{hkl\}$  относительно этих осей. Для прокатанного материала важными осями являются: направление прокатки (НП), направление нормали к плоскости прокатки (НН) и поперечное направление (ПН), для проволоки — ось волочения В.

На рис. 5 кристаллографическая плоскость АВ внутри образца 1 находится в отражающем положении, поскольку она расположена под углом  $\theta$  к падающему лучу, удовлетворяющему известному уравнению Вульфа — Брэгга:

$$2d \sin \theta = n\lambda, \quad (1)$$

где  $d$  — межплоскостное расстояние;  $\lambda$  — длина волны

излучения. Дифрагированный луч составляет угол  $2\theta$  с продолжением первичного луча и попадает на плоскость рентгенограммы 2 в точке  $M$ . Нормаль  $N$  к отражающей плоскости  $AB$  пересекает сферу проекций 3 в точке  $P$  и по законам построения стереографической проекции<sup>1</sup>

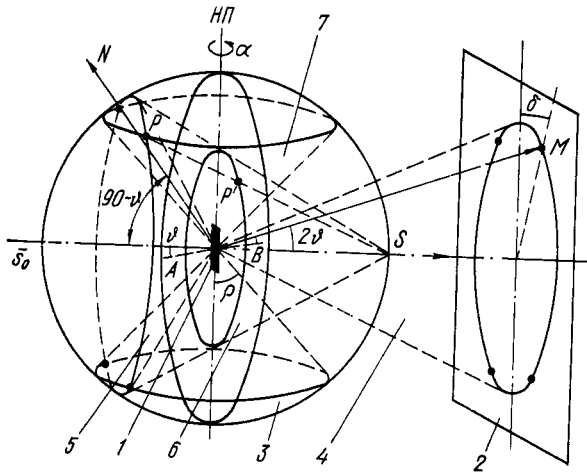


Рис. 5. К рассмотрению основных положений рентгенового метода определения текстуры:

1 — образец; 2 — рентгенограмма; 3 — сфера проекций; 4 — конус отражений; 5 — конус нормалей отражающих плоскостей; 6 — плоскость стереографической проекции (полюсной фигуры); 7 — текстурный конус нормалей

проецируется в точку  $P'$  на экваториальную плоскость проекции, совмещаемую с выбранной плоскостью образца, например с плоскостью прокатки. Падающий, дифрагированный луч и полюс отражающей плоскости  $P$  расположены в одной плоскости. Рассмотрение всех возможных плоскостей, отражающих под углом  $\theta$ , т. е. последовательный поворот плоскости  $AB$  вокруг первичного луча, дает конус отражений 4, угол раствора которого равен  $4\theta$ . Пересечение конуса отражений 4 с плоскостью рентгенограммы 2 дает дебаевское кольцо. Конусу отражений соответствует конус нормалей 5 с углом раствора  $(90^\circ - \theta)$ . Сечение сферы конусом нормалей  $\{hkl\}$  прое-

<sup>1</sup> Для построения стереографической проекции точку  $P$  на сфере соединяют прямой с противоположным полюсом сферы проекций (точкой  $S$ ). Пересечение прямой  $PS$  с экваториальной плоскостью 6 — точка  $P'$  является стереографической проекцией плоскости  $(hkl)$  ( $AB$ ).

цируется на плоскость проекций 6 в виде кольца, отстоящего от края круга проекций на угол  $\theta$ . Таким образом, совокупность плоскостей  $\{hkl\}$ , расположенных в образце под углом  $\theta$  к первичному лучу, дает конус отражений и дебаевское кольцо на рентгенограмме, которым соответствуют сечения сферы конусом нормалей и кольцо на плоскости стереографической проекции (полюсной фигуры).

В том случае, если плоскости  $\{hkl\}$  расположены в образце беспорядочно (отсутствие текстуры), имеется непрерывный их набор при повороте образца вокруг первичного луча и дебаевское кольцо равномерно зачернено. Если же имеется текстура, то интенсивность вдоль дебаевского кольца не будет равномерной, а появятся текстурные максимумы, отвечающие повышенной вероятности расположения плоскостей под некоторыми углами к осям образца. Соответствующие текстурные максимумы возникнут и на кольце полюсной фигуры. Как было показано выше (см. раздел 1), в случае аксиальной текстуры нормали  $\{hkl\}$  образуют систему коаксиальных конусов; один из них 7 и симметричный ему показаны на рис. 5. В материале с аксиальной текстурой в отражающее положение попадут плоскости, нормали которых лежат на пересечении конуса 5 (образуемого нормалью отражающих плоскостей при беспорядочном их распределении) и текстурного конуса 7 (точки, эквивалентные  $P$ ). Этим положениям нормалей соответствуют текстурные максимумы на рентгенограмме (подробнее см. гл. II). В случае текстуры прокатки возникают дополнительные ограничения в расположении нормалей и отражение становится возможным только при некоторых поворотах образца вокруг НП.

При дифрактометрических методах исследования регистрация отражений от плоскостей выбранного типа  $\{hkl\}$  производится счетчиком квантов, установленным неподвижно под углом  $2\theta$  к первичному пучку, т. е. на образующей конуса отражений 4 (см. рис. 5). Регистрация интенсивности вдоль дебаевского кольца (или по кольцу полюсной фигуры) достигается вращением образца вокруг нормали к его плоскости. Обследование всей сферы проекций (последовательный переход к новым ее сечениям) для заполнения полюсной фигуры достигается поворотом образца вокруг другой оси. При этом используются различные схемы съемки, рассмотренные в гл. II и III.

Закономерность расположения текстурных максимумов зависит от типа кристаллической решетки материала рассматриваемых плоскостей  $\{hkl\}$  и характера текстуры. Исходя из знания двух первых факторов, анализируя расположение текстурных максимумов на дебаевских кольцах или полюсных фигурах, определяют преобладающие кристаллографические ориентировки, описывающие текстуру. Для более полного анализа текстуры обычно используют отражения для двух-трех плоскостей с низкими индексами  $\{hkl\}$ . Плоскости с высокими значениями индексов не рассматриваются, поскольку из-за большого фактора повторяемости картина расположения текстурных максимумов становится менее четкой<sup>1</sup>. Кроме того, эти отражения испытывают большее уширение из-за микронапряжений и дисперсности областей когерентного рассеяния.

#### 4. ОПИСАНИЕ ТЕКСТУРЫ

*Прямые полюсные фигуры.* Наиболее распространенным способом описания текстуры служит прямая полюсная фигура (ППФ). Общее представление о ППФ как о стереографической проекции нормалей отражающих плоскостей одного типа  $\{hkl\}$  было дано при рассмотрении основных положений рентгенографического метода определения текстуры (см. рис. 5).

Примером прямых полюсных фигур могут служить рассмотренные в гл. III (см. рис. 33, 48), полученные рентгеновским фото- и дифракционным методами.

Прямая полюсная фигура показывает вероятность, с которой нормаль к кристаллографической плоскости  $\{hkl\}$  совпадает с различными направлениями в исследуемом образце и обозначается индексами  $\{hkl\}$ . Она дает наглядное представление об ориентировках кристаллитов в исследуемом материале. Важно бывает не только определить, каким идеальным ориентировкам соответствуют наиболее интенсивные максимумы на ППФ, но и проследить за формой и интенсивностью областей рассеяния, характеризующих более слабые ориентировки.

*Обратные полюсные фигуры.* Обратная полюсная фигура (ОПФ) представляет собой стандартную стереогра-

<sup>1</sup> Увеличивается число текстурных конусов 7 (см. рис. 5), пересекающих конусы нормалей 5. Это не относится к отражениям порядка  $n > 1$ .

фическую проекцию кристаллической решетки исследуемого материала, на которой нормаль плоскостей придается вес, пропорциональный вероятности совпадения с ними рассматриваемой оси образца (после учета множителя повторяемости). Таким образом, ОПФ показывает распределение интересующей нас оси образца относительно кристаллических осей, т. е. является обратной функцией по отношению к ППФ; координатные оси и анализируемое направление изменены на обратные по сравнению с ППФ.

Экспериментальное определение ОПФ сводится к определению интегральных интенсивностей возможно большего числа рефлексов, вычислению по ним нормированной полюсной плотности и нанесению полученных данных на стандартный стереографический треугольник. Точки с равной полюсной плотностью соединяют изолиниями (см., например, рис. 34).

Методика расчетов впервые была предложена Харрисом [15] и уточнялась в ряде работ; подробно она будет рассмотрена в гл. III, раздел 5. Там же обсуждаются особенности метода ОПФ и его сопоставление с методом ППФ.

*Трехмерные функции распределения ориентировок.* Ориентировка кристаллитов относительно координатной системы образца в принципе является функцией трех переменных. Как ППФ, так и ОПФ представляют собой двумерные проекции трехмерной картины распределения ориентировки кристаллитов в поликристаллическом образце. Для получения более полных сведений о текстуре обычно используют несколько ППФ для разных семейств плоскостей или две-три ОПФ для разных направлений в образце. Однако их сопоставление не дает единой однозначной картины.

Необходимость количественных расчетов соотношения ориентировок и ожидаемой, исходя из текстуры, анизотропии физических свойств поликристаллического материала привела к разработке анализа текстуры с помощью трехмерных функций распределения ориентировки (ФРО) кристаллитов, данные о которых содержатся в полюсных фигурах в неявной форме. Их можно получить аналитически посредством довольно сложных расчетов, сравнительно недавно осуществленных на ЭВМ.

Впервые текстурную функцию ввел А. С. Виглин [16], который показал, что  $f(g)$ , зависящую от ориентировки

$g$ , можно разложить в ряд по обобщенным сферическим функциям

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} C_l^{mn} T_l^{mn}(g). \quad (2)$$

Эти положения получили развитие в работах Бунге [17] и Роэ [18, 19]. Независимо друг от друга они разработали методы аналитического нахождения трехмерной функции распределения ориентировок кристаллитов, исходя из нескольких ППФ, полученных экспериментально.

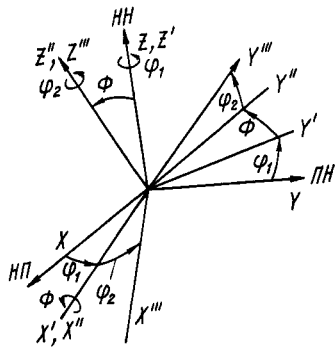


Рис. 6—I. Углы Эйлера  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ , связывающие координатные системы кристаллита ( $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ ) и образца ( $NP$ ,  $PH$  и  $HN$ )

Ориентация осей кристаллита относительно осей прокатанного образца: НП, НН и ПН описывается углами Эйлера:  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ . Пусть в исходном положении оси  $X$ ,  $Y$ ,  $Z$  кристаллита совпадают с осями НП, НН и ПН образца. Последовательные повороты вокруг оси  $Z$  на угол  $\varphi_1$ , вокруг оси  $X'$  на  $\Phi$  и еще раз вокруг  $Z$  в ее новом положении  $Z''$  на  $\varphi_2$  переводят кристаллит в ориентировку  $g$  (рис. 6, по Бунге). Такой

выбор параметров удобен для математической обработки. В ряде работ, где использован метод расчетов по Роэ, приведены другие обозначения углов Эйлера;  $\psi$ ,  $\theta$ ,  $\varphi$ , причем второй поворот производится вокруг оси  $Y$  вместо оси  $X$ . Поэтому при сопоставлении результатов математического анализа текстур необходимо иметь в виду следующие соотношения:

$$\left. \begin{aligned} \psi &= \varphi_1 - \pi/2 \\ \theta &= \Phi \\ \varphi &= \varphi_2 + \pi/2 \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

ФРО выражает вероятность кристаллитов, имеющих ориентировку  $g$ , описываемую углами Эйлера  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ , пропорциональную части объема материала  $dV/V$ :

$$dV/V = f(\varphi_1 \Phi \varphi_2). \quad (4)$$

При рентгеновском и других дифракционных методах исследования отражение от какой-либо кристаллографической плоскости не зависит от вращения в самой плоскости; таким образом, экспериментально удается определить только двумерные функции распределения нормалей к плоскости данного типа (ППФ) и из них вычислить трехмерную ФРО, т. е.

$$P_h(\alpha, \beta) = \int f(\varphi_1 \Phi \varphi_2) d\gamma, \quad (5)$$

где  $\alpha$ ,  $\beta$  — угловые полярные координаты кристаллического направления  $\vec{h}$  по отношению к осям образца;  $\gamma$  — угол вращения вокруг  $\vec{h}$ ;  $P_h$  — прямая полюсная фигура для направления  $\vec{h}$ . Решить уравнение (5) относительно  $f$ , если известно несколько  $P_h$  для разных  $\vec{h}$ , можно разложением в ряд по обобщенным сферическим функциям.

Результаты расчетов обычно представляют графически в виде сечений эйлерова пространства (при постоянных значениях одного из углов), на которые нанесены уровни равной вероятности ориентировок (см., например, рис. 84 и 91). Любая ориентировка  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$  изображается точкой в эйлеровом пространстве, что облегчает количественный анализ даже слабых ориентировок.

Анализ проводится с помощью специальных карт (рис. 6-II). Подробнее описано в гл. VI (с. 171).

Существует и другой метод расчета ФРО. Он заключается в определении ориентировок большого числа отдельных кристаллитов и нахождении частоты данной ориентировки [20]. Однако способ получения исходных данных очень трудоемкий и не удовлетворяет требованиям автоматизации эксперимента.

С помощью анализа ФРО развиты новые представления о текстуре различных материалов, о текстурных переходах и природе ряда процессов, протекающих в металлах и сплавах (см. гл. VII). Важным преимуществом метода ФРО является возможность расчета анизотропии пластических и других свойств материалов.

Наряду с указанными достоинствами метод ФРО имеет ряд недостатков. Сюда относятся необходимость использования ЭВМ с большой памятью, сложность математического аппарата. Кроме того, ФРО рассчитывают по нескольким ППФ, минимальное количество которых определяется симметрией исследуемого материала. Для материалов с кубической решеткой требуется сбор дан-

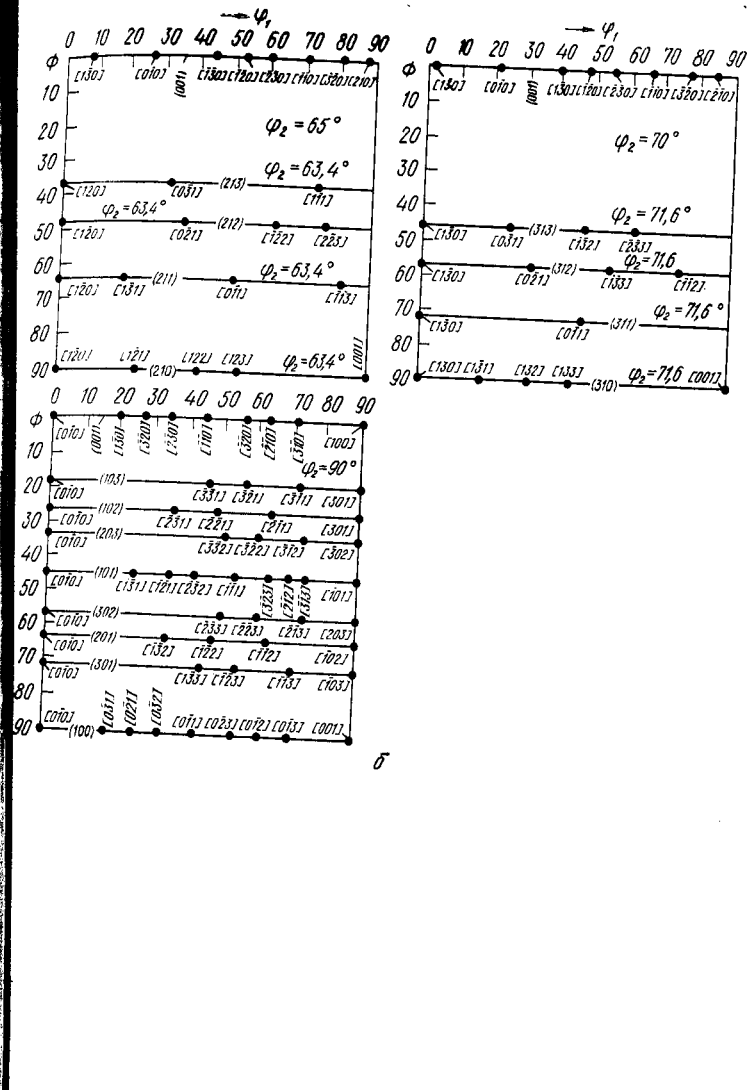
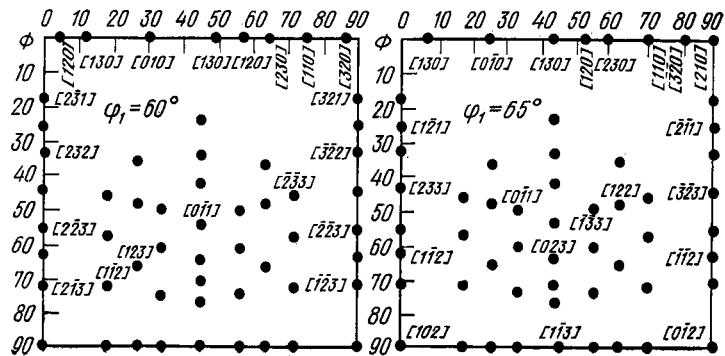
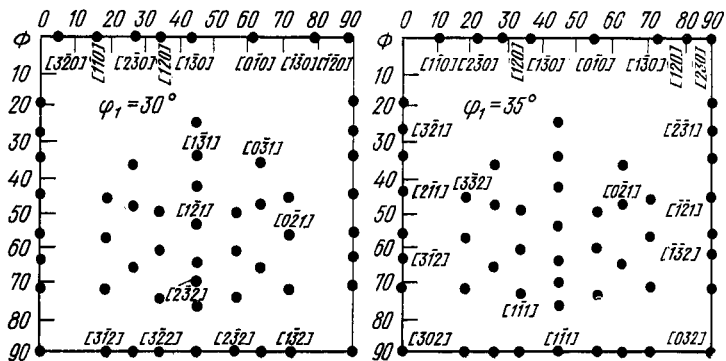
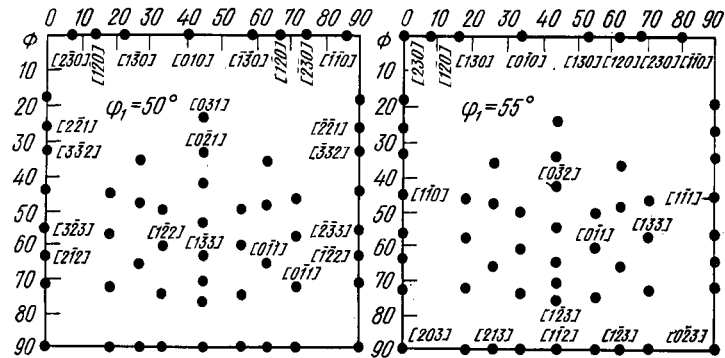
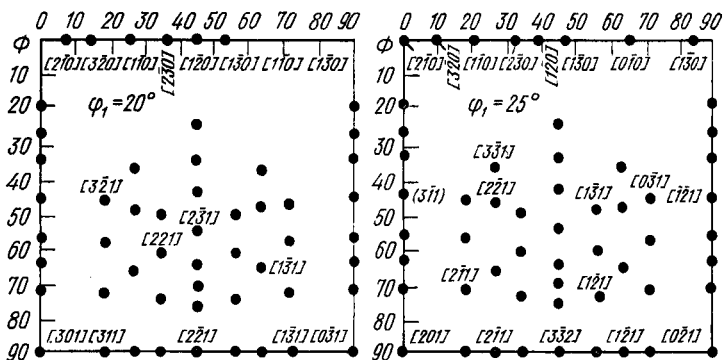
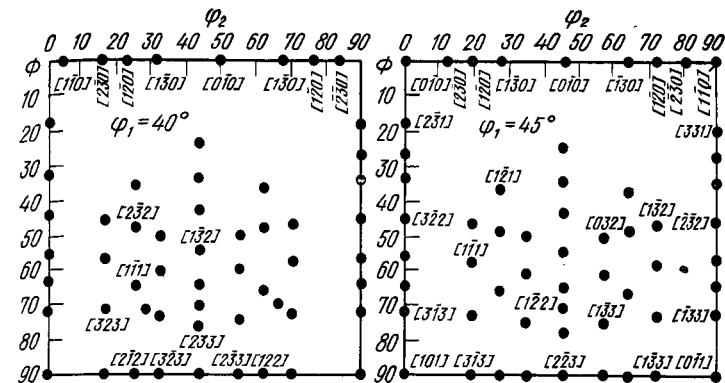
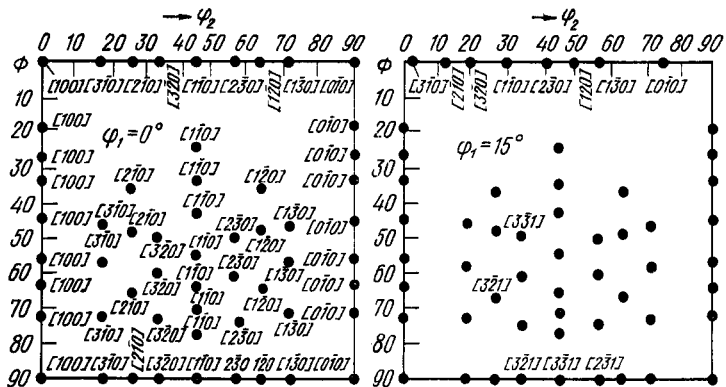


Рис. 6—II. Карты положений идеальных ориентировок в сечениях трехмерного пространства;

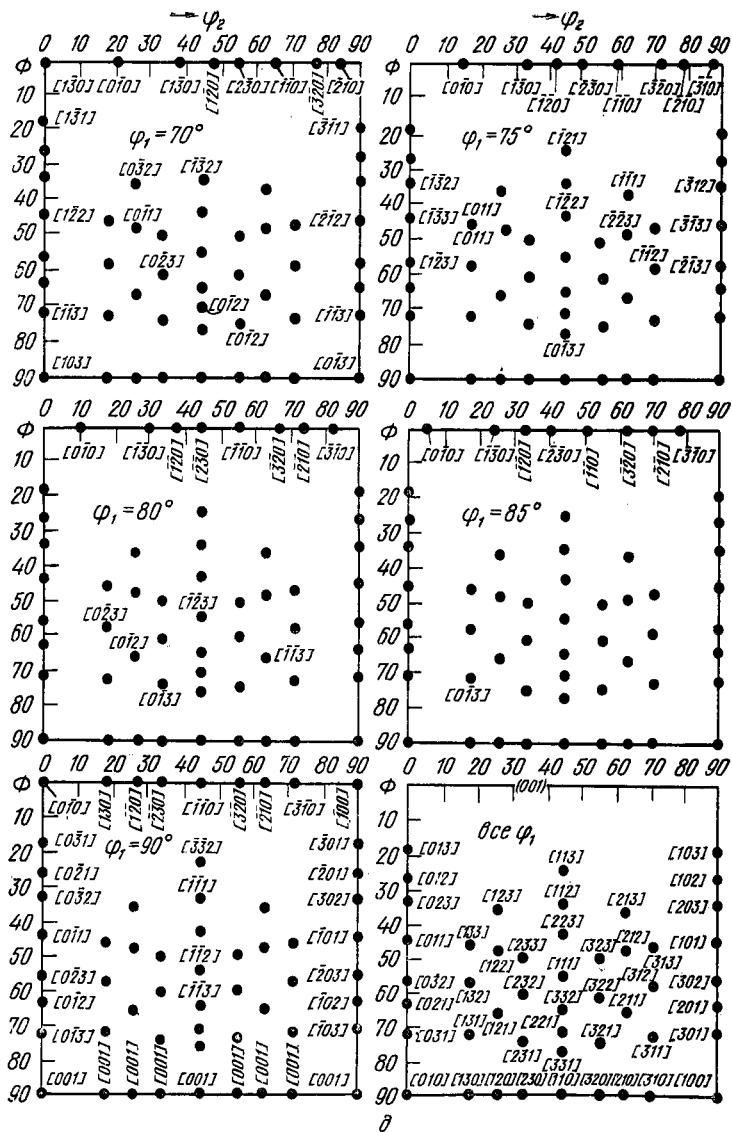
a—b — для г. ц. к. при  $\varphi_2 = \text{const}$ ; в—д — для о. ц. к. при  $\varphi_1 = \text{const}$



6

2





ных не менее чем для трех полюсных фигур разных  $\{hkl\}$ , т. е. затрата весьма продолжительного времени. В связи с этим метод ФРО целесообразно применять только при необходимости тонкого анализа текстуры. Метод расчетов ФРО подробнее будет рассмотрен в гл. VI.

### 5. СИММЕТРИЯ ТЕКСТУРЫ

Проявление законов симметрии во внешней границе кристаллов и в строении кристаллической решетки является отображением общего закона природы — стремления к равновесию, устойчивости, минимуму энергии. Законам симметрии подчиняется и текстура, поскольку она возникает в результате взаимодействия симметрии поля и кристалла. При этом поле может быть как внешним, так и внутренним.

Впервые И. П. Талашкевичем было предложено распространить симметричное описание напряженных состояний на преимущественную ориентировку кристаллов металла, испытывавшего обработку давлением [21]. Под симметрией полей напряжений понимается симметрия соответствующих им тензоров напряжений второго ранга. Теоретически эта задача была решена на основе принципа суперпозиций групп симметрии (ГС) Кюри, согласно которому результирующая ГС двух взаимодействующих объектов определяется как общая высшая подгруппа ГС каждого из них [22]. Было показано, что множество полей напряжений и, следовательно, всех возможных типов текстуры обработки металлов и сплавов должно принадлежать по своей симметрии к одной из 14 точечных групп:  $\infty/\infty:m$ ;  $m \cdot 2:m$ ;  $m \cdot \infty:m$ ;  $2:m$ ;  $\bar{2}$ ;  $\infty/\infty$ ;  $\infty:2$ ;  $2:2$ ;  $4:m$ ;  $4$ ;  $2:m$ ;  $2$ ;  $m$  и  $1^*$ . Однако кристаллический материал при этом рассматривался как квазиизотропное тело [23].

Значительным шагом вперед явилось теоретическое изучение поведения кристаллов разных сингоний в полях различной симметрии. В. И. Славов<sup>1</sup> и Я. Д. Вишняков проанализировали возможность взаимодействия полей 14 ГС с кристаллической решеткой семи сингоний [24]. Было установлено, что суммарное число элементарных текстур, отвечающих полям всех ГС, равно 230 — числу федоровских пространственных групп симметрии. Под элементарной текстурой подразумевается текстура с наиболее простыми индексами. Она является началом бесконечного ряда более сложных типов текстуры или мультиплетов, принадлежащих одной группе симметрии текстуры (ГСТ), которая характеризуется определенной закономерностью кристаллографических индексов. Из 230 ГСТ 58 относятся к полям плоскостной и 172 — к полям осевой симметрии.

\* Приняты обозначения групп симметрии по А. В. Шубникову:  $\infty$  — ось симметрии бесконечного порядка, цифры без черты — простая ось, а с чертой — зеркальная ось симметрии соответствующего порядка;  $m$  — плоскость симметрии. Точка между символами двух элементов симметрии означает их параллельность, а двоеточие — перпендикулярность, косая черта — наклон друг к другу.

<sup>1</sup> Славов В. И. Исследование симметрии текстуры в кристаллических материалах. Автореф. канд. дис. М., 1974.

Рассмотрение ГСТ позволяет объяснить происхождение ориентировок, прогнозировать в общем виде текстуры, если известна симметрия полей воздействия на данный материал, или, наоборот, определять симметрию поля по известной текстуре.

Из анализа симметрии текстуры следует, что стабильность некоторых ориентировок кристаллов при обработке давлением обусловлена соответствием их исходной ГСТ симметрии поля. Заслуживает внимания предположение о том, что после прокатки небольшие объемы решетки металла могут иметь ориентировки, соответствующие полям осевой симметрии, и, поскольку к последним относятся все тепловые поля, характеризующиеся градиентом температуры, эти участки решетки могут служить зародышами рекристаллизации и определять текстуру рекристаллизации. Вопросы симметрии текстуры достаточно полно освещены в работе [24].

## Глава II ФОТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕКСТУРЫ

### 1. АКСИАЛЬНАЯ ТЕКСТУРА

**Съемка рентгенограмм.** Рассмотрим разные схемы съемки аксиально текстурированных образцов, например проволоки после волочения.

Прямая съемка на плоскую пленку. Рентгенограммы от текстурированных образцов для интерференций с малыми углами  $\vartheta$  наиболее часто снимают в камере прямой съемки на плоскую пленку (рис. 7). Образец обычно устанавливают вертикально, так, чтобы ось образца ( $B$ ) была строго перпендикулярна падающему пучку рентгеновских лучей  $\bar{S}_0$ . Лишь в этом случае дифракционная картина будет симметричной относительно вертикальной и горизонтальной линий рентгенограммы (рис. 7,  $a - \varepsilon$ ).

Как было показано в разделе 3, гл. I, при съемке аксиально текстурированного образца на монохроматическом излучении нормали  $N_{hkl}$  являются одновременно образующими двух конусов с углами полураствора  $(90^\circ - \vartheta)$  и  $\rho$ , оси которых в общем случае непараллельны друг другу. Этим нормалью отвечает отраженные лучи  $\bar{S}'$ , приводящие к появлению текстурных максимумов на линиях рентгенограммы.

Рассмотрим интерференционную картину для разных углов  $\vartheta$  при условии, что ось  $B$  перпендикулярна падающим лучам  $\bar{S}_0$ , т. е. оси указанных конусов также перпендикулярны друг другу (рис. 7,  $a - \varepsilon$ ):

а)  $\rho > \vartheta \neq 90^\circ$ . При этом оба конуса нормалей пересекаются по четырем общим образующим и им соответствуют четыре отраженных луча  $\bar{S}'$  (рис. 7,  $a$ ):

б)  $\rho = 90^\circ$ . При этом плоскости  $\{hkl\}$  параллельны оси  $B$  и конус нормалей с углом полураствора  $\rho$  соответствует плоскости, которая пересекает «конус отражения» только по двум образующим,

«расположенным» на горизонтали. В этом случае вместо четырех максимумов на кольце получаются два, лежащие на горизонтальной линии пленки (рис. 7,  $b$ );

в)  $\rho = \vartheta$ . При такой особой ориентации конусы нормалей с углами полураствора  $(90^\circ - \vartheta)$  и  $\rho$  касаются друг друга по образующим (рис. 7,  $\varepsilon$ ). В отражающем положении оказываются плоскости  $\{hkl\}$ , расположенные под углом  $(90^\circ - \vartheta)$  к оси  $B$  и на кольце рентгенограммы получаются только два пятна, расположенные на вертикали пленки;

г)  $\rho < \vartheta$ . При этом для малых углов  $\vartheta$  плоскости  $\{hkl\}$  почти перпендикулярны пленке, конусы с углами полураствора  $(90^\circ - \vartheta)$

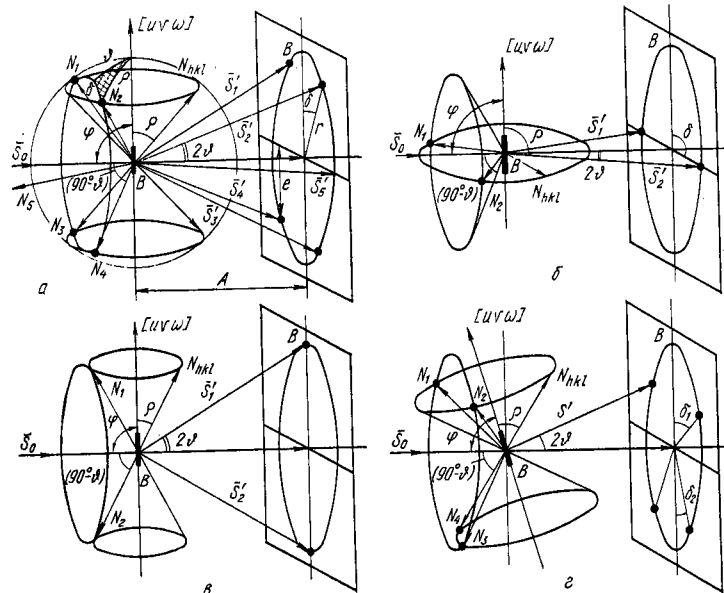


Рис. 7. Зависимость положения текстурных максимумов на кольце рентгенограммы от условий съемки:

$a, b, \varepsilon - \psi = 90^\circ$ ;  $\varepsilon - \psi \neq 90^\circ$  (косая съемка);  $a - \rho > 90^\circ - \vartheta$ ;  $b - \rho = 90^\circ$ ;  $\varepsilon - \rho = 90^\circ - \vartheta$ ;  $\varepsilon - \psi \neq (90^\circ - \vartheta) + \rho$

и  $\rho$  не пересекаются друг с другом и при резкой, однокомпонентной текстуре интерференций на пленке вообще не будет. Отражения от таких плоскостей возможны только при «косой» съемке, когда ось  $B$  не перпендикулярна лучам  $\bar{S}_0$  (рис. 7,  $\varepsilon$ ).

Угол  $\vartheta$  связан с радиусом дебаевского кольца  $r$  на рентгенограмме и расстоянием  $A$  от образца до пленки соотношением

$$\operatorname{tg} 2\vartheta = r/A. \quad (6)$$

Так как размеры пленки ограничены, то практически не удается получить линии с углами  $\vartheta$  более  $35^\circ$ . Съемку удобнее проводить

в камере с изменяющимся расстоянием  $A$ . Можно воспользоваться камерой РКСО, однако для нее  $A = \text{const} = 40,5$  мм, поэтому при  $r_{\text{max}} = 45$  мм угол  $\varphi$  не должен превышать  $\sim 24^\circ$ . В этом случае для получения на пленке нескольких интерференционных колец используют жесткое молибденовое излучение (рис. 8). Чем больше степень текстурованности и меньше рассеяние текстуры, тем меньше протяженность текстурных максимумов на линии рентгенограммы.

Съемка в аксиальной камере. Лучи  $\bar{S}_0$  направлены вдоль оси камеры перпендикулярно оси образца  $B$  (рис. 9, а). Пос-

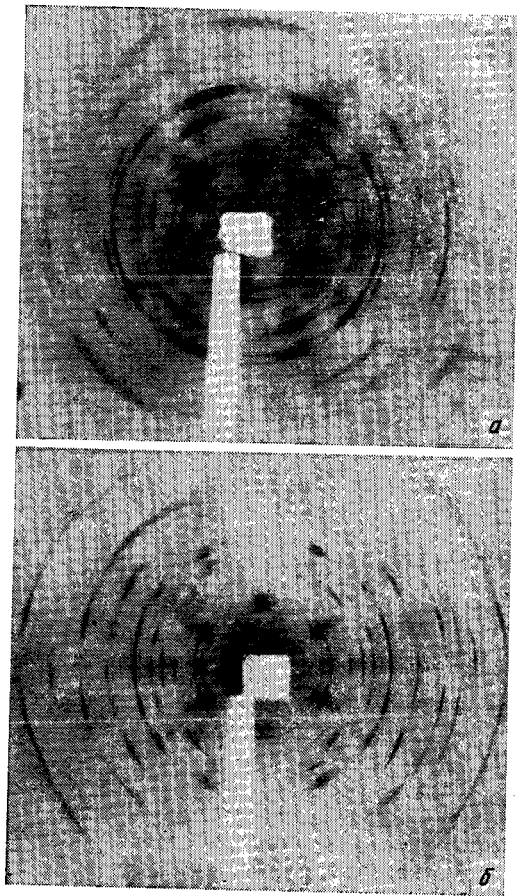


Рис. 8. Рентгенограммы проволоки из алюминия (г. ц. к. решетка) (а) и вольфрама (о. ц. к. решетка) (б). (Прямая съемка; излучение  $\text{Mo}$ ; степень деформации 80–90%)

ле распрямления пленки, изогнутой по цилиндру, дебаевские кольца приобретают форму прямых линий.

Угол  $\varphi$  связан с диаметром камеры  $D_K$  и расстоянием  $A$  от образца до линии  $(HKL)$ , измеренным по образующей соотношением

$$\text{tg } 2\varphi = D_K / 2A. \quad (7)$$

Прямая съемка в дебаевской камере (типа РКД). Лучи  $\bar{S}_0$  направлены перпендикулярно оси изгиба пленки по цилиндру. При съемке «на прохождение» столбика, который «омывают» падающие лучи, или тонкой фольги пучок  $\bar{S}_0$  падает перпендикулярно оси  $B$  (рис. 8, б).

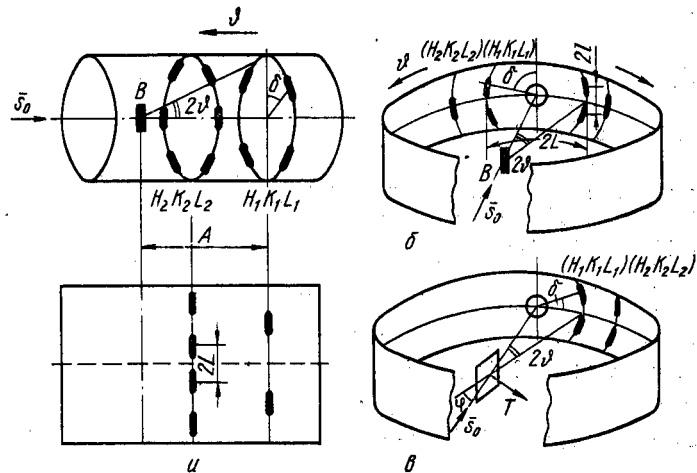


Рис. 9. Схемы съемки рентгенограмм образцов с аксиальной текстурой ( $B$  — ось образца):

а — съемка в аксиальной камере; б — съемка в дебаевской камере «на просвет»; в — съемка на отражение.

При съемке «на отражение», которая часто используется, например, для анализа аксиальной текстуры тонких электролитически и вакуумноосажденных слоев на массивной подложке, лучи  $\bar{S}_0$  направляются под углом  $\varphi$  к плоской поверхности образца (рис. 8, в). Угол  $\varphi$  для линии  $(HKL)$  рентгенограммы, снятой в дебаевской камере, связан с диаметром камеры  $D_K$  и расстоянием  $2L$  между анализируемыми симметричными дугами при съемке «на прохождение» [или с расстоянием  $L$  между следом падающего луча на пленке и дугой  $(HKL)$  при съемке «на отражение»] соотношением

$$\varphi_{\text{град}} = 2L \cdot 57,3 / D_K. \quad (8)$$

Для стандартной дебаевской камеры ( $D_K = 57,3$  мм) 1 мм дуги, измеренный на пленке, соответствует одному градусу по углу  $\varphi$ . Анализ текстуры по рентгенограмме, снятой в дебаевской ка-

мере, имеет существенный недостаток, обусловленный ограниченной шириной пленки, благодаря чему на ней получается только часть дебаевского кольца. Для уменьшения этого недостатка используют камеру со специальной кассетой с увеличенной образующей для цилиндрически изогнутой пленки (например, до 100 мм [25] против 15—25 для обычных камер РКД).

**Определение ориентировки.** Расположение текстурных максимумов на линиях рентгенограммы аксиально текстурованного поликристаллического образца следует из анализа дифракционной картины, сходной с картиной для вращающегося монокристалла, ось вращения которого соответствует оси текстуры  $\langle uvw \rangle$ .

Простой способ определения индексов оси текстуры  $\langle uvw \rangle$  основан на вычислении угла  $\rho$  между нормалью  $N_{hkl}$  к анализируемым плоскостям  $\{hkl\}$  и искомым направлением  $\langle uvw \rangle$ , параллельным оси образца  $B$ .

При прямой съемке на плоскую пленку и в аксиальной камере (см. рис. 7, а и 9, а) угол  $\rho$  находят по формуле

$$\cos \rho = \cos \delta \cos \varphi, \quad (9)$$

представляющей собой уравнение косинусов углов для сферического треугольника (на рис. 7 заштрихован).

При «косой» съемке на плоскую пленку, когда лучи  $\bar{S}_0$  составляют угол  $\varphi$  с осью образца  $B$ , расположение текстурных максимумов на дебаевском кольце относительно горизонтальной линии на рентгенограмме не симметрично (см. рис. 7, в). Угол  $\rho$  находят по формулам Поляни<sup>1</sup>:

$$\text{для верхней части рентгенограммы} \\ \cos \rho = \cos \delta_1 \cos \vartheta \sin \varphi + \sin \vartheta \cos \varphi, \quad (10)$$

$$\text{для нижней части рентгенограммы} \\ \cos \rho = \cos \delta_2 \cos \vartheta \sin (180^\circ - \varphi) + \sin \vartheta \cos (180^\circ - \varphi). \quad (11)$$

При съемке в дебаевской камере на прохождение (рис. 9, б) угол  $\rho$  согласно [1, 42] может быть определен по формуле

$$\cos \rho = 2l / \left( 2 \sin \vartheta \sqrt{4l^2 + D_K^2} \right), \quad (12)$$

где  $2l$  — расстояние между серединами симметричных текстурных максимумов, расположенных по разные стороны от центральной линии на пленке.

Углы  $\vartheta$  для разных линий рентгенограммы определяют по формулам (6)—(8) в зависимости от вида камеры. Затем проводят индексирование линий  $\{HKL\}$  рентгенограммы.

Углы  $\vartheta$  измеряют на пленке или определяют по формулам, приведенным ниже. При прямой съемке на плоскую пленку

$$\cos \delta = l / (A \operatorname{tg} 2\vartheta), \quad (13)$$

где  $l$  — расстояние от середины текстурного максимума до горизонтали, проходящей через центр рентгенограммы (см. рис. 7, а).

$$\text{При съемке в аксиальной камере} \\ \delta = 2l \cdot 57,3 / D_K, \quad (14)$$

где  $2l$  — расстояние между серединами текстурных максимумов на линии  $\{HKL\}$  (см. рис. 9, а). Для камеры стандартного диаметра ( $D_K = 57,3$  мм) 1 мм вдоль дебаевского кольца соответствует  $2^\circ$  углу  $\delta$ .

При съемке в дебаевской камере на отражение (см. рис. 9, в), при которой лучи  $\bar{S}_0$  падают под углом  $\psi$  к поверхности образца, перпендикулярной оси текстуры  $T$ , текстурные максимумы расположены только в одной части пленки, так как вторая заслонена образцом. В этом случае угол  $\rho$  находят по формуле (10), а угол  $\delta$  — из соотношения

$$\sin \delta = 2l / \left( \sin 2\vartheta \sqrt{4l^2 + D_K^2} \right) \quad (15)$$

(см. работу [25, с. 54—57]).

Зная углы  $\rho$  для нескольких текстурных максимумов каждого дебаевского кольца  $\{HKL\}$ , можно определить искомое направление  $\langle uvw \rangle$  — ось текстуры.

Для материалов с кубической решеткой индексы нормалей  $N_{hkl}$  совпадают с индексами плоскостей  $\{hkl\}$ . Поэтому, сопоставляя найденные углы  $\rho$  с углами между плоскостями в кубической решетке (табл. 1 Приложения), можно непосредственно установить индексы  $\langle uvw \rangle$ . Для этой же цели можно воспользоваться формулой

$$\cos \rho = \frac{hu + kv + lw}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}. \quad (16)$$

Подставляя в нее конкретные индексы плоскостей  $\{hkl\}$ , входящих в совокупность  $\{hkl\}$ , подбирают индексы  $\langle uvw \rangle$ , для которых углы  $\rho$  совпадают с определенными по рентгенограмме. Задача облегчается, если учесть, что осями текстуры в материалах с кубической решеткой являются направления с низкими индексами:  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 112 \rangle$  и т. п.

В кристаллической решетке некубической симметрии (гексагональной, тетрагональной и др.) индексы нормалей в общем случае не совпадают с индексами соответствующих им плоскостей<sup>1</sup>. В этих случаях, как правило, ограничиваются определением индексов плоскостей, перпендикулярных оси текстуры, с помощью таблиц углов между плоскостями (например, табл. 10 Приложения для г. п. решетки) или соответствующих формул<sup>2</sup>.

Наличие на одном дебаевском кольце более четырех текстурных максимумов с разными углами  $\delta$ , а следовательно, и  $\rho$  может быть как в случае многокомпонентной, так и однокомпонентной текстуры. Различить эти виды текстуры удается на том основании, что расчет оси текстуры, проведенный для разных линий рентгенограммы  $\{HKL\}$ , при однокомпонентной текстуре должен дать одну и ту же совокупность  $\langle uvw \rangle$ , а при многокомпонентной — разные.

Рассеяние текстуры  $\Delta\rho$ , приводящей к увеличению протяженности текстурных максимумов, можно определить из их угловой ши-

<sup>1</sup> См. подробнее ниже.

<sup>2</sup> См. формулу (34).

<sup>1</sup> См. работу [26, с. 511, 512].

рины по формуле (17), которая получена дифференцированием формулы (9) по углам  $\rho$  и  $\delta$ :

$$\Delta\rho = (\sin\delta \cos\phi) \Delta\delta / \sin\rho. \quad (17)$$

Характерные виды аксиальной текстуры для материалов с разным типом решетки приведены в табл. 7 Приложения.

Метод косо́й съемки можно использовать для непосредственного определения оси текстуры  $\langle uvw \rangle$ . Для этого снимают серию рентгенограмм при различных углах  $\phi$ . Если для какого-то угла  $\phi$  в отражающем положении окажутся плоскости  $\{hkl\}$ , расположенные в образце перпендикулярно оси  $B$ , то угол  $\phi = 90^\circ - \theta$  и текстурный максимум появляется на вертикальном диаметре анализируемого

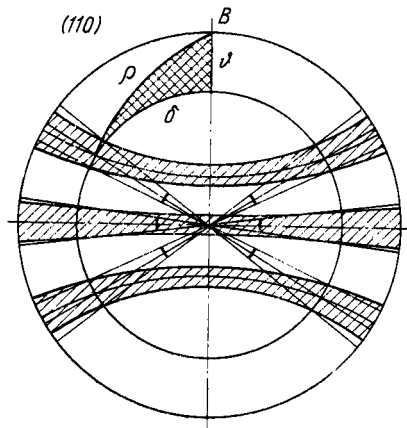


Рис. 10. Схема построения полюсной фигуры для аксиальной текстуры

кольцах отсутствует. Последовательное выявление всех отражений, составляющих полную дифракционную картину, возможно на серии из 6 или 12 снимков, сделанных соответственно через 60 или 30° поворота образца вокруг его оси.

**Построение полюсных фигур и их анализ.** Построение прямой полюсной фигуры (ППФ) выполняется на кальке с помощью сетки Вульфа. Если при съемке ось образца была перпендикулярна лучам  $\bar{S}_0$ , то проекция оси  $B$  на пленку обычно совмещается с вертикальной линией (рис. 10). Текстурные максимумы переносятся на кальку. От внешнего круга проекции диаметром 200 мм на кальку откладывают угол  $\phi$  и радиусом, соответствующим  $90^\circ - \phi$ , чертят окружность, концентрическую по отношению к кругу проекции. Через точку пересечения этой окружности с лучом, идущим из центра рентгенограммы в середину данного текстурного максимума, проводят параллель. Исходя из симметрии поля деформации относительно оси  $B$ , строят симметричную параллель на нижней половине полюсной фигуры. Эти параллели и представляют собой ППФ нормалей  $N_{hkl}$  для идеальной текстуры.

кольца  $\{HKL\}$ . При этом для кубической решетки индексы  $\{hkl\}$ , соответствующие анализируемой интерференции  $\{HKL\}$ , и будут определять индексы оси текстуры  $\langle uvw \rangle$ .

Возможна неполная аксиальная текстура, отличительной чертой которой является некоторое ограничение вращения вокруг оси образца, т. е. не все ориентировки кристаллитов вокруг этой оси реализуются. Такая текстура возникает под действием поля, симметрия которого несколько отличается от одноосной, что может иметь место, например, при экструдировании. При этом дифракционная картина также становится асимметричной и часть отражений на дебаевских

выявление всех отражений, составляющих полную дифракционную картину, возможно на серии из 6 или 12 снимков, сделанных соответственно через 60 или 30° поворота образца вокруг его оси.

**Построение полюсных фигур и их анализ.** Построение прямой полюсной фигуры (ППФ) выполняется на кальке с помощью сетки Вульфа. Если при съемке ось образца была перпендикулярна лучам  $\bar{S}_0$ , то проекция оси  $B$  на пленку обычно совмещается с вертикальной линией (рис. 10). Текстурные максимумы переносятся на кальку. От внешнего круга проекции диаметром 200 мм на кальку откладывают угол  $\phi$  и радиусом, соответствующим  $90^\circ - \phi$ , чертят окружность, концентрическую по отношению к кругу проекции. Через точку пересечения этой окружности с лучом, идущим из центра рентгенограммы в середину данного текстурного максимума, проводят параллель. Исходя из симметрии поля деформации относительно оси  $B$ , строят симметричную параллель на нижней половине полюсной фигуры. Эти параллели и представляют собой ППФ нормалей  $N_{hkl}$  для идеальной текстуры.

Для реального аксиально текстурованного образца всегда имеется рассеяние текстуры, приводящее к увеличению протяженности текстурных максимумов, поэтому проводят параллели для прямых, проходящих из центра рентгенограммы в начало и конец текстурного максимума. ППФ будет состоять из поясов, полуширина которых в градусах ( $\Delta\rho$ ), измеренная с помощью сетки Вульфа, и определяет рассеяние.

## 2. ОБРАТНАЯ РЕШЕТКА ТЕКСТУРОВАННЫХ ОБРАЗЦОВ

Дифракционная картина для текстурованного образца может быть представлена с помощью обратной решетки.

По условию построения обратной решетки радиус вектор  $\bar{r}^*$ , проведенный из нулевого узла (000) в узел обратной решетки с координатами  $(HKL)$ , ( $H=hn$ ;  $K=kn$ ;  $L=ln$ ), перпендикулярен соответствующим кристаллографическим плоскостям  $(hkl)$  (рис. 11), а модуль  $|\bar{r}^*|$  обратно пропорционален межплоскостному расстоянию  $d_{hkl}$  для этих плоскостей ( $|\bar{r}^*| = n/d_{hkl}$ ).

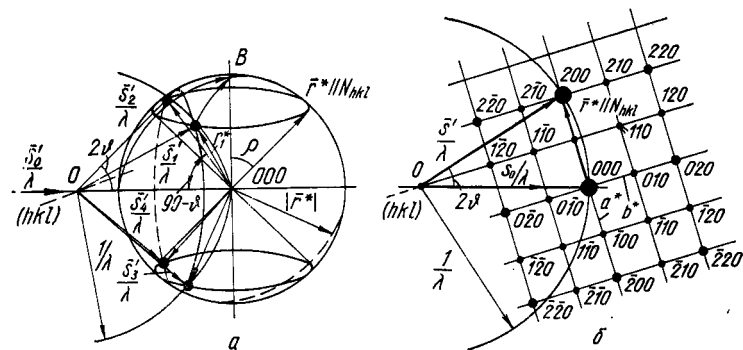


Рис. 11. Интерференционная картина в обратной решетке идеально текстурованных образцов:

$a$  — аксиальная текстура;  $b$  — текстура прокатки

Для получения интерференции от узла  $(HKL)$  (от плоскостей  $\{hkl\}$  с порядком отражения  $n$ ) на монохроматическом излучении с длиной волны  $\lambda$  необходимо пересечение узла  $(HKL)$  со сферой Эвальда. Сфера Эвальда (сфера распространения) радиуса  $(1/\lambda)$  строится так, что она касается нулевого узла (000), а ее центр  $O$  лежит на падающем луче  $\bar{S}_0$ .

Для нетекстурованного поликристаллического образца, в котором анализируемые плоскости  $\{hkl\}$  хаотично расположены в пространстве, соответственно и конец радиуса-вектора  $\bar{r}^*$  описывает сферу, радиуса  $|\bar{r}^*|$  с центром в (000). При этом сфера Эвальда

пересекает сферу радиуса  $|\vec{r}^*|$  по окружности (по срезу сферы проекции), а отраженные лучи  $S'$  равномерно расположены по образующим поверхности конуса отражения с углом полураствора  $2\theta$  и осью, совпадающей с  $\vec{S}_0$ .

Для аксиально текстурованного образца нормаль  $N_{hkl}$  к плоскостям  $\{hkl\}$ , а следовательно, и радиус-вектор  $\vec{r}^*$  принимает уже не любое положение, а может быть направлен только по образующим конуса с углом полураствора  $\rho$  и осью, параллельной оси образца  $B$ . В этом случае отраженные лучи также соответствуют не любым образующим на «конусе отражения», а в общем случае только четырем, идущим в точки одновременного пересечения: сферы Эвальда, сферы радиуса  $|\vec{r}^*|$ , конуса с углом полураствора  $\rho$  (рис. 11, а).

Прокатанный материал с однокомпонентной идеальной текстурой подобен соответствующим образом ориентированному квазимонористаллу. Поэтому интерференционная картина в обратном пространстве для него сходна с картиной для неподвижного монокристалла на монохроматическом излучении. При этом на сферу Эвальда должны попасть только определенные узлы неподвижной обратной решетки (например, выделенные узлы (200) на рис. 11, б при изучении текстуры по линиям (200). Пересечение этих узлов обратной решетки со сферой Эвальда возможно при измерении положения образца (обратной решетки) относительно падающих лучей  $\vec{S}_0$ .

### 3. ТЕКСТУРА ПРОКАТКИ

*Оценка текстуры прокатки по единичной рентгенограмме.* Качественный анализ и полуколичественная оценка соотношения ориентировок могут быть проведены по единичной рентгенограмме, снятой на просвет на плоскую пленку или в аксиальной камере при перпендикулярном падении лучей на образец. Для съемки на плоскую пленку выбирают жесткое молибденовое излучение, позволяющее зарегистрировать несколько дебаевских колец (рис. 12), что дает возможность судить о расположении текстурных максимумов одновременно в нескольких сечениях сферы проекций (см. гл. I, раздел 3). Благодаря рассеянию текстуры, которое достигает иногда  $\pm 15^\circ$  в широтном направлении, в исследуемые сечения попадают близлежащие максимумы идеальных ориентировок, что облегчает анализ текстуры этим методом.

Предварительно для известных идеальных ориентировок анализируется положение текстурных максимумов на дебаевских кольцах (углы  $\delta$ ). Оно может быть получено графически переносом по параллелям сетки Вульфа выходов  $\{h_i k_i l_i\}$  рассматриваемой ориентировки, скопированных со стандартной проекции кристалла, на кольцо, отстоящее от внешнего круга проекции на угол  $\theta_{h_i k_i l_i}$  (см. рис. 5). При этом рассматриваются только те выходы  $h_i k_i l_i$ , расстояние от которых до кольца  $\theta_{h_i k_i l_i}$  по параллелям составляет менее  $\pm 15^\circ$ ; появление максимумов, для которых угол рассеяния  $\geq \pm 15^\circ$ , маловероятно.

Для качественного анализа текстуры сопоставляют расположение текстурных минимумов на дебаевских кольцах рентгенограм-

мы с полученными для идеальных ориентировок. Для полуколичественной оценки сравнивают интенсивность текстурных максимумов, принадлежащих разным ориентировкам.

Индексы направления  $[uvw]$ , совпадающего с НП, также могут быть рассчитаны для металлов с кубической решеткой. Как и в случае аксиальной текстуры, используют формулы (9) и (16). Проиндицировав дебаевские кольца на рентгенограмме, находят углы  $\theta$ . Далее, измерив углы  $\delta$ , рассчитывают углы  $\rho$ . Затем, зная

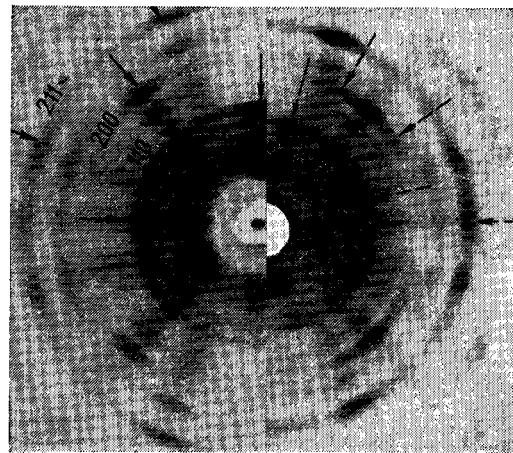


Рис. 12. Рентгенограммы сплава Fe—64% Co, прокатанного с обжатием 96,7% (слева) и отожженного при  $810^\circ\text{C}$ , 5 ч (справа). Излучение Mo. Стрелками указаны максимумы ориентировок: сплошными —  $\{100\} \langle 011 \rangle$ , пунктирными —  $\{112\} \langle 351 \rangle$

индексы  $\langle h_i k_i l_i \rangle$  и угол  $\rho$ , по формуле (16) определяют искомые индексы  $[uvw]$ .

Если нормаль отражающей плоскости параллельна НП ( $\rho=0^\circ$ ,  $\cos \rho=1$ ), то  $\cos \delta = \cos \rho / \cos \theta > 1$ , т. е. отражение на дебаевском кольце не регистрируется. Чтобы получить отражение для  $\rho=0^\circ$ , надо наклонить образец вокруг горизонтальной оси ПН на небольшой угол. Наилучший результат получается при наклоне на угол  $\theta$ , когда конус отражений пересечет ось текстуры.

На рис. 12 приведены рентгенограммы сплава Fe—64% Co, имеющего о.ц.к. решетку. На рентгенограмме деформированного образца наиболее яркие максимумы принадлежат ориентировке  $\{100\} \langle 011 \rangle$ . На кольце  $\{110\}$  отчетливо виден максимум при  $\delta=0^\circ$ , поскольку образец был установлен не вполне симметрично (имелось небольшое отклонение от вертикальной плоскости). На симметричной рентгенограмме отожженного образца (рис. 12, справа) максимум при  $\delta=0^\circ$  ( $180^\circ$ ) отсутствует, хотя остальные максимумы ориентировок  $\{100\} \langle 011 \rangle$  имеют высокую интенсивность.

Кроме того, имеются максимумы других ориентировок; наиболее интенсивные соответствуют ориентировке  $\{112\} <351>$  (отмечены пунктирными стрелками). При съемке в нефильтованном излучении в результате дифракции непрерывного спектра возникают радиальные тяжи в направлении текстурных максимумов. Несмотря на то что максимумы при  $\delta=0$  ( $180^\circ$ ) не выявляются, вертикальные тяжи от сплошного спектра отчетливо видны и указывают на наличие плоскостей  $\{hkl\}$ , для которых углы  $\rho=0^\circ$ .

*Анализ текстуры прокатки по полным фигурам.* Для построения одной ППФ приходится снимать две серии рентгенограмм с одного и того же образца при дискретных углах  $\psi$  между падающим пучком и поверхностью образца. Обычно угол  $\psi$  изменяется в диапазоне  $0-80^\circ$  через  $10^\circ$  путем поворота образца вокруг осей НП и ПН. Таким образом, получение одной ППФ требует съемки около 20 рентгенограмм. Съемку чаще всего ведут в камере РКСО или аксиальной камере.

Визуально анализируют интенсивность (по трехбалльной шкале), а также положение и протяженность текстурных максимумов на изучаемых линиях  $\{HKL\}$ . Полученные данные наносят на специально построенную координатную сетку, зависящую от длины волны используемого рентгеновского излучения. (Подробно с фотографическим методом построения ППФ можно познакомиться, например, в работе [10]).

В настоящее время для изучения текстуры прокатки фотографический метод применяется редко и в основном используется дифрактометрический. Это обусловлено существенными недостатками фотографического метода (см. в гл. III).

#### 4. ПРИМЕРЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДА

*Определение текстуры вторичной рекристаллизации и текстуры литья.* Как литые материалы, так и материалы, подвергавшиеся отжигу на вторичную рекристаллизацию, обладают крупным зерном (до нескольких миллиметров в поперечнике). Ориентировку отдельных зерен — монокристаллов — определяют по эпиграмме, снятой «на отражение», на сплошном спектре молибденового излучения в камере РКСО.

При изучении текстуры трансформаторной стали удобно использовать полосы  $30 \times 300$  мм, на которых проводят стандартные магнитные измерения. В случае литого материала анализируют темплеты, вырезанные перпендикулярно направлению роста столбчатых кристаллов. Поверхность образца должна быть протравлена для выявления границ зерен. Образец устанавливают в камере так, чтобы пучок  $S_0$  был перпендикулярен его плоскости, а НП или другое фиксированное направление было ориентировано вдоль края рентгеновской пленки. Определение текстуры вторичной рекристаллизации трансформаторной стали облегчается благодаря тому, что, как правило, ориентировка зерен близка к идеальной ребровой  $\{110\} <001>$ . Эпиграммой для точной ребровой ориентировки можно воспользоваться как эталоном<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Приемы расшифровки эпиграмм описаны во многих практических, см., например, [10, с. 200—207]. Здесь даются лишь рекомендации, облегчающие и ускоряющие расшифровку.

Характерная ППФ показана на рис. 13. Ее строят следующим образом. На эпиграммах, для которых точка пересечения гилербол, соответствующая отражению  $\{110\}$ , не совпадает с центром, измеряют с помощью сетки Грейнингера полярный угол отклонения  $\{110\}$  от центра рентгенограммы, а также азимутальный угол его отклонения от НП и наносят на одну стереографическую проекцию плоскости нормалей  $\{110\}$  для 20—30 зерен одного образца. Остальные выходы нормалей  $\{110\}$  отклоненной ориентировки  $\{110\} <001>$  достраивают по правилам стереографической проекции.

Рассеяние текстуры характеризуется средним углом отклонения плоскостей  $\{110\}$  от плоскости прокатки и направлений  $<001>$  от НП. Угол отклонения  $\{110\}$  совпадает с углом, измеренным на рентгенограмме до ее центра. Угол отклонения  $001$  от НП, по величине равен углу отклонения направления  $<011>$  от ПН, который может быть измерен на ППФ  $\{110\}$  по меридиану сетки Вульфа. Так, для ППФ образца трансформаторной стали на рис. 13 среднее отклонение плоскости  $\{110\}$  составляет  $5-6^\circ$ , а направления  $<001>$   $8-10^\circ$ . В том случае, когда ориентировка всех исследованных зерен близка к кубической  $\{100\} <001>$ , удобнее строить ППФ типа  $\{100\}$ .

Расшифровка ориентировки зерен литого и других крупнозернистых материалов с неизвестной неярко выраженной текстурой облегчается при использовании известных сеток Багаряцкого<sup>1</sup>. Поскольку текстура литого материала характеризуется только совпадением кристаллографического направления  $<uvw>$  с осью роста, то достаточно построить стереографическую проекцию только для одного выхода нормалей вблизи центра ППФ, совмещаемого с осью роста кристаллов.

#### 5. КАМЕРЫ И ПРИСПОСОБЛЕНИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ТЕКСТУРЫ

Широкое применение для изучения текстуры получили камеры РКСО-2, предназначенные, однако, в основном для съемки и ориентирования монокристаллов с помощью гониометрических головок.

<sup>1</sup> Сопоставляя узор, образованный отражениями с узором сетки, и углы, измеренные с помощью сетки Грейнингера на эпиграмме, с приведенными в табл. 1 Приложения, можно определить практически любую ориентировку г.ц.к. или о.ц.к. кристалла без построения стереографической проекции.

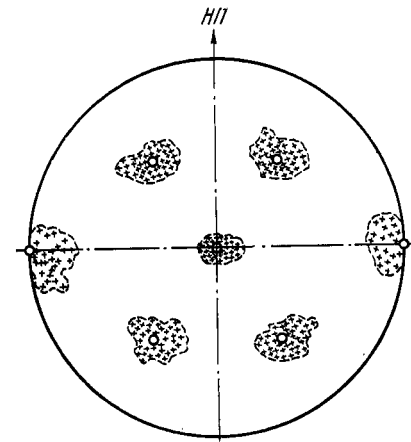


Рис. 13. Полюсная фигура  $\{110\}$  крупнозернистой трансформаторной стали после высокотемпературного отжига. 0 — полюсы идеальной ориентировки  $\{110\} <001>$

Для удобства изучения текстуры следует изготовить ряд несложных приспособлений, описанных ниже. Кассета прямой съемки используется для изучения текстуры мелкозернистых образцов. Для съемки фольги и гнущейся проволоки целесообразно изготовить рамку 1 размерами 15×20 мм, имеющую вырез и изгиб, что позволяет производить съемку при больших углах поворота образца 2 (рис. 14) и закрепить ее вместо гониометрической головки.

Обратная съемка применяется для получения эпилграмм единичных крупных зерен (более 1 мм в поперечнике) (см. гл. II, раздел 3). Для закрепления образцов в виде полос, вырезанных из листа, целесообразно изготовить держатель, в котором образец удобно перемещать без нарушения его ориентировки (рис. 14). Держатель навинчивают на ось камеры вместо гониометрической головки. Образец 2 вставляется сверху под планку 3 и поджимается винтами 4. Для

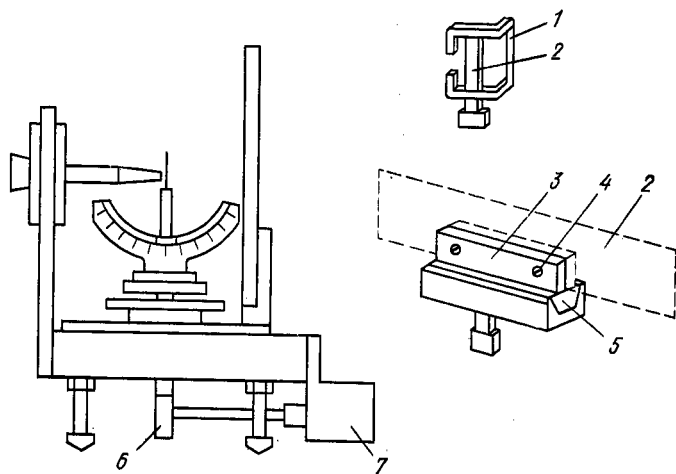


Рис. 14. Камера РКСО-2 с приспособлениями для съемки текстурogramм

поочередной установки зерен под пучок рентгеновских лучей верхнюю часть держателя смещают в горизонтальном направлении с помощью «ласточкиного хвоста» 5.

При изучении текстуры рекристаллизованных материалов с величиной зерна 0,01—0,02 мм дебаевские кольца рентгенограммы, снятой «на просвет», приобретают точечный характер, что затрудняет оценку интенсивности текстурных максимумов. Для увеличения количества кристаллитов, участвующих в дифракции, в этом случае достаточно перемещать образец во время съемки возвратно-поступательно на 7—10 мм. Такое перемещение легко осуществить в камере типа РКСО-2, если под камерой разместить эксцентрик 6, сидящий на валу, который вращается с помощью моторчика 7 типа СД-2. Эксцентрик при вращении поднимает и опускает ось вместе с рамкой — держателем образца. При этом угловая установка образца по отношению к пучку не изменяется. В результате перемещения образ-

ца число отражений увеличивается и они сливаются; это облегчает оценку протяженности и интенсивности текстурных максимумов [27].

Аналогичный результат достигается при съемке в аксиальной камере<sup>1</sup> с устройством для поступательного перемещения и вращения проволочного образца (рис. 15). Образец 1 вращается со скоростью 2 об/мин и перемещается поступательно сверху вниз со скоростью 0,1 мм/мин с помощью шестерен 2—5 и втулки 6, расположенных на корпусе камеры. Положительный результат получается при изучении

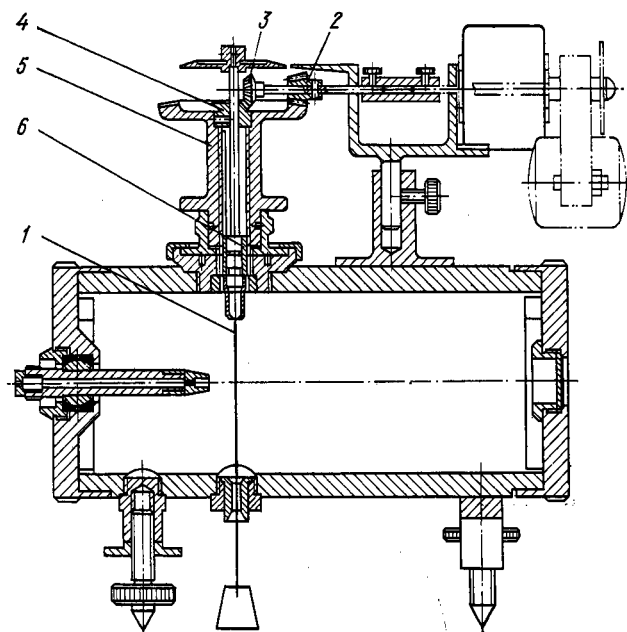


Рис. 15. Аксиальная камера с устройством для перемещения и вращения образца в виде проволоки (конструкция ЦНИИЧМ)

текстуры рекристаллизованной проволоки с величиной зерна в пределах 0,03—0,09 мм в поперечнике.

При величине зерна более 0,09 мм на рентгенограмме отсутствуют дебаевские кольца, а наблюдается наложение Лауэ-картин от не-

<sup>1</sup> Аксиальные камеры ( $D_K=57,3$  мм) удобно использовать для съемки в длинноволновом излучении, поскольку при этом углы раствора первых дебаевских конусов достаточно велики ( $2\theta \geq 45^\circ$ ) и они пересекают цилиндрическую пленку на небольших расстояниях от образца. Размытость линий при этом невелика. На рентгенограмме регистрируются как прямые, так и обратные дебаевские конусы.



скольких зерен, находящихся в облучаемом объеме образца (слева на рис. 16). По такой рентгенограмме невозможно не только определить характер текстуры, но и судить о ее наличии. Перемещение такого образца во время съемки на 7—10 мм не дает положительных результатов. Для получения качественной рентгенограммы необходимо суммировать отражения с площади образца в несколько сот квадратных миллиметров. Было сконструировано два приспособления к камерам КРОС-1, которые переделывались для съемки на просвет

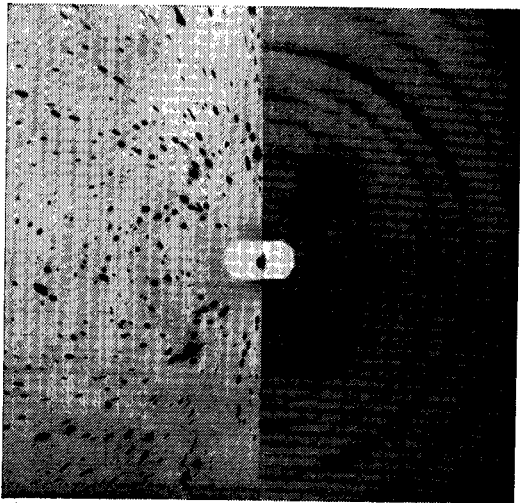


Рис. 16. Рентгенограммы образца сплава Fe—3% Si, отожженного при 1100° С—10 ч после прокатки (величина зерна ~0,6 мм в поперечнике). При неподвижном образце (слева), при перемещении образца (справа)

[27]<sup>1</sup>. Для этого изготавливали длинный коллиматор 1 и плоскую кассету 2, которую закрепляли вместо держателя образца камеры КРОС-1 (рис. 17, а). Одно из приспособлений предназначено для получения единичных снимков при перпендикулярном падении лучей на образец, имеющий форму полосы шириной около 30 мм. Образец 3 (рис. 17, а) укрепляется на зубчатой рейке 4, которая поднимается и опускается с образцом на ±22 мм за две минуты. За это же время происходит смещение образца в горизонтальном направлении приблизительно на 1 мм, что соответствует величине проекции рентгеновского пучка на образце. Привод осуществляется от двигателя Д-32 через коробку передач. За время экспозиции (3 ч) суммируются отражения зерен, находящихся на площади более 4000 мм<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> Приспособления сконструированы в ЦНИИЧМ, серийно не выпускаются.

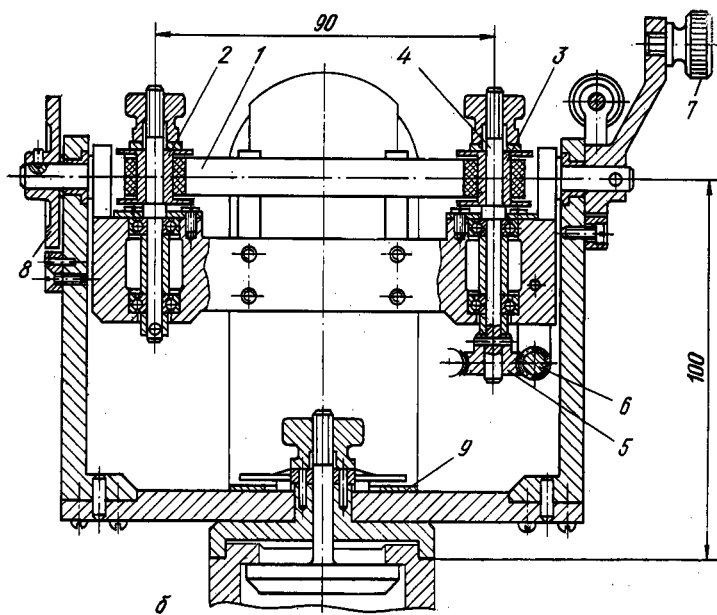
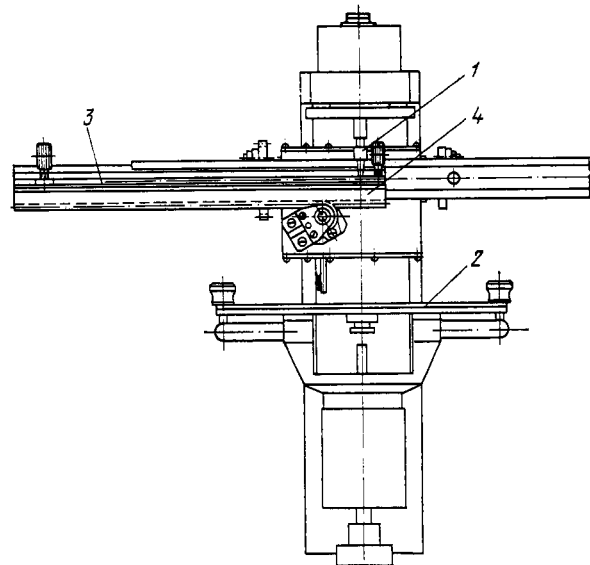


Рис. 17. Приспособления для съемки текстурogramм крупнозернистой полосы (а) (вид сверху) и крупнозернистой ленты (б) (вид по ходу пучка)

Второе приспособление предназначено для изучения текстуры образцов в форме ленты толщиной до 0,1 мм и позволяет получать серию рентгенограмм при различных углах поворота образца по отношению к первичному пучку рентгеновских лучей, необходимую для построения ППФ (рис. 17, б). Образец 1 наматывается на ведущую катушку 2 и во время съемки перематывается на ведомую катушку 3, которая закреплена на оси 4 и приводится во вращение двигателем через червячный редуктор 5, 6. Скорость перемещения ленты регулируется в пределах от 3,5 до 7 мм/мин изменением диаметра ведущей катушки. За время экспозиции (3 ч) пучок рентгеновских лучей пересекает от 1 до 2 м ленты. Для получения серии рентгенограмм предусмотрена возможность поворота образца рукояткой 7 вокруг НП с установкой углов по лимбу 8 от 0 до 80° и вокруг ПН с установкой углов по лимбу 9 от 0 до 45°. Оси поворотов взаимно перпендикулярны и лежат в плоскости ленты. Натяжение ленты регулируется направляющими с пружиной. Это приспособление может использоваться также для съемки крупнозернистой проволоки.

На рис. 16 представлены рентгенограммы ленты сплава Fe—3% Si с размером зерна до 0,8 мм в поперечнике. На рентгенограмме, полученной с движущейся ленты, видны четкие текстурные максимумы (на рис. 16, справа), тогда как по рентгенограмме неподвижного образца (на рис. 16, слева) невозможно даже судить о наличии текстуры. При более крупном зерне необходимо увеличить экспозицию. Преимуществом такого метода съемки является также усреднение результатов по значительному объему образца, что существенно повышает его объективность.

## Глава III

# ДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕКСТУРЫ

### 1. ПРИНЦИП МЕТОДОВ И СХЕМЫ СЪЕМОК ПРЯМЫХ ПОЛЮСНЫХ ФИГУР

При дифрактометрическом исследовании текстуры регистрируется только отраженный луч  $\bar{S}'$ , расположенный в плоскости гониометра  $G$  (рис. 18). Этот луч соответствует нормали, лежащей в экваториальной плоскости сферы проекции ( $N_5$  на рис. 7, а). Поэтому единичное измерение на дифрактометре при фиксированном положении образца и счетчика дает сведения только для одной точки на срезе сферы проекции (полюсной фигуре), а не для всего среза, что характерно для фотометода. Очевидно, что для обследования всего среза сферы проекций необходимо либо при неподвижном образце смещать счетчик из плоскости гониометра так, чтобы он «обегал» все де-

баевское кольцо, соответствующее данному срезу, либо поворачивать образец таким образом, чтобы последовательно все участки дебаевского кольца зарегистрировать неподвижным счетчиком. Последнее осуществить

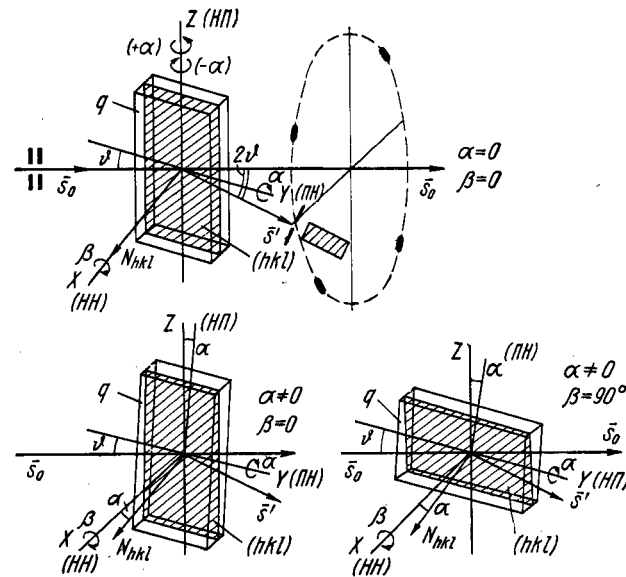


Рис. 18. Положение отражающих плоскостей  $\{hkl\}$  в облучаемом объеме образца при различных углах  $\alpha$  и  $\beta$  для метода наклона ( $q$  — плоскость образца;  $G$  — плоскость гониометра;  $X, Y, Z$  — возможные оси поворота образца)

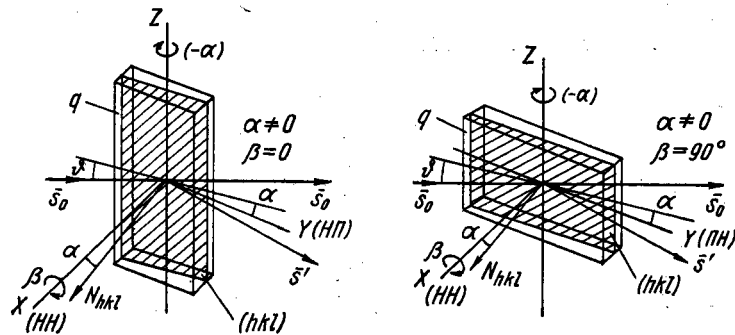


Рис. 19. Положение отражающих плоскостей  $\{hkl\}$  в облучаемом объеме образца при различных углах  $\alpha$  и  $\beta$  для метода поворота

на практике проще. Для построения ППФ требуется, кроме того, переход от одного сечения к другому, что достигается также соответствующим поворотом образца.

Дифрактометрический метод построения ППФ основан на анализе изменений интенсивности  $I(hkl)$ , зарегистрированной неподвижным счетчиком, в зависимости от пространственного положения нормалей  $N_{hkl}$  относительно осей образца при его поворотах.

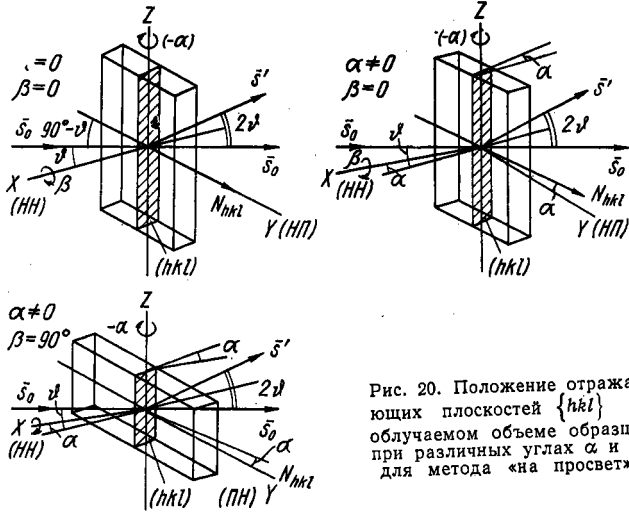


Рис. 20. Положение отражающих плоскостей  $\{hkl\}$  в облучаемом объеме образца при различных углах  $\alpha$  и  $\beta$  для метода «на просвет»

Существуют три основных способа съемки, каждый из которых дает возможность получить неполную ППФ<sup>1</sup>. На рис. 18 и 19 рассмотрено положение отражающей плоскости  $\{hkl\}$  в тонком облучаемом поверхностном слое плоского образца при съемке «на отражение» (соответственно методами наклона и поворота), а на рис. 20 внутри тонкого образца при съемке «на просвет».

Съемка «на отражение» осуществляется по фокусирующей схеме Брэгга — Брентано (гл. III, раздел 3), поэтому поверхность плоского образца  $q$  строго совмещается с осями гониометра  $Y$  и  $Z$ , которые служат осями на-

<sup>1</sup> В случае особым образом приготовленных образцов: эквинанклонного и сферического — можно одним методом получить полную ППФ (см. гл. IV).

Характеристика основных дифрактометрических методов съемки ППФ

Характеристика	наклона	поворота	на просвет
Способ съемки	«На отражение»		
Приставка	ГП-2, 14	ГП-2; 5; 14	«На просвет» ГП-2; 14
Толщина образца $d$	$d^*1$ «толстый»/ $d > \text{толст}$ , где $d_{\text{толст}} = \sin\phi \ln 0,01/2\mu$	$d > \text{толст}$	«Тонкий» <sup>2</sup> $\mu d_{\text{тонк}} / \cos\psi \approx 1$
Область съемки по углу $\phi$ , град	10—60	50—75	10—50
Угол $\phi$ между $\bar{S}_0$ и $q$ , град		$\phi$	$90^\circ - \phi$
Геометрия съемки (оси и углы поворота)	Ось $Y$ (наклон по $\alpha$ ); ось $X$ (поворот по $\beta$ )	Ось $Z$ (поворот по $\alpha$ ); ось $X$ (поворот по $\beta$ ) При $\alpha < 0$ образец поворачивается до перекрытия луча $S'$ При $\alpha > 0$ — до перекрытия луча $S_0$	При $\alpha > 0$ — до перекрытия луча $S_0$
Анизотрируемая часть ППФ	Центральная	Центральная	Периферийная
Область изменения угла $\alpha$ , град	0—(70—80)	0 ÷ ( $\phi - 5^\circ$ )	( $90 - \phi$ ) ÷ $90^\circ$
Нулевое положение по углу $\alpha$			
Нулевое положение по углу $\beta$ (при $\alpha = 0$ ): при $q \parallel B$ $\rightarrow q \perp B$ $\rightarrow q \parallel C$ <sup>3</sup>	$B \perp G$ Любое НП $\parallel G$ (Условно)	$q \perp G; \{hkl\} \parallel q$	$q \perp G; \{hkl\} \perp q$
Поправка на дефокусировку	Есть при $\alpha > 40 \div 50^\circ$		
Поправка на поглощение при изменении угла $\alpha$ <sup>4</sup>	Нет при $d > d_{\text{толст}}$ , есть при $d < d_{\text{толст}}$ .	Есть	Есть

<sup>1</sup> Значения  $d_{\text{толст}}$  при съемке «на отражение» приведены в табл. 4 Приложения.

<sup>2</sup> Значения  $d_{\text{тонк}}$  при съемке «на просвет» приведены в табл. 5 Приложения.

<sup>3</sup> Параллельность плоскости прокатки.

<sup>4</sup> См. табл. 6 Приложения.

клона или поворота на углы  $\alpha$  в зависимости от метода съемки. Кроме того, во всех трех методах съемки образец поворачивается на углы  $\beta$  (обычно на  $360^\circ$ ) вокруг оси  $X$ , перпендикулярной  $q$  (табл. 1).

*Съемка «на отражение», метод наклона.* Метод предложен Шульцем [28]. Он является наиболее распространенным, так как позволяет получить значительную центральную часть ППФ от  $\alpha=0$  до  $70-80^\circ$  (без узкой наружной части). В исходном положении при  $\alpha=0$  плоскость образца  $q$  перпендикулярна плоскости гониометра  $G$ , а угол между  $\bar{S}_0$  и  $q$  равен  $\vartheta$ . Т. е. в отражающем положении находятся плоскости  $\{hkl\}$ , параллельные поверхности образца, расположенные в поверхностном слое (см. рис. 18). За нулевое положение угла  $\beta$  принимают такое, при котором ось прутка  $B$  или НП<sup>1</sup> совпадают с вертикальной осью  $Z$  при  $\alpha=0$ , а при наклоне по  $\alpha$  вокруг оси  $Y$  остаются в плоскости, содержащей ось  $Z$  и перпендикулярной поверхности образца. Очевидно, что изменение образца в своей плоскости по  $\beta$  при  $\alpha=0^\circ$  не изменит интенсивность дифрагированного излучения, поскольку плоскости  $\{hkl\}$  остаются параллельными  $q$ .

Если образец повернуть на угол  $\alpha$  (рис. 18) при  $\beta=0^\circ$ , то в отражающее положение попадут те же плоскости  $\{hkl\}$ , но уже в других кристаллитах, в которых эти плоскости также расположены перпендикулярно плоскости гониометра  $G$  и под углом  $\vartheta$  к пучку лучей  $\bar{S}_0$ , но отклонены от плоскости  $q$  на угол  $\alpha$ .

Если в положении  $\alpha \neq 0^\circ$  образец дополнительно повернуть на угол  $\beta$ , например на  $90^\circ$  (рис. 18, в), то изменится положение осей образца относительно осей гониометра и отражающие плоскости  $\{hkl\}$  вновь окажутся расположенными в иных кристаллитах.

Таким образом, последовательно поворачивая образец на углы  $\beta$  и  $\alpha$ , можно проследить за изменением интенсивности отражений  $I_{\{hkl\}}$ , для различных кристаллитов в зависимости от их пространственного расположения в облучаемом объеме образца, т. е. получить количественную характеристику их ориентировки. Ограничение углов наклона  $\alpha$  связано с тем, что при  $\alpha \approx 80-90^\circ$  лучи практически скользят вдоль поверхности, не давая отражения.

<sup>1</sup> Вертикальное положение НП не обязательно, можно НП||G

*Съемка «на отражение». Метод поворота.* Изменения положения образца в методе поворота (метод М. Филда и М. Мерханта [29]), основные характеристики даны в табл. 1 и на рис. 19. Нулевое положение по  $\alpha$  аналогично методу наклона. За положение  $\beta=0^\circ$  принимается такое, при котором ось образца  $B$  (или НП) расположена вдоль оси  $Y$ . Изменение угла  $\alpha$  осуществляется поворотом вокруг оси  $Z$ . Оно ограничено интервалом  $0^\circ \leq \alpha \leq \vartheta$ , поскольку при  $|\alpha| > \vartheta$  образец перекрывает либо падающие лучи  $\bar{S}_0$  (условно — область положительных углов  $\alpha$ ), либо дифрагированные лучи  $S'$  (область отрицательных углов  $\alpha$ )<sup>1</sup> (практически угол  $\alpha$  на  $5-10^\circ$  меньше  $\vartheta$ ).

Изменения относительного положения плоскостей  $\{hkl\}$  в облучаемом объеме образца при его поворотах по  $\alpha$  и  $\beta$  аналогичны рассмотренным выше для метода наклона.

Недостатком метода поворота по сравнению с методом наклона является то, что для получения большого участка центральной части ППФ следует вести съемку кривых  $\{HKL\}$ , соответствующих относительно большим углам  $\vartheta$ . Это требует подбора мягкого излучения и уменьшает чувствительность анализа текстуры (см. гл. I). Метод поворота имеет смысл использовать только для анализа текстуры металлов и сплавов, для которых размытие интерференционных линий с большими углами  $\vartheta$  за счет пластической деформации или дисперсности структуры не слишком велико. Кроме того, для метода поворота необходимо вносить поправку на поглощение при изменении угла  $\alpha$  (см. дальше), что не требуется в методе наклона. Преимуществом метода поворота является возможность использования обычных держателей ГП-1 или ГП-5, а также изменения угла  $\alpha$  путем вращения образца вокруг оси гониометра  $Z$  как дискретно, так и непрерывно с заранее заданной скоростью с помощью мотора самого гониометра.

*Съемка «на просвет».* Для данного метода (предложен Деккером, Аспом и Д. Харкером [30]) необходимо использование приставки ГП-2 или ГП-14, дающей возможность зарегистрировать дифрагированные лучи, прошедшие через тонкий образец.

<sup>1</sup> Для метода поворота (и съемки «на просвет») предпочтительнее область отрицательных углов  $\alpha$  (см. раздел 3 гл. III).

В исходном положении ( $\alpha=0^\circ$ ) анализируются отражения от плоскостей  $\{hkl\}$ , перпендикулярных плоскости образца  $q$  (см. рис. 20, табл. 1). Поэтому  $q$  устанавливается под углом  $90^\circ-\theta$  к лучам  $S_0$ , перпендикулярно плоскости гониометра. Так же как и для метода поворота, нулевое положение по углу  $\beta$  соответствует параллельности оси образца  $B$  (или НП) плоскости гониометра  $G$ . Поворот образца по  $\alpha$  осуществляется вокруг оси  $Z$ .

Существенными недостатками этого метода являются необходимость использования очень тонких образцов (см. гл. IV; табл. 5 Приложения) и ограниченная область углов поворота:  $90^\circ \geq \alpha \geq (90^\circ - \theta)$ .

Принцип построения прямой полюсной фигуры. Условно плоскость проекции, т. е. полюсную фигуру, совмещают с плоскостью образца  $q$ . В случае прокатанного материала плоскость ППФ совмещают с плоскостью прокатки, при этом с центром ППФ совпадает НН, а с вертикальным и горизонтальным диаметрами соответственно НП и ПН.

При аксиальной текстуре ось  $B$  совмещают с центром ППФ, если  $B \perp q$  или с вертикальным диаметром ППФ, если  $B \parallel q$ .

При построении ППФ оси образца считают неподвижными и рассматривают относительное смещение нормали отражающих плоскостей  $\{hkl\}$ , тогда как в действительности при съемке нормаль  $N_{hkl}$  остается неподвижной, а смещаются внешние оси образца.

Как следует из рассмотренных выше схем съемки, обоими методами съемки «на отражение» удается построить только центральную часть ППФ: от  $0^\circ$  до  $60-80^\circ$  по углу  $\alpha$ , а съемкой «на просвет» — только периферийную часть ее от  $(90^\circ - \theta)$  до  $90^\circ$ . Поэтому для получения полной ППФ обычно съемку «на отражение» сочетают со съемкой «на просвет» и согласовывают интенсивность для областей, полученных разными методами (см. раздел 4 гл. III), либо ограничиваются рассмотрением неполных ППФ. Достоверность результатов возрастает, если анализировать несколько неполных ППФ, полученных для разных  $\{hkl\}$ .

Рассмотрим способ построения ППФ прокатанного образца согласно основным схемам дифрактометрического анализа с помощью стереографической проекции (рис. 21).

При съемке «на отражение» в нулевом положении по углу  $\alpha$  в отражающем положении находятся  $\{hkl\}$ , параллельные  $q$  (плоскости прокатки) (рис. 21, а). Поэтому нормаль  $N_{hkl}$  совпадает с осью  $X$  (НН<sub>1</sub>) и соответствует центру ППФ.

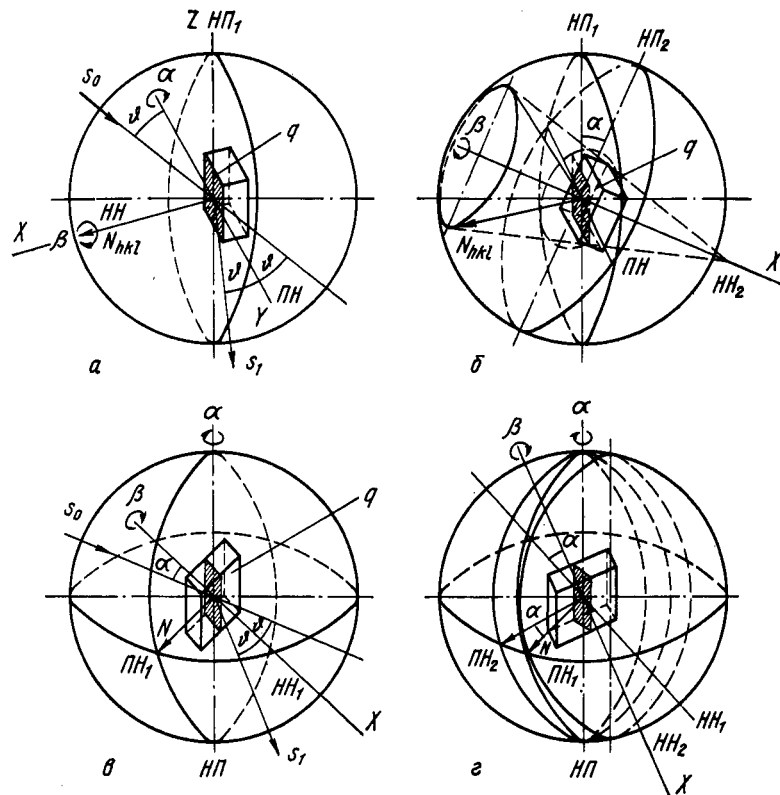


Рис. 21. Рассмотрение схем съемки «на отражение» (а, б) и «на просвет» (в, г) с помощью стереографической проекции:  
а, в —  $\alpha=0$ ; б, г —  $\alpha \neq 0$

При повороте образца на угол  $\alpha$  вокруг оси  $Y$  для метода наклона (или вокруг оси  $Z$  — для метода поворота), в отражающее положение попадут те же плоскости  $\{hkl\}$ , но расположенные под углом  $\alpha$  к поверхности образца. Поэтому нормаль  $N_{hkl}$  уже не будет параллельна НН, а отклонится от нее на угол  $\alpha$ . При повороте образ-

ца по  $\beta$  вокруг оси  $X$  ( $HN_2$ ) на  $360^\circ$   $N_{hkl}$  описывает конус с углом раствора  $\alpha$ . Этот конус пересечет сферу проекций по кругу, проекция которого на экваториальную плоскость (полюсную фигуру) дает круг, описанный около центра и отстоящий от него на угол  $\alpha$  (рис. 21, б). Таким образом, вращением образца по  $\beta$  вокруг оси  $X$  ( $HN$ ) при разных возможных углах  $\alpha$  удастся получить центральную часть ППФ, зарегистрированную по концентрическим кругам полярной сетки.

Для метода «на просвет» при  $\alpha=0$  отражающие плоскости  $\{hkl\}$  расположены перпендикулярно плоскости образца  $q$  (рис. 21, в). При этом нормаль  $N_{hkl} \parallel PN_1$  и лежит в плоскости  $q$ , т. е. параллельна плоскости проекции и выходит на ее большой круг. Вращение образца вокруг оси  $X$  ( $HN_1$ ) на  $360^\circ$  по углу  $\beta$  приводит к последовательному отражению от всех плоскостей  $\{hkl\}$ , нормали которых лежат в плоскости  $q$ . На стереографической проекции этому будет соответствовать заполнение выходами  $N_{hkl}$  внешнего круга проекции.

Если образец повернуть вокруг оси  $Z$  на угол  $\alpha$ , то  $N_{hkl}$  отклонится на угол  $\alpha$  от  $PN_2$ . При вращении образца вокруг оси  $X$  ( $HN_2$ ) на  $360^\circ$  по углу  $\beta$   $N_{hkl}$  будет «обегать» проекцию уже не по большому кругу, а по кругу, отстоящему от него на угол  $\alpha$  (рис. 21, з). Таким образом, вращением образца на  $360^\circ$  по  $\beta$  вокруг оси  $X$  ( $HN$ ) при разных углах  $\alpha$  удастся получить наружную (периферийную) часть ППФ. При этом регистрация будет проводиться по концентрическим кругам полярной сетки, начиная от угла  $\alpha=90^\circ$  в сторону его уменьшения до  $\alpha=90^\circ-\vartheta$ .

Следует отметить, что как при съемке «на отражение», так и «на просвет» положение  $N_{hkl}$ , а также координаты точки  $(\alpha, \beta)$  на данной ППФ не зависят от угла  $\vartheta$ , т. е. не зависят от выбора излучения.

Из всех рассмотренных выше дифрактометрических методов исследования текстур метод наклона получил наиболее широкое применение, несмотря на то что для его осуществления требуется специализированная приставка.

Преимуществами метода наклона являются: большой предельный угол наклона  $\alpha$  (для дифрактометра ДАРТ-2,0 он составляет  $81^\circ$ , что позволяет одним методом построить значительную часть ППФ; при хорошей юстировке гониометра не требуется по-

правки на дефокусировку при угле  $\alpha$  до  $\sim 50^\circ$  (см. гл. III, раздел 3);

использование пучков с большой горизонтальной расходимостью, что позволяет увеличить облучаемый объем образца, т. е. повышается возможность использования материалов с относительно крупным зерном и обеспечивается хорошее усреднение;

возможность работы с дифракционными линиями, соответствующими малым углам  $\vartheta$ , по которым текстура анализируется точнее;

отсутствие необходимости введения поправки на поглощение для достаточно толстых образцов;

возможность получения полной ППФ при использовании эквинаклонного образца (см. ниже).

Изготовление тонких образцов для съемки «на просвет» из листов большой толщины представляет известные трудности, поэтому для получения полной ППФ только съемкой «на отражение» иногда, кроме образца, вырезанного параллельно плоскости прокатки, используют образец, рабочая поверхность  $q$  которого перпендикулярна НП. Такой образец обычно составляют из набора пластин (см. гл. IV). Съемкой двух образцов ( $q \perp HN$  и  $q \perp НП$ ) получают перекрывающиеся участки ППФ; согласования интенсивности для них — не требуется.

Существует также способ получения полной ППФ съемкой одним методом наклона так называемого «эквинаклонного» образца, нормаль к рабочей поверхности которого равно удалена от НП, ПН и НН. Для построения ППФ по результатам съемки такого образца стандартная сетка не подходит. Для этого используется специально построенная сетка (см. рис. 1 Приложения), центр которой совпадает с выходом нормали к поверхности образца и находится под углом  $54,7^\circ$  к НП, ПН и НН. Изготовление эквинаклонного образца рассмотрено в гл. IV.

## 2. ПОПРАВКА НА ПОГЛОЩЕНИЕ

Поворот образца вокруг оси  $Z$  и вокруг оси  $Y$  связан с изменением площади облучаемой поверхности и относительного пути прохождения падающего и отраженного лучей в образце, что ведет к необходимости введения поправки на интенсивность для разных углов  $\alpha$ .

Поправка  $K_\alpha$  измеренной интенсивности  $I_{изм}$  при

данном угле  $\alpha$  для плоского образца определяется как отношение интенсивностей для эталонного бестекстурного образца при углах наклона или поворота  $\alpha=0$  и  $\alpha \neq 0$   $K_\alpha = (I_0/I_\alpha)_{\text{эт}}$ . Поправку  $K_\alpha$  находят из экспериментально полученной кривой  $I_{\text{эт}}$  от  $\alpha$ , аналогично тому, как это сделано для учета снижения интенсивности из-за дефокусировки<sup>1</sup> (см. ниже). Тогда

$$I_{\text{ист}} = I_{\text{анзм}}(I_0/I_\alpha)_{\text{эт}} = I_{\text{анзм}} K_\alpha. \quad (18)$$

При условии падения параллельного пучка лучей на образец поправка на поглощение  $K_\alpha$  для эталона при разных методах дифрактометрического анализа текстуры вычисляется по формулам, приведенным в работе [32].

Для метода наклона для достаточно «толстого»<sup>2</sup> образца, через который излучение не проходит и для которого  $\mu d \rightarrow \infty$ , коэффициент  $K_\alpha$  равен единице ( $\mu$  — линейный коэффициент ослабления лучей в образце,  $d$  — толщина образца, см.), т. е. при изменении угла  $\alpha$  не требуется поправки на поглощение; учитывается лишь эффект дефокусировки (см. ниже).

При съемке «на просвет» «тонкого» образца<sup>3</sup>, для которого  $\mu d / \cos\theta = 1$  (см. подробно в гл. IV), увеличение угла  $\alpha$  приводит к значительному снижению интенсивности, т. е. к росту  $I_0/I_\alpha$  за счет увеличения пути прохождения лучей в образце. Это изменение проявляется тем значительнее, чем больше величина  $\mu d$  (табл. 4 Приложения).

Величина  $\mu d$ , необходимая для вычисления поправок на поглощение лучей в металлах и сплавах, может быть рассчитана по соответствующим формулам [33, 34] (если известно точное значение величины  $d$ ) или же определена экспериментально, исходя из основного закона ослабления рентгеновских лучей в образце:

$$I_d/I_0 = \exp(-\mu d). \quad (19)$$

Для этого в держатель помещают любой образец, дающий отражение большой интенсивности  $I_0$ . После изме-

<sup>1</sup> Подробный анализ зависимости  $I_{\text{эт}}$  от  $\alpha$  приведен в работе [1].

<sup>2</sup> См. табл. 3 Приложения.

<sup>3</sup> См. табл. 2 Приложения.

рения  $I_0$  перед окном счетчика помещают исследуемый образец и измеряют ослабленную им интенсивность  $I_\alpha$ . Затем по формуле (19) находят  $\mu d$ .

### 3. ЭФФЕКТ ДЕФОКУСИРОВКИ

*Причины, вызывающие дефокусировку.* Рассмотрим ход лучей в дифрактометре. Текстурированная съемка «на отражение» осуществляется по фокусирующей схеме Брегга — Брентано, когда фокус трубки и окно счетчика лежат на одной окружности, в центре которой помещается образец (рис. 22). Расходящийся из фокуса трубки первичный пучок облучает значительную площадь поверхности образца. Дифрагированный плоскостями  $\{hkl\}$ , параллельными поверхности образца, пучок фокусируется у окна счетчика. Условия фокусировки выполняются, если поверхность образца является касательной к мнимой окружности, проходящей через фокус трубки и входное окно счетчика (фокусирующая окружность Зеемана — Болина). Схема съемки обеспечивает высокую светосилу и хорошую статистику.

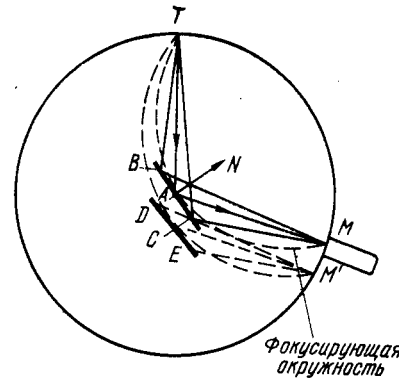


Рис. 22. Схема хода лучей в дифрактометре с фокусировкой по Бреггу — Брентано

Условия фокусировки строго выполняются для точки касания  $A$ , лежащей на фокусирующей окружности. Для остальных точек образца, расположенных по разные стороны от точки касания, это условие нарушается в тем большей степени, чем они дальше от точки  $A$ . При этом возникают искажения дифракционной линии. При наклоне образца на угол  $\alpha$  точки, расположенные по разные стороны от оси наклона, сдвигаются из исходного положения (переход из положения  $BC$  в  $DE$  на рис. 22), что вызывает новую дисперсию дифрагированного пучка у приемной щели счетчика, поскольку положение фокуси-

рующей окружности изменяется и дифрагированный пучок смещается из точки  $M$  в  $M'$ . Смещение участков образца из центра гониометра в противоположном направлении вызывает уширение дифрагированного пучка в другую сторону от точки  $M$ . Вертикальная расходимость пучка вносит основной вклад в дефокусировку. Отсюда следует необходимость ограничения размеров пучка по высоте. Очевидно, что и поворот вокруг оси гониометра вызывает отклонение участков образца от фокусирующей окружности, проходящей через центр гониометра.

Если ширина размытой вследствие дефокусировки линии окажется больше, чем угловое раскрытие щели счетчика, то интенсивность не будет полностью зарегистрирована. Таким образом, эффект дефокусировки проявляется как дополнительное падение интенсивности с увеличением угла наклона или поворота  $\alpha$  и поправка на поглощение не обеспечивает полной коррекции.

В методе поворота уширение линии за счет дефокусировки определяется по формуле

$$\Delta\theta_{\pm\alpha} = \gamma \cos\theta \sin\alpha / \sin(\theta \mp |\alpha|), \quad (20)$$

где  $\gamma$  — горизонтальная расходимость первичного пучка.

Отсюда следует, что эффект дефокусировки существенно меньше в области отрицательных углов  $\alpha$  и в особенности при  $\alpha$ , близких по величине к  $\theta$ . Поэтому, следует работать в области отрицательных углов поворота, т. е. поворачивать образец в сторону дифрагированного пучка.

Итак, при съемке на отражение дефокусировка обусловлена следующими основными факторами: плоской формой образца: наклоном или поворотом образца.

При съемке «на просвет» в отражении участвует весь облучаемый объем по толщине образца. Формула поправки интенсивности в работе [32] выведена для условия идеального параллельного первичного пучка. В действительности, при съемке на просвет используется слабо расходящийся пучок. Дифрагированный пучок также можно рассматривать как расходящийся из мнимого изображения фокуса трубки  $F_1$  (рис. 23), т. е. принцип фокусировки не используется, хотя расположение диафрагм остается как в методе Брэгга — Brentano. Поворот образца на угол  $\alpha$  вокруг оси гониометра вызывает дополнительное размытие дифрагированного пучка, ширина которого  $\omega$  у окна счетчика может быть определена по

формуле

$$\omega_{\pm\alpha} = \omega_0 \sin\alpha \cos\theta / \sin(|\alpha| \mp \theta), \quad (21)$$

где  $\omega_0$  — ширина первичного пучка у оси гониометра (рис. 23). Из этой формулы следует, что размытие дифрагированного пучка меньше в области отрицательных углов  $\alpha$ .

Для регистрации интенсивности расходящегося пучка рекомендуется использовать широкие щели или вообще

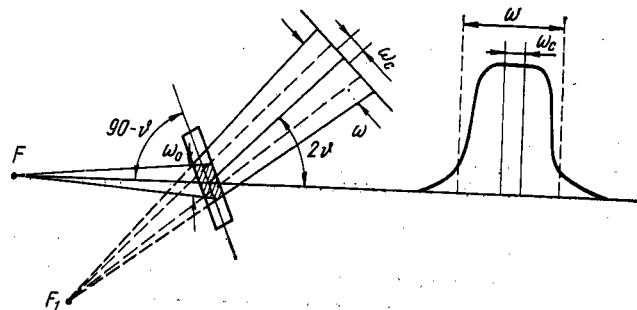


Рис. 23. Ход лучей в текстургониометре при съемке «на просвет» и форма пучка у щели счетчика

работать без щели перед счетчиком, как и при съемке «на отражение». Для введения поправок при съемке «на просвет» удобно пользоваться таблицей 4 Приложения.

Если профиль дифрагированного пучка имеет плато, то для регистрации интенсивности можно использовать узкую щель счетчика ( $\omega_c$  на рис. 23). Тогда при линейчатой проекции фокуса трубки (шириной  $\leq 0,1$  мм) измеряемая интенсивность  $I'_\alpha$  определяется из соотношения

$$I'_{\pm\alpha} = I_{\pm\alpha} \omega_c / \omega, \quad (22)$$

где  $I_{\pm\alpha}$  — интегральная интенсивность, и формула коррекции интенсивности примет вид, симметричный относительно  $\alpha = 90^\circ$ :

$$I_{90^\circ} / I_{\pm\alpha} = 2 \frac{\omega_0 \sin\alpha \mu d \exp\left(-\frac{\mu d}{\cos\theta}\right) \left[ \frac{1}{\sin(|\alpha| \pm \theta)} - \frac{1}{\sin(|\alpha| \mp \theta)} \right]}{\omega_c \left\{ \exp\left[-\frac{\mu d}{\sin(|\alpha| \mp \theta)}\right] - \exp\left[-\frac{\mu d}{\sin(|\alpha| \pm \theta)}\right] \right\}} \quad (23)$$



Т. е. поправка имеет одинаковую величину при  $\alpha > 0$  и  $\alpha < 0$ . При некотором оптимальном значении  $\mu d$  (0,8 для  $\nu = 10^\circ$ ; 0,6 для  $\nu = 20^\circ$ ; 0,4 для  $\nu = 30^\circ$  и 0,2 для  $\nu = 40^\circ$ ) поправка, определенная по формуле (23), в интервале углов  $\alpha$  от  $90^\circ$  до  $\sim 50^\circ$  для разных  $\nu$  составляет не более 5% и может не учитываться [28].

**Уменьшение дефокусировки и ее коррекция в методе наклона.** Наряду с рассмотренными выше факторами, приводящими к дефокусировке, важное значение имеет точное геометрическое положение отражающей поверхности. При смещении плоскости образца с оси гониометра на величину  $s$  смещение дифракционной линии составляет  $s \cos \nu / R$ , где  $R$  — радиус гониометра.

Отсюда предъявляются высокие требования к юстировке гониометра и установке образца в держателе, которые сводятся к тому, чтобы при всех углах наклона поверхность образца проходила через оптический центр гониометра — точку пересечения его вертикальной и горизонтальной осей. В противном случае при наклоне нарушаются условия фокусировки для всех точек поверхности образца, что ведет к резкому уменьшению интенсивности.

Уменьшение дефокусировки из-за плоской формы образца достигается установкой вблизи держателя узкой горизонтальной щели<sup>1</sup>, которая в этом методе является главной диафрагмой. Сокращение размеров этой щели по вертикали ограничено необходимостью получения достаточно интенсивного пучка. Входная щель счетчика также должна быть горизонтальной, причем чем больше ее длина, тем меньше падение интенсивности за счет дефокусировки [35]. Размер щели счетчика по горизонтали лимитируется необходимостью разрешения отражений от разных кристаллографических плоскостей и выбирается в зависимости от условий эксперимента: длины волны излучения, типа кристаллической решетки исследуемого образца и др.

Проекция пучка на образце, прямоугольная при  $\alpha = 0^\circ$ , принимает форму параллелограмма, размеры и вытянутость которого сильно зависят от углов  $\alpha$  и  $\nu$  (рис. 24). Отношение площадей облучаемых поверхностей при  $\alpha = 0^\circ$  и  $\alpha \neq 0^\circ$  обратно пропорционально  $\cos \alpha$

<sup>1</sup> Минимальное расстояние от щели до образца лимитируется необходимостью его наклона и определяется конструкцией гониометра.

(т. е. при  $\alpha = 60^\circ$  облучаемая площадь увеличивается в два раза). Изменение размера пучка на образце при наклоне необходимо контролировать, так как он может выйти за пределы образца, что повлечет за собой неучетные потери интенсивности.

Значительное падение интенсивности для эталонного образца начинается с некоторого «предельного» угла

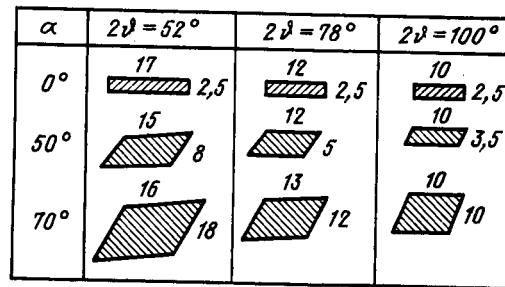


Рис. 24. Изменение формы пучка на образце в зависимости от углов отражения  $\nu$  и наклона  $\alpha$  (ограничение первичного пучка: 2 мм по горизонтали и 1 мм по вертикали)

наклона  $\alpha_p$ , при котором поверхность образца становится параллельной одному из верхних краевых лучей первичного пучка [36]. При условии идеальной юстировки угол  $\alpha_p$  определяется из уравнения:

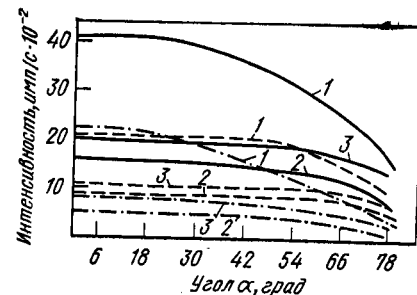
$$\operatorname{tg} \alpha_p = \operatorname{ctg} \omega \sin (\nu \mp \Omega), \quad (24)$$

где  $\omega$  — вертикальная, а  $\Omega$  — горизонтальная расходимость падающих лучей.

На рис. 25 показано изменение интенсивности для бестекстурного образца в зависимости от углов  $\alpha$  и  $\nu$

Рис. 25. Изменение интенсивности дифрагированного пучка для эталона без текстуры в зависимости от углов  $\nu$  и  $\alpha$  в дифрактометре ДАРТ-2,0 (эталон  $\text{Fe}$ , излучение  $\text{Co}$ ):

1 — {110}; 2 — {200}; 3 — {211}; сплошные линии — ограничение первичного пучка 4 мм по горизонтали и 1 мм по вертикали, окно счетчика не ограничено (10 мм); пунктирные линии — соответственно 4, 0,5 и 10 мм; штрих-пунктирные линии — 4, 1 и 2 мм



при разном размере щелей перед образцом и у окна счетчика текстурдифрактометра ДАРТ-2,0. Видно, что для меньших углов  $\theta$  существенное падение интенсивности начинается при меньшем угле  $\alpha_p$ . Уменьшение горизонтальной щели перед образцом с 1,0 до 0,5 мм заметно увеличивают угол  $\alpha_p$ , с которого необходимо корректировать падение интенсивности. Ограничение щели счетчика, как и уменьшение высоты горизонтальной щели, оказывает более сильное влияние при малых  $\theta$ , поскольку с увеличением  $\theta$  эффект дефокусировки уменьшается.

Причиной расхождения значений угла  $\alpha_p$  (от 10 до 60°) в разных работах является различие хода лучей, обусловленное конструктивными особенностями, влияющими на точность юстировки гониометров и установки образца. В связи с этим введение поправки на дефокусировку расчетным путем, без учета специфики гониометров, не дает точных результатов.

Существует два экспериментальных способа коррекции дефокусировки, один из которых основан на использовании зависимости  $I$  от  $\alpha$  для эталона, а другой — на определении изменений интенсивности фона [37]. Вторым способ принципиально неверен, поскольку в нем не может быть учтено изменение ширины дифракционной линии и срезание ее щелью счетчика. Затруднения в первом способе связаны со сложностью изготовления бестекстурного эталона из исследуемого материала, имеющего плотность, близкую к плотности компактного образца.

Для острых линий (отожженные образцы) относительное уширение при наклоне образца больше, чем для широких линий (деформированные образцы).

Срезание дифракционной линии щелью счетчика является основным источником ошибок, поэтому для увеличения точности предложено использовать эталонный образец с шириной дифракционной линии, близкой к исследуемому текстурованному [38].

Заслуживает также внимания предложение использовать офсетный эталонный образец для определения поправки на дефокусировку [39]. Идея состоит в том, что, используя офсетный образец из анализируемого текстурованного материала, можно симметричные точки ППФ получить наклоном на разные углы  $\alpha$ . Различия интенсивности в этих точках при условии симмет-

ричной текстуры обусловлено дефокусировкой. Одна из точек должна лежать в области углов  $\alpha$ , где поправка не требуется. Простым расчетом удастся получить сведения для всех значений  $\alpha$ , причем одновременно учитываются все факторы дефокусировки, как инструментальные, так и относящиеся к образцу, включая влияние поглощения (подробности см. гл. IV, раздел 2). Поправки, определенные по офсетному образцу в работе [39], отличались от полученных с помощью порошковых спрессованных и спеченных эталонов.

Внимание к вопросам коррекции дефокусировки расчетным путем возросло в последнее время в связи с развитием методов математической обработки результатов текстурного анализа. Расчетная корректировка справедлива только для данной настройки гониометра (юстировка, профиль первичного пучка, размер щелей и т. д.). Другие, указанные выше факторы, вызывающие дефокусировку, изменяются в зависимости от геометрических [40, 41].

Уширение линии  $\Delta 2\theta$  как функции углов  $\alpha$  и  $\theta$ , высоты первичного пучка на образце  $W$  и диаметра гониометра  $D$  может быть рассчитано по формуле

$$\Delta 2\theta = (W \operatorname{tg} \alpha \sin 2\theta / \sin \theta) 2/D. \quad (25)$$

Из формулы (25) видим, что при постоянных  $W$  и  $\alpha$  уменьшение  $\theta$  приводит к уширению пика и может привести к потере интенсивности при неизменной ширине щели счетчика  $\omega_c$  [40].

Для расчетов на ЭВМ удобна простая зависимость, установленная экспериментально:

$$I_\alpha / I_{\alpha=0} = K \exp P_\alpha, \quad (26)$$

где  $P$  — коэффициент, учитывающий геометрические факторы конкретного гониометра, например в работе [40] экспериментально по эталону определено  $P=1,03$ .

Однако, как было показано в работах [39 и др.], поправка по порошковому и компактному эталонам различается. В работе [41] предложено более строгое решение проблемы, включающее экспериментальное определение профиля линии  $T_0(\varphi)$  при  $\alpha=0^\circ$  и расчетное при  $\alpha \neq 0$ :

$$I(\varphi, \alpha) = W^{-1} \int_{-W/2}^{+W/2} I_0[\varphi - Z\psi(\theta, \alpha)] dZ, \quad (27)$$

Рекомендуемые щели для разных методов съемки, мм

Метод	Положение щели и ее назначение		перед счетчиком $\omega_c$ ограничение по горизонтали*2
	№ 1*1 непосредственно после трубки, определяются размерами образца	№ 2, перед образцом, главная щель, влияет на расходимость пучка и дефокусировку	
Наклона	Ограничение пучка по горизонтали 1; 2; 4	Ограничение пучка по вертикали 1; 0,5; 0,3	$\omega_c = \frac{\Delta\theta\alpha}{360} - 2\pi R$ (практически не ограничивается) или выбирается, исходя из положения соседних рефлексов
Поворота	Ограничение пучка по вертикали 2; 4; 8	Ограничение по горизонтали 1; 0,5; 0,3	То же
На просвет	То же	То же	а) то же; б) при наличии плато у дифракционного профиля 1; 0,5

Примечание.  $\Delta\theta$  — ширина линии;  $R$  — радиус гониометра.

\*1. В некоторых конструкциях гониометров вместо одной имеются две щели после трубки, при этом вторая может быть идентична первой или главной.

\*2. Ограничение по вертикали определяется максимальной интенсивностью.

где  $\varphi$  — угловое расстояние от  $\theta$ ;  $W$  — высота пучка на образце; функция  $Z\psi(\theta, \alpha)$  описывает уширение дифракционной линии от участка образца на расстоянии  $Z$  от оси наклона;  $\psi(\theta, \alpha) = (\cos \theta \operatorname{tg} \alpha) \cdot 360/\pi D$ , где  $D$  — диаметр гониометра.

Щель счетчика шириной  $\Delta\theta$  принимает интенсивность, равную

$$I(\alpha) = \int_{-\Delta\theta/2}^{+\Delta\theta/2} I(\varphi, \alpha) d\varphi. \quad (28)$$

Уравнения (27) и (28) удобны для расчетов с помощью ЭВМ. Профиль линии  $I_0(\varphi)$  при  $\alpha=0^\circ$  определяют экспериментально с узкой щелью детектора при дискретном изменении  $\theta$  от  $-\Delta\theta/2$  до  $+\Delta\theta/2$ ; при этом уже учитываются особенности гониометра, уширение из-за дифракции на внутренних слоях и из-за плоской формы образца.

С учетом описанных выше особенностей методов рекомендуется использовать щели, указанные в табл. 2.

#### 4. ПРЯМЫЕ ПОЛЮСНЫЕ ФИГУРЫ

##### Аксиальная текстура

Принцип измерения. Аксиальную текстуру плоских образцов, например осажденных слоев, сечений толстой проволоки и прутка, исследуют съемкой на отражение методом наклона или поворота. При этом ось  $B$  может быть как перпендикулярной, так и параллельной плоскости образца  $q$  (рис. 26).

При наклоне (или повороте) образца на угол  $\alpha$  в отражающее положение попадают плоскости  $\{hkl\}$ , для которых  $N_{hkl}$  составляет с  $B$  соответственно угол  $\rho=\alpha$  при оси  $B$ , перпендикулярной плоскости  $q$ , и угол  $\rho=90^\circ-\alpha$  — при оси  $B$ , параллельной  $q$ .

Для определения текстуры в проволоке диаметром 0,1—1,5 мм (съемка одной проволочки) или сборного образца из нескольких тонких (диаметр  $< 0,1$  мм) проволочек на рамке используют метод наклона, но образец располагают по отношению к трубке и счетчику, как при съемке «на просвет», т. е. ось образца при всех углах  $\alpha$  остается в плоскости, делящей пополам угол между  $\bar{S}_0$  и  $\bar{S}'$  (рис. 27). Образец омывается первичным

пучком и в дифракции участвуют лишь поверхностные слои.

В исходном вертикальном положении образца отражают плоскости  $\{hkl\}$ , параллельные оси проволоки  $B$ . При наклоне образца на угол  $\alpha$  в отражающее положение последовательно попадают  $\{hkl\}$ , нормаль к которым составляет с осью  $B$  угол  $\rho = 90^\circ - \alpha$ . Этим методом в принципе можно провести съемку в интервале углов  $\alpha$  от  $90$  до  $0^\circ$ , т. е. получить полную ППФ. Съемку, од-

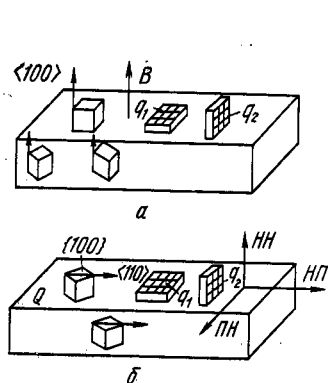


Рис. 26. Возможное положение анализируемой плоскости  $q$  в объеме образца:

$a$  — образец с аксиальной текстурой  $\langle 100 \rangle$ ;  $b$  — образец с текстурой прокатки  $\{100\} \langle 110 \rangle$

нако, проводят до критического угла наклона  $\alpha_{кр}$ , после которого введение поправки невозможно (см. ниже). Возвратно-поступательное перемещение рамки обеспечивает равномерное облучение материала и хорошее усреднение в случае относительно крупного зерна. При отсутствии перемещений рамки сечение пучка должно быть существенно больше диаметра проволоки.

Съемка дифрактометрических кривых. Съемка кривых для аксиально текстурированного образца может проводиться при изменении только угла  $\alpha^*$  (рис. 28,  $a$ ). Для этого образец, у которого ось  $B$  параллельна плоскости  $q$ , во время съемки должен все время

\* Съемка кривых при изменении только одного угла  $\alpha$  вручную занимает приблизительно около 0,5—1 ч.

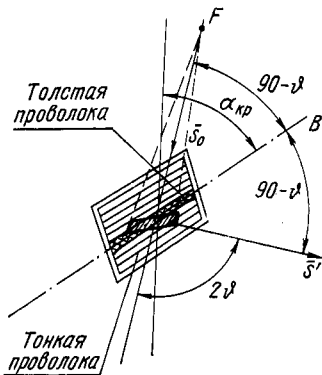


Рис. 27. Схема съемки при определении текстуры единичной проволоки или тонкой проволоки, уложенной в рамку

находиться в нулевом положении по углу  $\beta$ , соответствующему данному методу (см. табл. 1). Образец, у которого ось  $B$  перпендикулярна  $q$ , может быть установлен произвольно во время съемки, поскольку для него любые положения по  $\beta$  эквивалентны.

Быстрое вращение по углу  $\beta$  вокруг оси  $X$  (со скоростью 60 об/мин) рекомендуется лишь при анализе крупнозернистых образцов, для которых ось  $B$  перпендикулярна  $q$ .

Коррекция интенсивности при исследовании текстуры проволоки. При съемке мето-

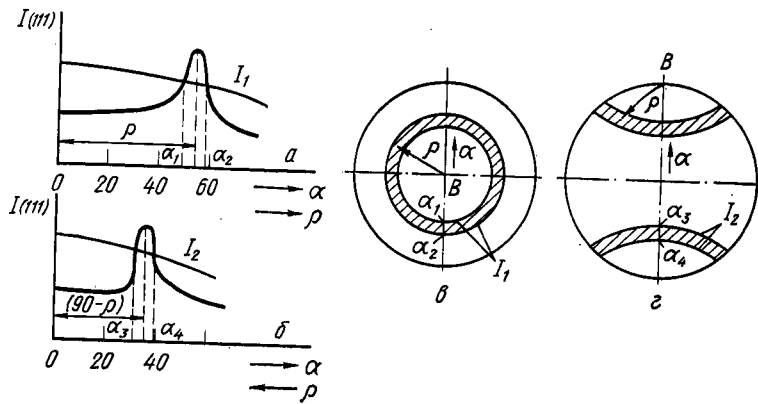


Рис. 28. Дифрактометрические кривые  $I(111)$  от  $\alpha$  и построенные по ним полюсные фигуры аксиальной текстуры  $\langle 100 \rangle$  (схема):  $a, \alpha - q$  перпендикулярна оси  $B$ ;  $b, \alpha - q$  параллельна оси  $B$

дом наклона цилиндрических образцов (проволоки) изменение угла  $\alpha$  приводит к изменению поглощения и объема, участвующего в отражении. При использовании первичного пучка с малой вертикальной и большой горизонтальной расходимостью, в интервале углов  $\alpha$  от  $90^\circ$  до  $\alpha_{кр}$  (см. рис. 27), где проекция облучаемой длины образца на ось гониометра не изменяется, коррекция измеренной интенсивности  $I_{изм}$  может быть проведена по формуле  $I = I_{изм}/L$  ( $L$  — коэффициент, зависящий от углов  $\phi$  и  $\alpha$  дан в работе 1. Имеются также ограничения по углу  $\phi$ . При  $\mu r \geq 20$  (где  $r$  — радиус образца) эта формула справедлива для углов  $\phi \leq 45^\circ$ . Критический угол  $\alpha_{кр}$ , после которого формула

уже не справедлива, зависит от размеров пучка на образце, изменяющихся с углом  $\phi$ , и диаметра образца, и может быть определен экспериментально с помощью флуоресцирующего экрана. Для получения сведений о центральной части ППФ съемка должна проводиться с поперечного сечения проволоки.

При исследовании тонкой проволоки, натянутой на рамку в несколько рядов, поправку вводят, как при съемке «на просвет». Только при очень малом диаметре проволоки и коротковолновом излучении поправкой можно пренебречь.

Построение полюсной фигуры и определение ориентировки. Ось текстуры  $\langle uvw \rangle$  может быть установлена без построения ППФ из анализа дифрактометрической кривой. Для этого находят угол  $\rho$  между осью  $\langle uvw \rangle$ , параллельной оси образца  $B$ , и нормалью  $N_{hkl}$  к анализируемым плоскостям  $\{hkl\}$ . Угол  $\rho$  связан с углом  $\alpha_{\max}$ , соответствующим максимуму интенсивности на кривой  $I$  от  $\alpha$  (рис. 28, а), соотношениями, зависящими от взаимного расположения оси  $B$  и плоскости образца  $q$ : при  $B \perp q$   $\rho = \alpha_{\max}$ ; при  $B \parallel q$   $\rho = 90^\circ - \alpha_{\max}$ .

Среднестатистическое рассеяние текстуры  $\Delta\rho$  приблизительно равно полуширине пика на кривой  $I$  от  $\alpha$  (рис. 28, а). Зная угол  $\rho$  и индексы  $N_{hkl}$ , можно, как было показано для фотометода (см. гл. II), найти ось текстуры  $\langle uvw \rangle$ .

Полюсная фигура дает наглядное представление о виде текстуры ее интенсивности и рассеяния. При построении ППФ в произвольных уровнях интенсивности на дифрактометрическую кривую  $I(\alpha)$  наносят несколько выбранных уровней  $I_1, \dots, I_h$ , изменяющихся в зависимости от  $\alpha$  в соответствии с поправкой, и находят координаты  $\alpha_1, \dots, \alpha_h$  точек пересечения уровнями кривой (рис. 28, а). Затем эти точки переносят на вертикальный диаметр сетки Болдырева или Вульфа и отмечают около них соответствующие значения  $I$ .

Так как плоскость проекции (полюсной фигуры) всегда выбирается параллельной плоскости образца  $q$ , то при  $B \perp q$  проекция оси  $B$  совпадает с центром плоскости проекций и ППФ содержит кольцо повышенной полюсной плотности, отстоящее на угол  $\alpha = \rho$  от ее центра. При  $B \parallel q$  ось  $B$  лежит в плоскости проекции (обычно ее совмещают с вертикальным диаметром сетки Вульфа) и

ППФ содержит параллели (пояса) повышенной плотности, отстоящие от полюсов сетки Вульфа на угол  $\rho$ , равный  $90^\circ - \alpha$  (рис. 28, в). Исходя из этого, при построении ППФ через точки  $\alpha_k$ , отмеченные на вертикальном диаметре сетки с указанием интенсивности  $I_k$ , проводят в случае  $B \perp q$  концентрические окружности, а в случае  $B \parallel q$  — параллели.

ППФ может быть построена также с учетом фона в уровнях относительной интенсивности  $I^*$ , рассчитанных по формуле

$$I^* = (I_\alpha - I_{\text{фон}})_{\text{обр}} / (I'_\alpha - I'_{\text{фон}})_{\text{эт}}, \quad (29)$$

где  $I_\alpha$  и  $I_{\text{фон}}$  — интенсивность и фон (за структурной линией) для образца;  $I'_\alpha$  и  $I'_{\text{фон}}$  — то же, для эталона при тех же углах  $\alpha$ .

Преимущество ППФ, построенных в уровнях относительной интенсивности, в том, что можно проводить сопоставление текстуры образцов, исследованных в разных режимах съемки.

*Текстура прокатки.* Съемка дифрактометрических кривых. Текстура прокатки обычно анализируется по кривым, снятым при непрерывном изменении угла  $\beta$  и дискретном или непрерывном изменении угла  $\alpha$ . Плоский образец чаще всего вырезается из прокатанного листа так, чтобы его плоскость  $q$  была параллельна плоскости прокатки. Дискретное изменение угла  $\alpha$  (поворот образца вокруг оси  $Y$  или  $Z$ ) производят в нулевом положении по углу  $\beta$ . При съемке кривых на ленте самописца вручную или с помощью специального метчика наносят штрихи, соответствующие углу  $\beta = 0$  (рис. 29).

Так как направления НП и ПН являются осями симметрии для прокатанного листа, то при хорошей юстировке образца на текстурдифрактометре пики кривых при  $\alpha = \text{const}$  должны быть практически симметричными относительно положений НП ( $\beta = 0$  и  $180^\circ$ ) и ПН ( $\beta = 90$  и  $270^\circ$ ). Если же симметрия кривых выражена недостаточно отчетливо, а изменения угла  $\beta$  при  $\alpha = 0$  приводят к изменению интенсивности, то это может быть вызвано следующими причинами: плохой юстировкой текстурдифрактометра; неточной установкой образца в нулевое положение по углу  $\alpha$ ; недостаточно ровной поверхностью образца; некоторым отклонением от симмет-

рии в самой текстуре, например, за счет асимметрии поля деформации.

Полный оборот образца вокруг оси НН в держателе ГП-2 (ГП-14) занимает около 10 мин; следовательно, съемка кривых, необходимых для построения центральной части ППФ съемкой «на отражение» с шагом  $\Delta\alpha=5^\circ$  требует 2—2,5 ч, а полной ППФ 4—4,5 ч.

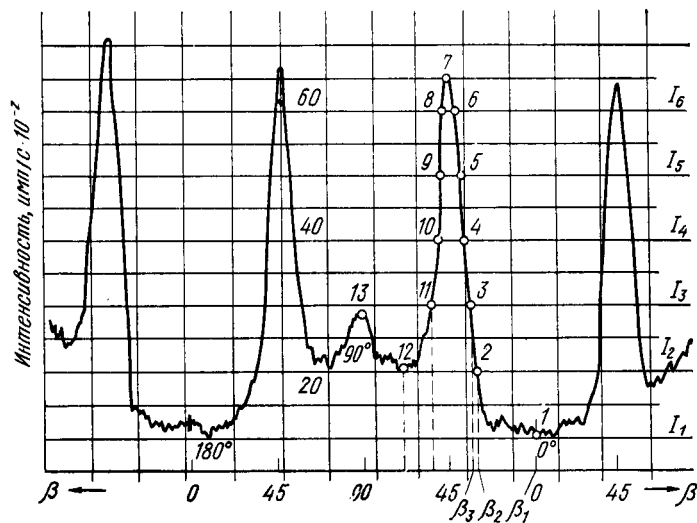


Рис. 29. Текстураграмма  $\{110\}$  для прокатанного на 60% вольфрама при  $\alpha=50^\circ$  (показана масштабная линейка для определения углов  $\beta$ ):  $I_k$  — уровни интенсивности; 1—13 — точки, по которым строят ППФ

Построение полуколичественной полюсной фигуры. Построение ППФ по кривым, полученным при дискретном изменении угла  $\alpha$ , проводится с помощью радиальной сетки Болдырева. Если же кривые регистрируются при одновременном, непрерывном изменении как угла  $\beta$ , так и угла  $\alpha$  (рис. 30), то построение ППФ ведется с помощью специальной спиральной сетки, вычерченной на основе радиальной с заданным шагом (обычно 5 или  $10^\circ$ ).

Для точки ППФ с координатами  $(\alpha_k, \beta_k)$  интенсивность  $I$  может быть определена как соответствующее значение ординаты кривой на ленточной диаграмме (рис. 29) с учетом поправки или же в относительных

единицах ( $I'$ ) (рис. 30), приведенных к эталону, согласно соотношению (29).

На кривых для  $\alpha=\text{const}$ , при которых поправки на дефокусировку или поглощение не вводятся, проводят 3—6 уровней интенсивности  $I_1, \dots, I_k$  (см. рис. 29). Для других углов  $\alpha$  уровни наносят с учетом соответствующих поправок. Можно также на дифракционную кривую наложить шаблон, выполненный на прозрачной пленке или кальке, на котором проведены уровни, крат-

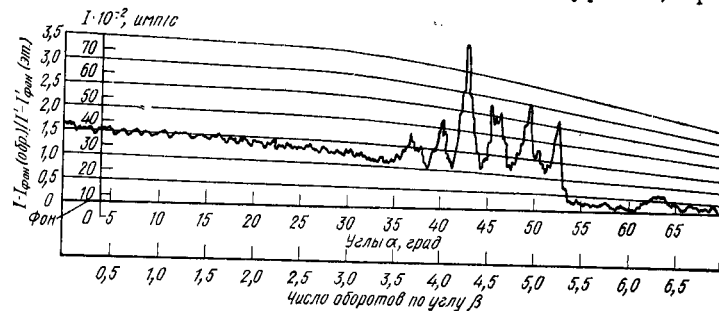


Рис. 30. Текстураграмма  $\{110\}$  образца сплава Fe—3% Si с кубической текстурой, снятая при одновременном, непрерывном изменении углов  $\alpha$  и  $\beta$  (шаг спирали  $10^\circ$ )

ные интенсивности бестекстурного эталона, как показано на рис. 30. Это облегчает построение ППФ и одновременно обеспечивает учет поправки.

Углы  $\beta$  с точностью  $\pm 1^\circ$  определяют с помощью прозрачной масштабной линейки, построенной, исходя из соотношения между скоростями перемещения ленты самописца и изменения угла  $\beta$ . Эту линейку накладывают на кривую или наносят на шаблон (рис. 29, 30). Точки  $(\alpha, \beta)$  пересечения уровней шаблона с кривой, а также координаты текстурных пиков переносят на обычную или спиральную полярную сетку Болдырева. При этом  $\alpha$  соответствует радиальной, а  $\beta$  — азимутальной координате полярной сетки. Около точек  $(\alpha, \beta)$  на сетке отмечается соответствующая им интенсивность. Затем точки с одинаковыми значениями  $I_k$  соединяют замкнутой кривой (см., например, рис. 72—78). Области ППФ, ограниченные уровнями наибольшей интенсивности, соответствуют областям сгущения нормалей  $N_{hkl}$ , для которых строилась ППФ, и, следовательно, характеризуют преимущественные ориентировки кристаллитов.

Основные неточности при построении ППФ связаны с ошибками, возникающими при корректировке интенсивности на поглощение и дефокусировку, а также при согласовании результатов, полученных съемкой «на отражение» и «на просвет». С развитием машинных методов обработки результатов рассматривание этих вопросов приобрело особенно большое значение.

Для согласования уровней интенсивности в центральной и периферийной частях ППФ необходимо получить кривые для одного и того же кольца ( $\alpha=60$  или  $65^\circ$  съемкой на «отражение» и «на просвет». Следует иметь в виду, что если в исходном положении ( $\beta=0^\circ$ ) при съемке методом наклона НП было совмещено с осью гониометра  $Z$ , а при съемке «на просвет» с осью  $Y$ , как указано в табл. 1, то при согласовании результатов кривые, полученные для одного кольца двумя методами, не смещают относительно друг друга. Если же НП для обоих схем съемки располагалось одинаково, то необходимо сместить одну из кривых на  $90^\circ$  по углу  $\beta$  относительно другой<sup>1</sup>.

Общий уровень интенсивности и высота текстурных пиков на одном и том же кольце ППФ, полученном разными методами, оказываются различными в основном из-за условий поглощения образцом. Поэтому для построения периферийной части ППФ, снятой «на просвет», вводится согласующий коэффициент  $\delta$ :

$$\delta = \frac{\sum_{\beta=0}^{360} (I_{\alpha} - I_{\alpha\text{фон}})_{\text{отр}} K_{\alpha\text{отр}}}{\sum_{\beta=0}^{360} (I_{\alpha} - I_{\alpha\text{фон}})_{\text{пр}} K_{\alpha\text{пр}}}, \quad (30)$$

где  $\sum_{\beta=0}^{360} (I_{\alpha} - I_{\alpha\text{фон}})$  — суммарная интенсивность под кривой над уровнем фона на кольце  $\alpha=\text{const}$  в числителе — при съемке «на отражение», а в знаменателе — «на просвет»;  $K_{\alpha}$  — соответствующие поправочные коэффициенты на дефокусировку и поглощение;  $\sum_{\beta=0}^{360} I_{\alpha}$  находят

<sup>1</sup> Это связано с тем, что оси наклона и поворота взаимно перпендикулярны и смещение нормали  $N_{\text{нл}}$  при изменении угла  $\alpha$  происходит соответственно вдоль вертикального и горизонтального диаметров ППФ.

планиметрированием. Иногда пользуются формулой

$$\delta = (\Delta I_{\alpha\text{отр}} K_{\alpha\text{отр}}) / (\Delta I_{\alpha\text{пр}} K_{\alpha\text{пр}}), \quad (31)$$

где  $\Delta I_{\alpha}$  — высота текстурного пика, зарегистрированного разными методами. Это допустимо в случае острых текстур. При разбивке на уровни дифракционных кривых для следующих колец ППФ, снятых «на просвет», высоту уровней умножают на соответствующие  $K_{\alpha\text{пр}}$  и делят на  $\delta$ .

Полюсные фигуры, построенные в уровнях относительной интенсивности (так и в произвольных уровнях), являются полуколичественными, поскольку при сопоставлении с интенсивностью одного и того же эталона не учитываются изменения отражательной способности исследуемых образцов, связанные с различием совершенства решетки и величины зерна. Это затрудняет сравнение ППФ разных образцов.

Построение количественной полюсной фигуры. Чтобы иметь возможность сопоставлять друг с другом ППФ образцов, имеющих различную степень искажения решетки (разные степень деформации или режимы отжига) или разных материалов, необходимо выполнять построение в уровнях полюсной плотности. За единственный уровень полюсной плотности, соответствующий беспорядочной ориентировке кристаллитов в данном материале, принимают [42] интенсивность, усредненную по полной полюсной фигуре (полусфере проекций) исследуемого образца:

$$\bar{I} = \frac{1}{2\pi} \int_{\beta=0}^{2\pi} \int_{\alpha=0}^{\pi/2} I_{\beta,\alpha} \sin \alpha d\beta d\alpha, \quad (32)$$

где  $I_{\beta,\alpha}$  — интенсивность в точке  $(\beta, \alpha)$ , исправленная на дефокусировку и поглощение<sup>1</sup>.

Практически величину  $\bar{I}$  определяют двукратным планиметрированием и усреднением полученных результатов. Вначале измеряют площадь  $F_{\alpha}$  под кривыми интенсивности над уровнем фона для всех зарегистрированных значений  $\alpha=\text{const}$  (интегрирование по  $\beta$ ). Затем строят график зависимости величин  $F_{\alpha} K_{\alpha} C_1 \sin \alpha \cdot \delta$  от угла  $\alpha$  (рис. 31), где  $K_{\alpha}$  — поправочный коэффициент;  $C_1$  — масштабный коэффициент первого планиметриро-

<sup>1</sup> Как показано в работе [43],  $\cos \alpha$  следует заменить на  $\sin \alpha$ .

вания, имп/с;  $C_1 = A_1 B_1 D / 360^\circ$ , где  $A$  — количество гра-  
дусов  $\beta$  в 1 мм диаграммной ленты;  $B_1$  — количество  
имп/с в 1 мм по шкале ординат диаграммной ленты;  
 $D$  — количество мм<sup>2</sup> в 1 ед. планиметрирования;  $\delta$  — со-  
гласующийся множитель, определяемый по формуле  
(31) для области, снятой «на просвет»; для области  
снятой «на отражение»  $\delta = 1$ ;

$$K_\alpha = (I_0 - I_{\text{фон}}) / (I_\alpha - I_{\alpha\text{фон}}) \quad (33)$$

определяется по бестекстурному эталону<sup>1</sup>.

Планиметрирование пло-  
щади под кривой графика  
рис. 31 (интегрирование по  
 $\alpha$ ) дает общий объем ин-  
тенсивности по полусфере  
проекции  $V$ , откуда

$$\bar{I} = VC_2 / 2\pi,$$

где  $C_2$  — масштабный коэф-  
фициент второго планимет-  
рирования имп/с;  $C_2 =$   
 $= A_2 B_2 D / 90^\circ$ , где  $A_2$  и  $B_2$  —  
масштаб по осям графика  
рис. 31;  $V$  — в единицах  
планиметра.

Рассмотренный метод  
можно считать безэталон-  
ным, т. е. бестекстурный  
эталон используется здесь  
только для определения по-  
правки  $K_\alpha$ , а  $\bar{I}$  определяется  
из дифракционной кривой  
исследуемого образца.

Точность постро-  
ения прямых полюсных фи-  
гур. Интенсив-  
ность в данной точке ППФ пропорциональна объему кри-  
сталлов, нормали к отражающим плоскостям которых  
попадают в небольшую пространственную область вок-  
руг точки измерения; размеры последней определяются

<sup>1</sup> Относительная погрешность, которая вносится, если  $K_\alpha$  опре-  
деляется без учета фона, т. е.  $K_\alpha = I_0 / I_\alpha$ , возрастает при увеличении  
угла  $\alpha$  и составляет для  $\alpha = 55^\circ$  10—12% и  $\alpha = 60^\circ$  14—16% для  
линий {111} и {200}, как показано в работе [43].

расходимостью первичного и дифрагированного пучков.  
Точность определения уровней ППФ прежде всего за-  
висит от точности измерения интенсивности на дифрак-  
тометре. В современных дифрактометрах со скинтилля-  
ционной регистрацией и хорошей стабилизацией режи-  
ма работы трубки она составляет около  $\pm 5\%$ . Погреш-  
ности, вносимые при корректировке интенсивности и  
согласовании результатов, полученных разными мето-  
дами, количественно оценить трудно, поскольку они в  
большой мере зависят от тщательности работы экспе-  
риментатора.

Точность определения координат на ППФ составля-  
ет для азимутального угла  $\beta$  около  $\pm 1^\circ$ ; для радиально-  
го угла  $\alpha$  она может меняться в зависимости от цены  
делений лимба приставки и выбранного шага измене-  
ния угла ( $\Delta\alpha$ ).

Качественный анализ прямых полюсных  
фигур. Текстурированный материал можно рассмат-  
ривать как промежуточное состояние между материалом  
со статистически хаотичным распределением ориенти-  
ровок кристаллитов и монокристаллом (т. е. материа-  
лом с идеальной ориентировкой). Поэтому одним из  
способов определения текстуры служит описание ее  
идеальными ориентировками монокристаллов с учетом  
рассеяния.

Анализ ориентировок проводится путем поочередно-  
го наложения ППФ на известные стандартные проекции  
монокристаллов (так называемые сетки Закса) для то-  
го же типа решетки, что и исследуемый текстурированный  
поликристаллический материал, и совмещения участков  
сгущения нормалей на ППФ с выходами тех полюсов  
на стандартной проекции, для которых строилась ППФ.  
Для материалов с кубической решеткой текстура легко  
определяется с помощью заранее построенных ППФ для  
разных  $N_{hkl}$ , на которых обозначены наиболее часто  
встречающиеся идеальные ориентировки текстуры про-  
катки и рекристаллизации (рис. 2 Приложения).

В случае указанного совмещения индексы  $\{hkl\}$ ,  
совпадающие с центром ППФ, характеризуют плоскос-  
ти, параллельные плоскости прокатки, а индексы  
 $\langle u, v, w \rangle$  точки пересечения вертикального диаметра  
(совпадающего с НП) с окружностью полюсной фигуры  
(для кубических кристаллов) — характеризуют кристал-  
лографическое направление, параллельное НП.

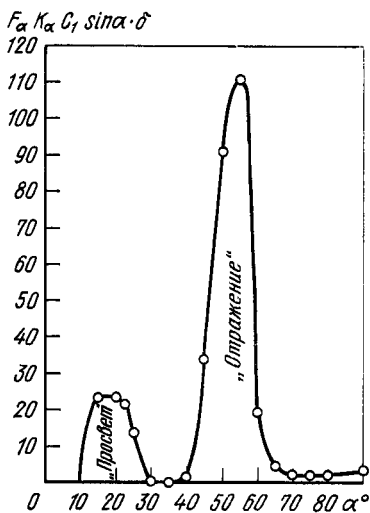


Рис. 31. Вспомогательный график  
для определения величины средней  
интенсивности по полюсной фигуре  
 $F_\beta, \alpha$  планиметрированием



Рассмотрим, например, порядок расшифровки ППФ  $\{110\}$  для кубического кристалла изображенной на рис. 32. Области сгущения нормалей на ППФ хорошо совпадают с полюсами  $\{110\}$  на стандартной проекции  $[001]$  при ее расположении относительно ППФ, изображенном на этом рисунке. При этом выход НП на большом круге ППФ совмещается с нормалью  $[010]$  стандартной сетки. Очевидно, что текстура в этом случае может быть описана как  $\{100\} \langle 001 \rangle$ , что соответствует «кубической» ориентировке.

Текстура прокатанных металлов и сплавов чаще всего характеризуется не одной, а несколькими компонентами. При этом не все участки сгущения нормалей на ППФ будут совпадать с соответствующими нормальями для данной стандартной проекции, часть из них остается свободной. В таком случае надо подобрать другую стандартную проекцию, на которой те же нормали  $N_{hkl}$  попадут в ранее оставшиеся свободными текстурные максимумы ППФ. Таким образом, находится новая по сравнению с ранее найденной компонента текстуры. Выходы нормалей  $N_{hkl}$ , соответствующие каждой компоненте, обозначаются своими значками на ППФ (см. рис. 2 Приложения).

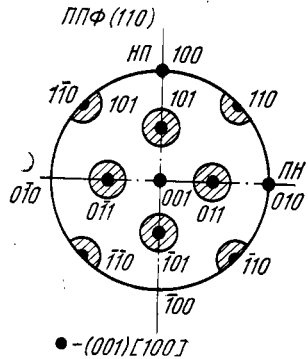


Рис. 32. Пример определения текстуры прокатки металла с о. ц. к. решеткой по ППФ  $\{110\}$  с помощью стандартной сетки для монокристалла

Для того чтобы более точно определить многокомпонентную текстуру прокатки и оценить количественное соотношение ориентировок, лучше построить и проанализировать несколько ППФ для разных  $\{hkl\}$ .

Расшифровка ППФ материала с кубической решеткой может быть выполнена аналитически. Для расчета идеальных ориентировок используют формулу (15); в нее подставляют индексы  $N_{hkl}$ , распределение которых соответствует рассматриваемой ППФ. Индексы второго направления — нормали  $[uvw]$  являются искомыми, описывающими преимущественную ориентировку, и соответствуют индексам НН или НП в зависимости от

измеренных на ППФ углов  $\rho$ . Измеряя углы между текстурными максимумами и НН или НП получают две системы уравнений, решение которых дает искомые индексы для НН и НП. При этом надо учитывать, что не все текстурные максимумы могут принадлежать одной ориентировке.

Для металлов и сплавов с некубической решеткой индексы кристаллографических плоскостей в общем случае численно не совпадают с индексами нормали к ним. (Такое совпадение имеет место лишь в следующих случаях: при тетрагональной решетке для плоскостей типа  $\{00l\}$ ,  $\{h00\}$ ,  $\{hh0\}$  и  $\{hk0\}$ ; при гексагональной — для  $\{00l\}$ ,  $\{hh.0\}$ ; при ромбической — для  $\{h00\}$ ,  $\{0k0\}$  и  $\{00l\}$ ). Поэтому для правильной записи компонент текстуры прокатки этих материалов необходимо сделать специальный пересчет.

Способ такого пересчета для металлов с г.п. решеткой приведен, например, в работе [44]. Так как на стандартной сетке даны гномостереографические проекции плоскостей, то индексы плоскостей  $(hkl)$ , параллельных плоскости прокатанного листа, так же как и для кубической решетки, определяются индексами центра стандартной сетки. В отличие от этого индексы направлений  $[uv.w]$  параллельных НП, не могут быть определены прямо индексами точки  $(h_1 k_1 l_1)$  на большом круге этой сетки, совпадающей с НП. Для этого делается расчет, при котором искомое направление  $[uv.w]$  находят, как направление, перпендикулярное плоскости  $(h_1 k_1 l_1)$ .

Рассматриваются три взаимно перпендикулярные плоскости:  $(hk.l)$ ,  $(h_1 k_1 l_1)$  и  $(h_2 k_2 l_2)$ , соответственно перпендикулярные направлениям НН, НП и ПН для прокатанного листа. Так как искомое  $[uv.w]$  принадлежит одновременно плоскостям  $(hk.l)$  и  $(h_2 k_2 l_2)$ , то справедливы два следующих условия зональности:

$$hu + kv + lw = 0; \quad h_2 u + k_2 v + l_2 w = 0$$

и направление  $[uv.w]$  вычисляется из матрицы:  $\begin{vmatrix} h & k & l \\ h_2 & k_2 & l_2 \end{vmatrix}$ . Индексы  $(h_2 k_2 l_2)$  могут быть определены, как индексы точки, совпадающей с ПН, на большом круге стандартной сетки.

Очевидно, что указанный метод расчета текстуры может быть использован и для кристаллов с другой,

Текстуры прокатки металлов с г. п. решеткой в зависимости от угла  $\eta$  между базисной плоскостью (0001) и плоскостью прокатки

Характеристика	$\eta$ , град	Текстура
Поворот вокруг НП (для $c/a \leq 1,633$ )	0	(0001) [21,0]
	20	(12 $\bar{1}$ 6) [21,0]
	30	(12 $\bar{1}$ 5) [21,0]
	40	(12 $\bar{1}$ 4) [21,0]
Поворот вокруг ПН (для $c/a > 1,633$ )	—	—
	12—16	(10 $\bar{1}$ 6) [01,0]
	28—30	(10 $\bar{1}$ 4) [01,0]
	36—38	(10 $\bar{1}$ 3) [01,0]

нежели гексагональной, решеткой, если только для нее имеется необходимая стандартная сетка, на которой исследуемые  $N_{hkl}$  попадают в область сгущения нормалей ППФ, и если выход оси ПН на большом круге сетки совпадает с какой-либо обозначенной индексами точкой. При отсутствии необходимой стандартной сетки она может быть специально построена, путем поворота<sup>1</sup> уже имеющейся.

Если выход оси ПН на большом круге не совпадает с обозначенной точкой проекции, то индексы ( $h_2 k_2 l_2$ ) могут быть найдены следующим образом. Угол  $\phi$  между двумя плоскостями для гексагональной решетки определяется по формуле

$$\cos \phi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + 1/2 (h_1 k_2 + h_2 k_1) + \sqrt{h_1^2 + k_1^2 + h_1 k_1 + (3/4) l_1^2 (a/c)^2} \times + 3/4 l_1 l_2 (a/c)^2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + h_1 k_1 + 3/4 l_1^2 (a/c)^2}}; \quad (34)$$

так как рассматриваемые плоскости взаимно перпендикулярны, то:

$$h h_2 + k k_2 + 1/2 (h k_2 + h_2 k) + 3/4 l l_2 (a/c)^2 = 0;$$

$$h_1 h_2 + k_1 k_2 + 1/2 (h_1 k_2 + h_2 k_1) + 3/4 l_1 l_2 (a/c)^2 = 0.$$

Подставив в эти уравнения  $c/a = 1,633$ , что характерно для идеальной г. п. решетки, и зная ( $hk.l$ ) и ( $h_1 k_1 l_1$ ), можно подобрать индексы ( $h_2 k_2 l_2$ ).

В табл. 3 приведены результаты теоретического расчета, выполненного указанным способом по ППФ (0002), (10 $\bar{1}$ 0) и (10 $\bar{1}$ 1), текстуры прокатки металлов с г. п. решеткой с разным углом отклонения ( $\eta$ ) базисной плоскости (0001) от плоскости прокатки. Для этого использовалась стандартная сетка (0001) идеальной г. п. решетки с  $c/a = 1,633$ . Так как при изменении  $c/a$  от 1,55 до 1,90 углы между кристаллографическими направлениями меняются мало (на 1—2°), то эти результаты могут быть применены для определения текстуры многих металлов с г. п. решеткой (табл. 9 Приложения).

Преимущества дифрактометрического метода по сравнению с фотографическим.

<sup>1</sup> Правила поворота точек стереографической проекции приведены, например, в работе [10].

В отличие от фотографического метода при дифрактометрическом детальность обследования сферы проекций, а следовательно, точность метода не зависят от величины угла  $\phi$ , т. е. от излучения и типа плоскостей  $\{hkl\}$ , а определяются только выбором шага радиального угла  $\alpha$ , поэтому построение любых ППФ проводят по одной координатной сетке Болдырева.

Наиболее существенными преимуществами дифрактометрического метода являются возможность количественных измерений интенсивности отражений и быстрота регистрации. Они ярко проявляются при сопоставлении ППФ, полученных двумя методами.

На рис. 33 показаны полные ППФ  $\{111\}$  для лент сплава Fe—50% Ni толщиной 50 и 5 мкм, прокатанных с обжатиями 98,3 и 99,9% (верх и низ соответственно). Для получения сравнимых результатов образец из ленты толщиной 5 мкм набирали из 10 слоев. Полюсные фигуры, полученные дифрактометрическим методом (рис. 33, а), сопоставлены с построенными фотометодом (рис. 33, б). По ППФ, полученным фотометодом, невозможно сделать однозначное заключение о количественном соотношении ориентировок в текстуре деформации и его изменении с уменьшением толщины ленты. Из сравнения ППФ, полученных дифрактометрическим методом, видно, что текстура деформации ленты толщиной 50 мкм более интенсивная и четкая, а основные текстурные максимумы располагаются вблизи выходов нормалей ориентировки  $\{110\} \langle 112 \rangle$ , в то вре-

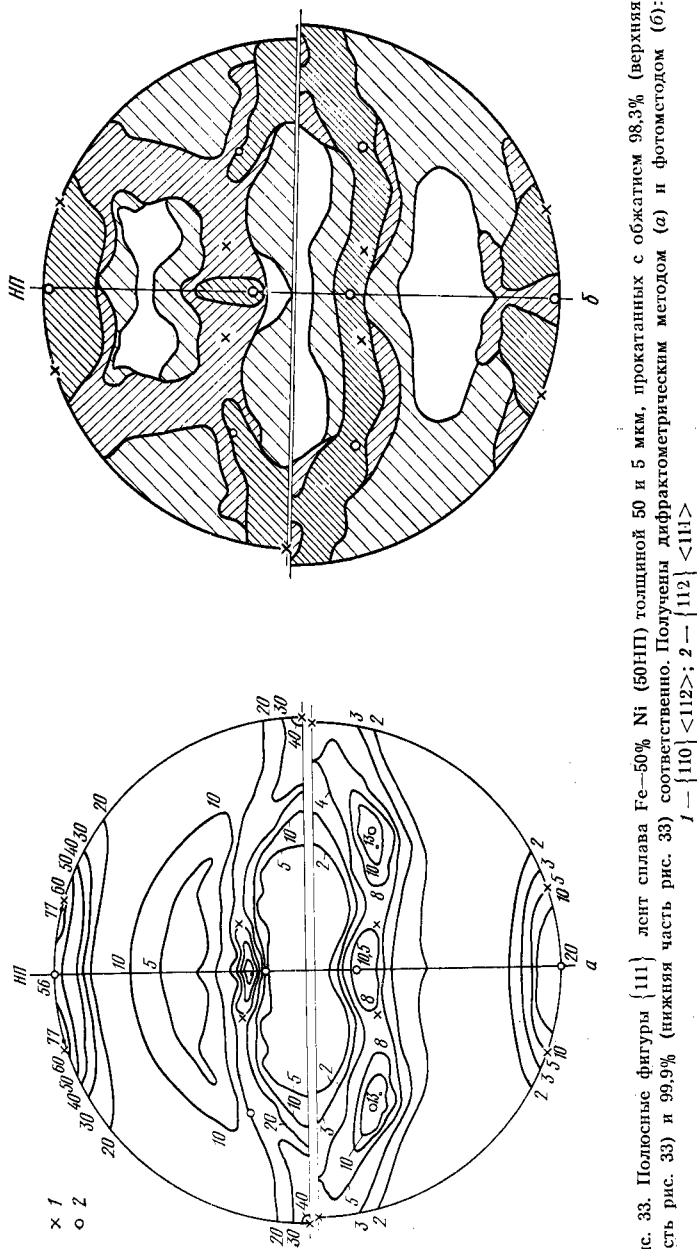


Рис. 33. Полюсные фигуры  $\{111\}$  (верхняя часть рис. 33) и  $\{110\}$  (нижняя часть рис. 33) соответственно. Получены дифрактометрическим методом (а) и фотометодом (б): лент сплава Fe—50% Ni (50НП) толщиной 50 и 5 мкм, прокатанных с обжатием 98,3% (верхняя часть рис. 33) и 99,9% (нижняя часть рис. 33) соответственно. Получены дифрактометрическим методом (а) и фотометодом (б):

мя как для ленты толщиной 5 мкм они совпадают с выходами для ориентировки  $\{112\} < 111 \rangle$ .

Дифрактометрические ППФ дают возможность приближенного, полуколичественного расчета процентного соотношения ориентировок (см. гл. V). Поскольку известно точное положение текстурных максимумов на ППФ, можно также определить отклонения от «идеальных» ориентировок. Рассмотрение конфигурации и интенсивности областей рассеяния позволяет анализировать наличие слабых ориентировок. В данном случае выявленное различие текстур деформации лент толщиной 50 и 5 мкм объяснило резкое ослабление кубической текстуры рекристаллизации в тончайших лентах этого сплава [45].

## 5. ОБРАТНЫЕ ПОЛЮСНЫЕ ФИГУРЫ<sup>1</sup>

Метод определения ОПФ по интегральным интенсивностям интерференций на дебаграммах был предложен Харрисом [15] и уточнялся в работах [46—49].

Для построения ОПФ анализируемое внешнее направление, связанное с образцом, должно быть расположено перпендикулярно исследуемой плоскости образца  $q$ . Для аксиальной текстуры этим направлением служит ось волочения  $B$ , и анализ может быть проведен по одной ОПФ (см. рис. 34, а). Для текстуры прокатки рассматриваемыми направлениями являются три: НН, НП и ПН. Поэтому анализ текстуры прокатки проводится по трем или хотя бы по двум ОПФ для осей НН и НП.

**Съемка дифрактометрических кривых.** В случае металлов с кубической, решеткой для увеличения числа интерференций разных  $\{hkl\}$ , а следовательно, и числа проанализированных полюсов на ОПФ используют Mo-излучение  $[\lambda(K_\alpha) = 0,07 \text{ нм}]$ . При этом если возможно образование вторичного характеристического излучения, то для его ослабления перед счетчиком ставится алюминиевая или никелевая фольга, толщиной в несколько десятых миллиметра.

Для металлов с некубическими решетками, например с г. п., даже при съемке на не очень жестком излучении (Fe-, Co- и Cu-аноды,  $\lambda(K_\alpha) = 0,15 \div 0,20 \text{ нм}$ .)

<sup>1</sup> Определение ОПФ, см. гл. I, раздел 4.

получается относительно большое число интерференций, благодаря чему ОПФ в области стандартного треугольника для данной решетки строится по достаточно большому числу полюсов (рис. 34),

При съемке плоскость образца  $q$  устанавливается перпендикулярно плоскости гониометра, и, так же как при обычном фазовом анализе, регистрируют кривую  $I(\theta)$ .

В нетекстурованном образце кристаллиты расположены хаотично по отношению к плоскости  $q$ , поэтому

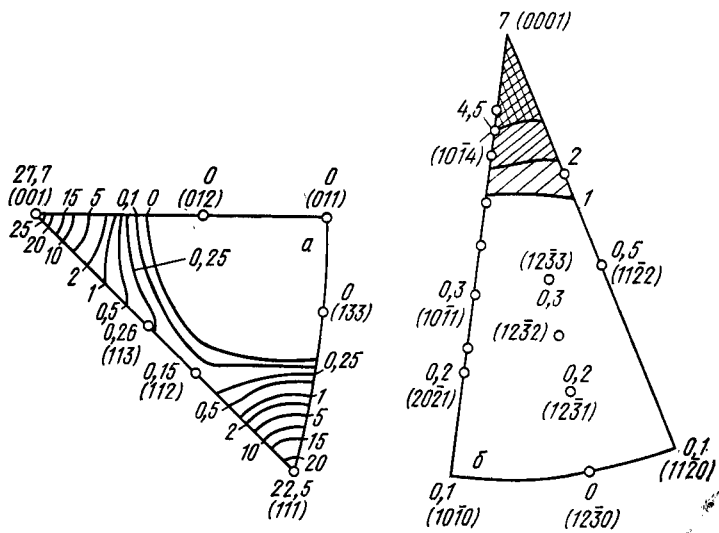


Рис. 34. Обратные полюсные фигуры:

$a$  — для направления оси  $B$  рекристаллизованного алюминиевого прутка [1];  
 $b$  — для направления НН, прокатанного по серийной технологии  $\alpha$ -сплава титана ВТ5-1 [145]

интегральная интенсивность  $I_{hkl}$  обусловлена только соответствующими множителями интенсивности (структурным, угловым и т. д.) и геометрией съемки. Для текстурованного образца  $I_{hkl}$ , кроме указанных факторов, зависит также от характера упорядоченного расположения кристалликов по отношению к  $q$ .

Построение обратных полюсных фигур и их анализ. Обратная полюсная фигура строится в области стереографического треугольника, выделенного из стандартной проекции монокристалла, вершинами которого яв-

ляются три главных направления:  $[001]$ ,  $[111]$ ,  $[110]$  для кубической и  $[001]$ ,  $[100]$ ,  $[110]$  — для гексагональной и тетрагональной решеток. При этом около каждого полюса  $N_{hkl}$  стандартного треугольника указывают соответствующую полюсную плотность  $P_{hkl}$ , определенную по формуле

$$P_{hkl} = \frac{(I_{hkl}/I_{hkl\text{эт}})n}{\sum_n I_{hkl}/I_{hkl\text{эт}}}, \quad (35)$$

где  $I_{hkl}$  — интегральная интенсивность отражения исследуемого образца;  $I_{hkl\text{эт}}$  — то же, для эталона, не имеющего текстуры;  $n$  — число анализируемых полюсов.

Образец без текстуры из того же материала, что и исследуемый текстурованный, используется для нормировки, поскольку в отсутствие текстуры  $P_{hkl}$  равна среднему значению, принимаемому за единицу, т. е.

$$P_{hkl\text{эт}} = \bar{P}_{\text{ср}} = (1/4\pi) \int_0^{4\pi} P_{hkl} d\Omega = 1, \quad (36)$$

где  $d\Omega$  — бесконечно малый телесный угол около данного внешнего направления, а  $4\pi$  — относительный объем, внутри которого заключена  $N_{hkl}$ . Если число интерференций велико, то можно ввести приближенную нормировку (37), использованную в формуле (36):

$$P_{hkl\text{эт}} = \bar{P}_{\text{ср}} = \sum_n P_{hkl} n \approx 1. \quad (37)$$

Для текстурованного образца  $P_{hkl} \neq P_{\text{ср}}$ . Если какой-либо полюс  $N_{hkl}$  на ОПФ имеет большую относительную плотность  $P_{hkl}$ , чем соседние, то из этого следует, что внешнее направление образца, для которого была построена ОПФ, с относительно большей вероятностью, чем в образце без текстуры, параллельно этой нормали  $N_{hkl}$ . Так, например, для аксиальной текстуры  $\langle 100 \rangle$  наибольшее значение  $P_{hkl}$  на ОПФ для оси  $B$  соответствует полюсу  $[001]$  (рис. 36,  $a$ ), для текстуры прокатки  $\{100\} \langle 110 \rangle$  на ОПФ для НН, максимальная  $P_{hkl}$  соответствует полюсу  $[001]$ , а на ОПФ для НП — полюсу  $[110]$ .

Рассмотрение отношений интенсивностей в формуле (35) исключает необходимость учета условий съемки.

Однако практически невозможно изготовить бестекстурный эталон, имеющий сходную субструктуру с исследуемым образцом; поэтому не исключаются факторы, влияющие на интенсивность отражений, связанные с совершенством решетки образца. Это надо учесть при количественном сопоставлении результатов, полученных для образцов с разной субструктурой. В формуле (35) не учитывается также различие плотностей разных нормалей на стереографической проекции, которое особенно существенно для кристаллов с высокосимметричной решеткой (кубической). Предложено два способа, учитывающих это обстоятельство.

В методе Вильсона [47] оценивается удельный вес полюса нормали, обусловленный множителем повторяемости  $M_{hkl}$ . Тогда условием нормировки является

$$P_{hkl\sigma\tau} = \bar{P}_{cp} = \sum_n P_{hkl} M_{hkl} / \sum_n M_{hkl} = 1 \quad (38)$$

и

$$P_{hkl} = \frac{(I_{hkl}/I_{hkl\sigma\tau}) \sum_n M_{hkl}}{\sum_n M_{hkl} (I_{hkl}/I_{hkl\sigma\tau})} \quad (39)$$

В другом методе, предложенном Моррисом, [48] кроме того, учитывается неравномерность распределения анализируемых нормалей в области стереографического треугольника, связанная с их ограниченным числом. Для этого стереографический треугольник, разбивают на участки, пропорциональные долям кристаллов  $A_{hkl}$  в бестекстурном образце.

Условно  $A_{hkl}$  считают пропорциональной доле площади стереографического треугольника, ограниченной биссектралью, т.е. меридианами, проведенными через середины угловых расстояний между рассматриваемым полюсом  $N_{hkl}$  и соседними, анализируемыми при данной съемке (рис. 35), табл. 12. Приложение.

Условием нормировки является

$$P_{hkl} = \bar{P}_{cp} = \sum_{\Delta} P_{hkl} A_{hkl} = 1. \quad (40)$$

Тогда полюсная плотность выражается соотношением

$$P_{hkl} = \frac{(I_{hkl}/I_{hkl\sigma\tau})}{\sum_{\Delta} A_{hkl} (I_{hkl}/I_{hkl\sigma\tau})} \quad (41)$$

Очевидно, что форма и размер элементарной площадки (многоугольника)  $A_{hkl}^*$  зависят от расположения и числа проанализированных полюсов, окружающих рассматриваемый, т.е. от типа решетки и длины волны излучения.

Множитель повторяемости при этом методе учитывается благодаря самому способу построения элементарных площадей  $A_{hkl}$ .

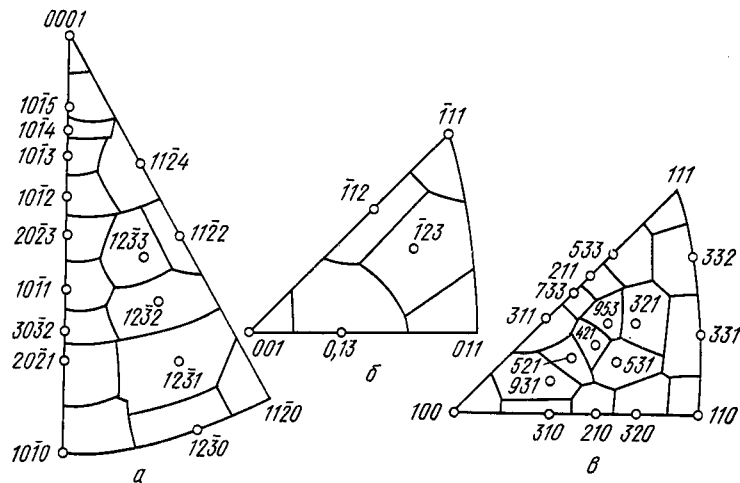


Рис. 35. Стереографический треугольник кристалла с г.п. решеткой ( $c/a = 1,60$ ) (а), с о.ц.к. решеткой (б) и с г.ц.к. решеткой (в), поделенный на области  $A_{hkl}$

Анализ этих методов, проведенный в работе [49], показал, что нормировка по площадям точнее учитывает распределение полюсной плотности на сфере проекций.

После того как около каждого проанализированного полюса стандартного треугольника проставлены соответствующие значения  $P_{hkl}$ , проводят линии выбранных уровней, соединяющие точки с одинаковой плотностью. Индексы полюсов, соответствующие наибольшей полюсной плотности, как указывалось выше, определяют компоненты текстуры (см. рис. 34).

Долю ориентировки  $\{hkl\}$  в случае острых текстур определяют по формуле.

\* Значения  $A_{hkl}$  приведены в работе [24].

$$f_{hkl} = \frac{(I_{hkl}/I_{hkl\sigma}) M_{hkl}}{\sum_n M_{hkl} \sum_{\Delta} A_{hkl}(I_{hkl}/I_{hkl\sigma})}. \quad (42)$$

При нормировке только по множителю повторяемости формула (42) имеет вид:

$$f_{hkl} = \frac{(I_{hkl}/I_{hkl\sigma}) M_{hkl}}{\sum_n M_{hkl}(I_{hkl}/I_{hkl\sigma})}. \quad (43)$$

При оценке рассеянной ориентировки суммируются интенсивности отражений, попадающих в область повышенной полюсной плотности, в которой находится рассматриваемый максимум. В этом случае

$$f_{\varphi} = \frac{\sum_{\Delta} (A_{hkl} I_{hkl}/I_{hkl\sigma})}{\varphi}. \quad (44)$$

где  $\varphi$  — заданный угол рассеяния ориентировки [48].

*Сравнение методов прямых и обратных полюсных фигур.* Основным преимуществом ППФ является удобство качественного анализа текстуры не только аксиального, но и ограниченного типа. Изготовление образцов для метода ППФ, как правило, не представляет затруднений. Использование съемки «на просвет» в методе ППФ позволяет получить для материалов с кубической решеткой сведения о любом направлении, лежащем в плоскости прокатки, тогда как в методе ОПФ требуется изготовление шлифа, поверхность которого перпендикулярна рассматриваемому направлению, что часто бывает сложным и практически невозможно при исследовании тонких лент и проволоки. Сбор информации, необходимой для построения ППФ, требует специальных устройств, однако исследование ее может быть выполнено сколь угодно подробно, что позволяет обнаружить изменения в областях рассеяния основных ориентировок. В связи с этим информация о ППФ используется в качестве исходной для математической обработки результатов текстурного анализа, включающей вычисление ОПФ и ФРО. Таким образом, ППФ является основой современного текстурного анализа.

Большим недостатком ППФ является совпадение некоторых текстурных максимумов, относящихся к разным кристаллическим ориентировкам. Достаточно

точное разделение ориентировок разного типа и их количественный анализ непосредственно по ППФ принципиально невозможны; существуют лишь условные методы полуколичественной оценки (рассмотренные в гл. V).

Этого недостатка лишены ОПФ, показывающие вероятность совпадения рассматриваемого направления в образце с различными кристаллографическими направлениями, что позволяет проводить количественный анализ. В случае простой аксиальной текстуры ОПФ дает исчерпывающую характеристику, поскольку ФРО становится двумерной и совпадает с ОПФ (см. гл. VI). Для более сложных текстур прокатки требуется рассмотреть минимум две ОПФ: для НП и НН. Однако при многокомпонентной текстуре прокатки попарное сочетание преимущественных кристаллографических направлений и плоскостей из ОПФ не определяется и качественный анализ должен проводиться по ППФ. В то же время индексы сложных идеальных ориентировок легче уточнять по ОПФ. Таким образом, ППФ и ОПФ дополняют друг друга.

Описанный выше метод ОПФ не требует использования специализированных приставок или гониометров; не требуется также обработка данных с помощью ЭВМ. В этом его большое преимущество. Необходимо, однако, учитывать следующие особенности и недостатки метода. Наиболее существенным недостатком является малое число отражений, интегральная интенсивность которых доступна для измерения, в особенности в случае металлов кубической симметрии. Например, при съемке алюминия в молибденовом излучении можно получить не более 18 отражений, причем некоторые из них перекрываются, а интерференции второго, третьего и т. д. порядков не дают дополнительной информации.

Таким образом, удается получить сведения о полюсной плотности лишь в немногих точках ОПФ и контуры равной полюсной плотности могут быть проведены весьма приблизительно. В том случае, если в спектре интерференций не имеется отражения, соответствующего индексам преимущественной ориентировки, ОПФ не отражает реальной текстуры материала. Перечисленные недостатки исключаются при получении ОПФ пересчетом из прямых фигур с помощью ЭВМ, когда ОПФ можно рассчитать сколь угодно подробно (см. гл. VI).

Поэтому модифицированный метод Харриса следует применять для излучения текстур материалов, дифракционный спектр которых содержит большое число линий (г. п. решетка и др. с более низкой симметрией) при отсутствии возможности использования ЭВМ.

## 6. ЭКСПРЕССНЫЕ ПРИБЛИЖЕННЫЕ МЕТОДЫ ДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ТЕКСТУРЫ

Существуют простые, экспрессные методы дифрактометрического исследования, позволяющие проводить массовый качественный и полуколичественный (хотя и в значительной мере приближенный) анализ текстуры.

Анализ кривых  $\bar{I}_\beta$  от  $\alpha$ . Изучается характер зависимости суммарной интенсивности  $\bar{I}_\beta$ , усредненной по углу  $\beta$  от угла  $\alpha$ , для различных интерференций ( $HKL$ ). Съемка кривых проводится при быстром вращении образца в своей плоскости вокруг оси  $X$  (обычно со скоростью 60 об/мин). Анализируются интерференции, соответствующие небольшим индексам  $\{hkl\}$ ,  $\{100\}$ ,  $\{110\}$ ,  $\{111\}$  и др.

Анализ положения пиков и их интенсивности на кривой  $\bar{I}_\beta$  от  $\alpha$  используют для определения аксиальной текстуры образцов, плоскость которых перпендикулярна оси волокна, а также текстуры прокатки. Для этого можно воспользоваться шаблоном (см. рис. 3 Приложения). На нем для разных интерференций ( $HKL$ ) с учетом углов между плоскостями  $\{hkl\}$  отмечены положения по углу  $\alpha$  основных, известных ориентировок текстуры прокатки и рекристаллизации материалов с кубической решеткой (см. табл. 8, 9 Приложения) при учете параллельности плоскости образца  $q$  плоскости прокатки. При этом в результате анализа кривой  $\bar{I}_\beta$  от  $\alpha$  удается определить только плоскости  $\{hkl\}$ , параллельные плоскости прокатки. Например, из характера кривых  $\bar{I}_\beta$  от  $\alpha$  на рис. 36 можно сделать заключение, что для прокатанной стали 12X18H10T основными компонентами текстуры являются ориентировки с плоскостями  $\{110\}$ , а для меди  $\{135\}$ . Однако при этом одновременно невозможно найти направления  $\langle uvw \rangle$ , параллельные НП (например, разделить влияние ориентировок  $\{110\} \langle 112 \rangle$  и  $\{110\} \langle 100 \rangle$ ). Для установления искомого направления проводят дополнительный анализ кривой  $\bar{I}_\beta$  от  $\alpha$  для образца, вырезанного перпендикулярно НП.

Другим недостатком описанного метода является трудность разделения пиков для близких по углам  $\alpha$  ориентировок. Для уточнения результатов анализируют несколько интерференций ( $HKL$ ), для которых эти ориентировки соответствуют разным сочетаниям углов  $\alpha$ .

Наиболее чувствительным метод анализа кривых  $\bar{I}_\beta$  от  $\alpha$  оказывается в области углов  $\alpha$ , близких к нулю. Основные достоинства указанного метода — это его быстрота: получение одной кривой при съемке «на отражение» занимает ~20 мин, а при съемке «на отражение» и «на просвет» — около часа.

Анализ интегральной интенсивности. Еще более быстрый, чем по кривым  $\bar{I}_\beta$  от  $\alpha$ , полуколичественный анализ текстуры может быть

проведен по интегральным интенсивностям  $I_{HKL}$ , полученных обычным дифрактометрическим методом, т. е. при изменении положения образца в интервале углов  $\phi \pm \Delta\phi$ , а счетчика  $2(\phi \pm \Delta\phi)$ . Кривые  $\{HKL\}$  снимаются в нулевом положении по углу  $\alpha$ . Для уменьшения влияния недостаточно хорошей юстировки и крупнозернистости образца его вращают в своей плоскости вокруг оси  $X$  со скоростью 60 об/мин.

Так как съемка ведется в условиях фокусировки по Брэггу — Брентано, то относительная величина  $I_{hkl}/I_{hkl_{от}}$  позволяет оценить вероятность расположения анализируемых плоскостей  $\{hkl\}$  парал-

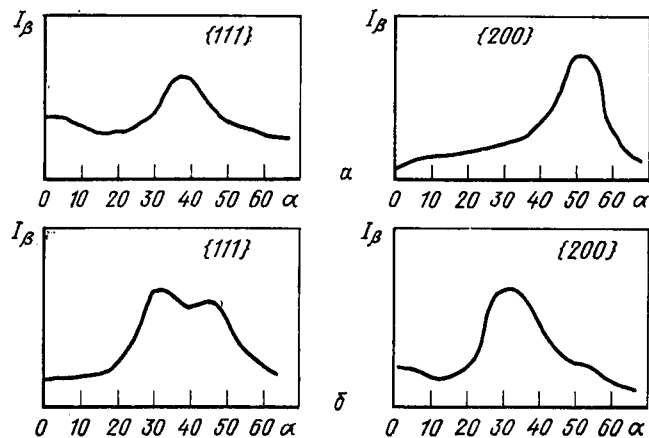


Рис. 36. Кривые  $I_\beta$  от  $\alpha$  для линий  $\{111\}$  и  $\{200\}$  холоднокатаной стали 12X18H10T с текстурой  $\{110\}$   $\langle 112 \rangle$  (а) и меди с текстурой  $\{135\} \langle 112 \rangle$  (б). Степень обжатия 70—80%

ельно плоскости листа. Поэтому для анализа текстуры выбирают интерференции ( $HKL$ ), соответствующие тем плоскостям, которые могут быть параллельными плоскости прокатки. Например, анализ изменения ориентировки  $\{110\} \langle 112 \rangle$  для г.ц.к. металлов проводят путем оценки интенсивности линии  $\{220\}$ .

Достоинством этого метода является его быстрота — съемка одной кривой занимает 5—10 мин. Однако этот метод обладает следующими существенными недостатками: интенсивность дифракционных линий с малыми углами  $\phi$  очень сильно зависит от эффекта первичной экстинкции, если величина области когерентного рассеяния попадает в интервал значений от 0,2—1,0 мкм (см. гл. IV); в отличие от анализа кривых  $\bar{I}_\beta(\alpha)$  этот метод позволяет проанализировать только одну ориентировку  $\{hkl\}$ , параллельную плоскости листа: так же как и при анализе кривых  $\bar{I}_\beta(\alpha)$ , для определения индексов направлений  $\langle uvw \rangle$ , параллельных НП, необходимо изучение образца, вырезанного перпендикулярно НП.

## 7. АППАРАТУРА ДЛЯ ДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКОГО ИЗУЧЕНИЯ ТЕКСТУРЫ

Как было показано выше, для регистрации пространственной картины распределения нормалей отражающих плоскостей неподвижным счетчиком требуются повороты образца вокруг двух взаимно перпендикулярных осей. В связи с этим для изучения текстур необходимо создание специальных устройств, обеспечивающих эти движения образца. Используются либо текстурные приставки к гониометрам общего назначения, либо специализированные текстургонометры с фокусировкой по Брэггу — Брентано (см. рис. 22).

После того как в 1948 г. Деккером и другими была предложена первая конструкция приставки для съемки «на просвет» [30], а в 1949 г. Шульцем — приставки для съемки «на отражение» методом наклона [28], создавались различные более совершенные конструкции текстурных приставок и гониометров, но схемы съемки принципиально не изменялись (см. рис. 21).

**Тектурные приставки.** Известны универсальные приставки, позволяющие сочетать съемку на отражение со съемкой на просвет и получать сведения, необходимые для построения полной ППФ [50, 51]. Поворот по  $\beta$  во всех известных устройствах осуществляется механически, наклон по  $\alpha$  либо вручную, либо в более совершенных конструкциях — механически. Дальнейшее усовершенствование конструкций связано с устройством дополнительного возвратно-поступательного перемещения образца в собственной плоскости без изменения геометрии съемки [52]. Это движение приводит к увеличению облучаемой поверхности образца и уменьшению статистических флуктуаций, что важно при изучении текстуры отожженных материалов.

Отечественные текстурные приставки: приставка конструкции ЦНИИЧМ<sup>1</sup> [53] и приставка ГП-2 к гониометру ГУР-5 аппарата «Дрон-1» (или ГП-14<sup>2</sup> к гониометру ГУР-8 аппарата «Дрон-2М») имеют универсальные держатели различной конструкции и снабжены устройства-

<sup>1</sup> Первая отечественная приставка, сконструированная и изготовленная в ЦНИИЧМ в 1955 г., была использована в ряде лабораторий, НИИ, вузов и ЦЗЛ.

<sup>2</sup> Приставки ГП-14 и ГП-2 конструктивно практически не различаются.

ми возвратно-поступательного перемещения образца в горизонтальном направлении.

На рис. 37 показана приставка ГП-14. Вращение образца по  $\beta$  производится от электродвигателя, расположенного в корпусе 1 через гибкий валик 2 со скоростью 36 град/мин. Этот же поворот может производиться вручную по шкале 3 вращением оси 4 с помощью торцо-

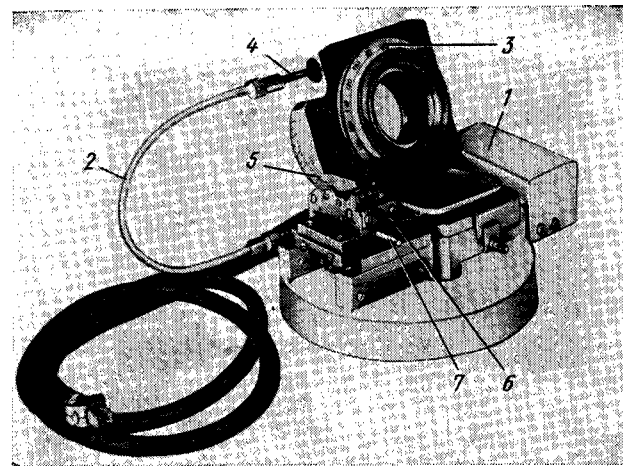


Рис. 37. Текстурная приставка ГП-14 (ГП-2)

вого ключа. Наклон при съемке на отражение осуществляется вручную по шкале 5 до  $\alpha = 70^\circ$  вращением червяка 6 с помощью торцового ключа. Установка плоскости образца относительно оси гониометра при юстировке приставки (см. гл. IV) производится микрометрическим винтом 7. Имеется возможность возвратно-поступательного перемещения держателя образца на  $\pm 7$  мм. Держатели образцов (диаметр 30 мм) выполнены в виде колец или кварцевых кювет.

Обеспечивается точная установка плоскости исследуемого образца по оси гониометра. Переход от съемки на отражение к съемке на просвет осуществляется разворотом приставки вокруг оси гониометра на  $90^\circ$ . При съемке методом наклона на входной щели гониометра закрепляется специальный коллиматор со сменными горизонтальными щелями высотой 0,5; 1 и 2 мм. Коллима-



тор может юстироваться относительно оси наклона образца.

Возвратно-поступательное перемещение держателя образца в горизонтальном направлении дает хороший эффект при съемке «на просвет» или методом поворота, когда используются вертикальные щели, и очень значительный эффект при съемке методом наклона с горизонтальными щелями. В этом существенный недостаток приставки ГП-2 (ГП-14). Второй недостаток состоит в том, что наклон по  $\alpha$  осуществляется вручную. Этот недостаток устраняется установкой дополнительного привода [54]. В приставке ГП-14 предусмотрено также быстрое вращение образца в собственной плоскости (60 об/мин).

Особенностью приставки фирмы «Филипс» (Голландия) является возможность одновременного вращения вокруг двух осей, так что нормаль к отражающей плоскости описывает спиральный путь в стереографической проекции с шагом спирали  $5^\circ$ . Поверхность плоского образца, прикрепленного на пластине к выдвижному столику, выставляется на ось гониометра прижатием к специальному щупу, который затем отворачивается в сторону. Образцу может сообщаться возвратно-поступательное перемещение с амплитудой  $\pm 3,5$  или 9 мм.

Последовательные повороты образца в новой приставке фирмы «Ригаку» к дифрактометру «Гейгерфлекс» № 2454Д1 (Япония) (рис. 38) осуществляются с помощью специального блока управления и системы контактов, что позволяет автоматизировать съемку по кольцам ППФ с шагом  $\Delta\alpha = 2; 5$  или  $10^\circ$ . Имеется набор скоростей вращения по  $\beta$ : 6; 12 и 24 град/мин. Возвратно-поступательное перемещение образца в собственной плоскости на  $\pm 10$  мм со скоростью 15 циклов/мин производится под углом  $45^\circ$  к оси гониометра, что обеспечивает значительное увеличение площади облучаемой поверхности образца при всех видах съемки. Однако вследствие изменения формы пучка на образце при его наклоне на большие углы (см. рис. 24) движение в диагональном направлении должно приводить к выходу части пучка за пределы образца, а следовательно, к потере измеряемой интенсивности.

Следует отметить, что возможность получения сведений, необходимых для построения полной ППФ сочетанием методов съемки «на отражение» и «на просвет»,

конструктивно не всегда реализуется и на ППФ остается неисследованная мертвая зона». Основной причиной этого является ограничение области ППФ при поворотах вокруг оси гониометра<sup>1</sup>. Диапазон углов  $\alpha$  растет при увеличении отношения размеров внутреннего диаметра держателя образца к его толщине.

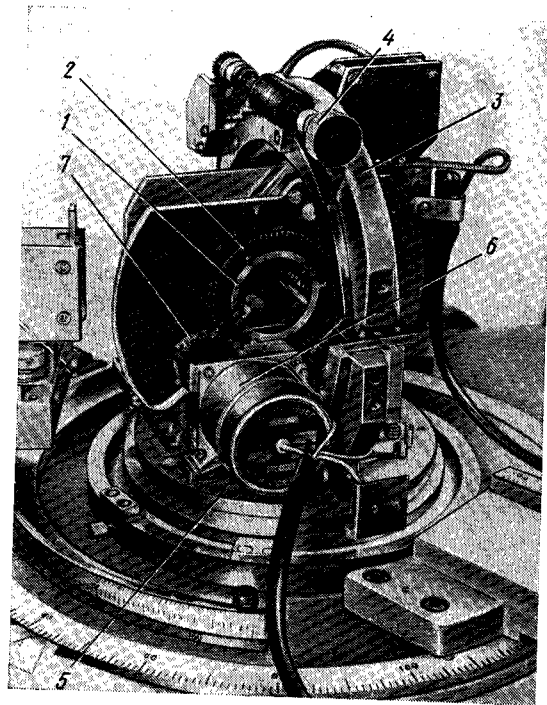


Рис. 38. Приставка фирмы «Ригаку»: 1 — держатель образца; 2 — лимб углов  $\beta$ ; 3 — дуга с лимбом углов  $\alpha$  в методе наклона; 4 — рукоятка ручного наклона по  $\alpha$ ; 5 — лимб углов  $\alpha$  в методе поворота; 6 — мотор; 7 — диск регулировки шага  $\Delta\alpha$

Текстуру проволоки исследуют с помощью тех же приставок, что и текстуру листа. Специальная приставка, в которой проволока, помимо наклона вокруг гори-

<sup>1</sup> Первая конструкция приставки к дифрактометру «Гейгерфлекс» (№ 24513 по каталогу фирмы «Ригаку») была основана на сочетании съемки «на просвет» и методом поворота «на отражение». При этом неизмеряемая «мертвая зона» ППФ составляла  $15^\circ$ .

зонтальной оси, вращается вокруг собственной оси [55], не нашла широкого применения.

*Текстургонометры и самописцы полюсных фигур.* Развитие рентгеновской аппаратуры для исследования текстур шло в направлении разработки специализированных гониометров и самописцев полюсных фигур. Прежде всего было учтено важное требование текстурного анализа крупнозернистых материалов — увеличение облучаемой поверхности за счет возвратно-поступательного перемещения в плоскости образца, причем направление перемещения изменялось в зависимости от выбора

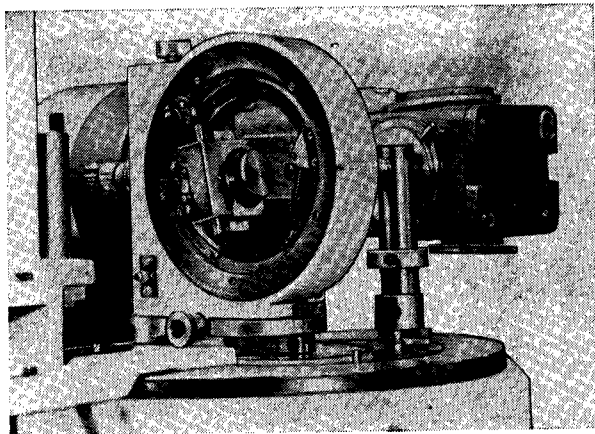


Рис. 39. Текстургонометр фирмы «Филипс»

метода съемки. Амплитуда этого перемещения достигла  $\pm 20$  мм [42] и даже  $\pm 30$  мм [56]. Соответственно был увеличен размер образцов до диаметра 40—60 мм. Учитывались, кроме того, требования автоматизации эксперимента. Был создан ряд текстур гониометров со спиральной разверткой [57] и с регулируемым шагом спирали [52, 58]. Появились также гониометры автоматического типа с регистрацией по кольцам ППФ, когда изменение угла  $\alpha$  совершалось дискретно после поворота на  $360^\circ$  по  $\beta$  [59]. Текстур гониометр фирмы «Филипс» (Голландия) с приставкой для съемки методом наклона (№ РW1078) по спирали показан на рис. 39. Возможна также съемка «на просвет» с изменением угла поворота  $\alpha$  вращую.

Необходимость согласования результатов, полученных съемкой «на отражение» и «на просвет», затрудняет автоматизацию построения полной ППФ. В связи с этим получили некоторое развитие гониометры, обеспечивающие построение полной ППФ с помощью только одного метода съемки «на отражение» с использованием образцов специальной формы. Так, были предложены конструкции гониометров для съемки плоских образцов, вырезанных под разными углами наклона к поверхности листа [60], в виде шара [61], цилиндрических, выточенных из толстого листа под разными углами [62]. Последние поочередно устанавливаются в гониометре несколько эксцентрично и омываются первичным пучком, вращаясь вокруг собственной оси. При этом в отражающее положение попадают кристаллографические плоскости, нормали которых перпендикулярны осям образцов и описывают круги, центры которых расположены в разных точках стереографической проекции. При достаточном

числе образцов удается обследовать всю ППФ, причем соединение различных ее участков производится без коррекции интенсивности.

Из описанных гониометров применение нашел только гониометр со сферическим образцом. Метод оказался удобным для исследования текстур сильно поглощающих материалов, таких как уран, поскольку здесь не требуются поправки ни на поглощение, ни на дефокусировку.

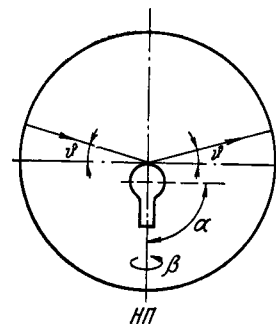


Рис. 40. Схема текстургонометра для съемки сферических образцов

При изготовлении сферического образца (обычно диаметром около 5 мм) оставляют стерженек, ось которого совпадает с НП. Образец устанавливают так, чтобы его поверхность касалась оси гониометра, а стерженек лежал в его плоскости и делил пополам угол между подающим и отраженным лучами (рис. 40). Тогда в отражающем положении находятся плоскости, перпендикулярные НП и содержащие ПН. Во время съемки образец непрерывно вращается вокруг НП (по углам  $\beta$ ) и дискретно вокруг оси гониометра (по  $\alpha$ ). Построение ППФ

производится с помощью сетки Вульфа. Исходное положение соответствует полюсу сетки, вращение  $\alpha$  — смещению вдоль большого круга, а вращение  $\beta$  — обследованию проекции по широтным кругам. Как видно из рис. 40, поворот  $\alpha$  на  $90^\circ$  может быть осуществлен в обе стороны без каких-либо ограничений. Таким образом, удастся снять полную ППФ, не меняя геометрические условия съемки.

Недостатки способов съемки сферического и цилиндрических образцов следующие: при повороте образца лучи дифрагируют от разных участков по толщине материала и слоистость текстуры влияет на результаты; трудности изготовления; невозможность сканирования, т. е. непригодность для изучения текстуры крупнозернистых материалов.

Специальная конструкция держателя требуется для получения полной ППФ методом наклона одного образца, имеющего форму усеченного конуса [63]. Конус с основанием диаметра 50 мм изготавливается из пакета толщиной от 4 до 10 мм соединенных вместе листов на циркулярном шлифовальном станке и подвергается травлению для удаления поверхностного наклепанного слоя. Нормаль к плоскости прокатки совпадает с осью конуса. Ось наклона образца является касательной к поверхности конуса и перпендикулярна его образующей. Наклон на  $90^\circ$  обеспечивает съемку полной ППФ. Преимущество по сравнению с методом шара состоит в возможности исследования крупнозернистых материалов при условии возвратно-поступательного перемещения вдоль образующей конуса. Недостатком является необходимость введения поправки на изменение интенсивности отражения с увеличением угла наклона.

Автоматизация процесса построения ППФ стала возможной с разработкой самописцев ППФ, работающих синхронно с текстургонометрами: круг с диаграммной бумагой вращается со скоростью поворота образца по углам  $\beta$ , а записывающее устройство смещается в радиальном направлении синхронно с изменением угла  $\alpha$  в масштабе стереографической проекции. Различие конструкций самописцев связано в основном со способом регистрации градаций интенсивности на полярной диаграмме: это либо запись чернилами разного цвета [64], либо линиями разной толщины [65], либо изменение характера записи (сплошная линия, тире, точки и т. д.)

[66], либо вариация цвета и толщины линии (5 цветов и 2 толщины дают 10 градаций интенсивности) [67], либо фоторегистрация с вариацией интенсивности засвечивания фотобумаги [68].

*Текстурдифрактометры.* Использование дифрактометров общего назначения для исследования текстур не позволяет осуществить автоматизацию измерений в полной мере. Рост потребности в текстурных исследованиях и их специфика, в частности необходимость автоматического ввода поправок при построении ППФ, стимулировали разработку специализированных текстурдифрактометров. Примером таких дифрактометров могут служить текстурдифрактометры фирмы «Сименс» ФРГ (по каталогу № 4. 1973) и фирмы «Ригаку» (Япония).

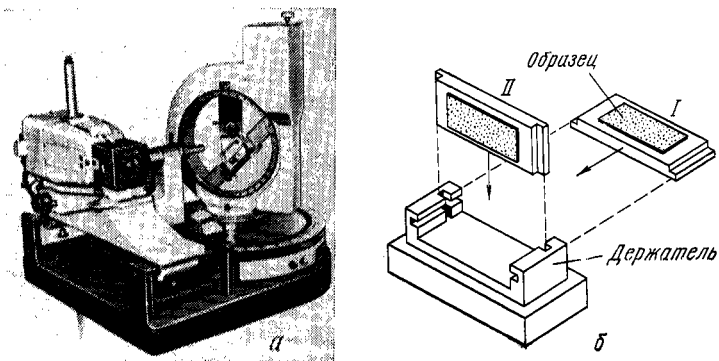


Рис. 41. Текстургонометр фирмы «Сименс» (а) и конструкция держателя образца (б). I и II — положение образца при съемке «на отражение» и «на просвет» соответственно

Важными особенностями дифрактометра фирмы «Сименс» являются возможность перехода от съемки «на отражение» к съемке «на просвет» без подъюстировки (обеспечивается оригинальной конструкцией держателя образца) (рис. 41), автоматическая корректировка фона, поглощения и дефокусировки при построении ППФ в масштабе стереографической проекции, выдача числовых данных для последующей их обработки ЭВМ.

Текстурдифрактометр фирмы «Ригаку» характеризуется высокой степенью автоматизации. Наличие двух гониометров, один из которых настроен для съемки «на отражение» методом наклона, а второй — для съемки «на

просвет», позволяет автоматизировать построение нескольких полных ППФ для одного образца. Дифрактометр управляется малой ЭВМ с лентой магнитной записи. Автоматизированы корректировка фона и ввод поправок. Построение ППФ осуществляется двухкоординатным самописцем, причем шаг по углам  $\alpha$  может быть переменным для уменьшения густоты точек измерения в центральной части фигуры, где она велика из-за особенностей стереографической проекции.

Имеются два варианта записи ППФ: интенсивность обозначается различными цифрами во всех точках измерения либо только при смене уровня интенсивности. Недостатком дифрактометра являются малый размер образца (диаметр 34 мм) и малая амплитуда его возвратно-поступательного перемещения (до  $\pm 10$  м).

**Автоматический текстурдифрактометр ДАРТ-2,0.** Принцип действия и режимы работы. Дифрактометр ДАРТ-2,0<sup>1</sup> специализирован для изучения текстуры и предусматривает автоматическое построение полной ППФ [69]. ДАРТ-2,0 удовлетворяет требованиям высокой степени автоматизации, обеспечивает возможность исследования разнообразных образцов: порошков, шлифов, фольг, проволоки и т. д. и обработки результатов с помощью ЭЦВМ. Он может использоваться как для научных исследований, так и для заводского контроля: наличие разнообразных режимов работы дифрактометра позволяет наряду с детальным анализом проводить экспрессное определение текстуры.

Помимо известных схем съемки впервые в практике текстурных исследований осуществлена новая схема съемки «на просвет», не требующая изменения геометрических условий, принятых при съемке «на отражение» методом наклона (рис. 42). В этом случае регистрация интенсивности производится вторым счетчиком, расположенным в вертикальной плоскости гониометра на гониометрическом секторе. Ось поворота по  $\alpha$  остается горизонтальной, как и в методе наклона.

Съемка осуществляется либо в дискретном (поточечном), либо в непрерывном режимах. При съемке в дис-

кретном режиме выходные данные получают в виде цифропечати или перфоленты. В последнем случае дальнейшая обработка производится ЭЦВМ. При съемке в непрерывном режиме получают полуколичественную ППФ, зарегистрированную построителем, входящим в комплект ДАРТ-2,0. При этом поправка на поглощение и дефокусировку вводится автоматически.

Имеются два вспомогательных режима: полуавтоматический и ручной. При полуавтоматическом режиме происходит только поворот по  $\alpha$  без вращения образца

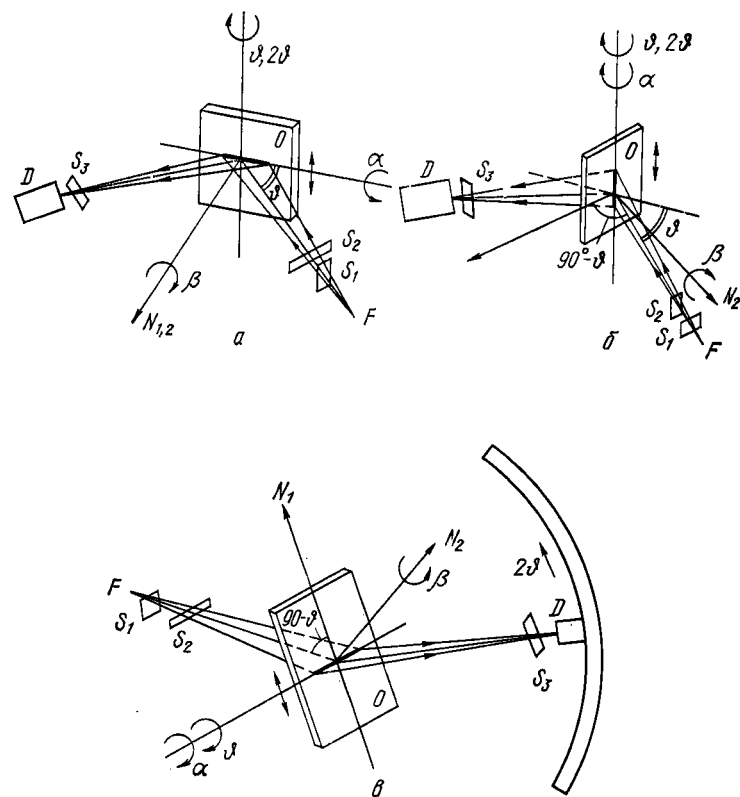


Рис. 42. Схемы съемки в дифрактометре ДАРТ-2,0: а — съемка «на отражение» (расположение щелей показано для метода наклона); б, в — съемка «на просвет» с детектором (б — в горизонтальной плоскости; в — в вертикальной плоскости на гониометрическом секторе); F — фокус трубки, D — детектор; S<sub>1</sub> и S<sub>2</sub> — щели, ограничивающие первичный пучок; S<sub>3</sub> — щель, ограничивающая дифрагированный лучок; N<sub>1</sub> и N<sub>2</sub> — нормали к отражающей плоскости и к поверхности образца

<sup>1</sup> Серийно выпускается ЛНПО «Буревестник» (Ленинград), разработан совместно с ЦНИИЧМ (Москва). Бородкина М. М., Ведерников Ю. Н., Евграфов А. А. и др. Авт. свид. № 278199. Опубли. в Б. И., 1970, № 25, с. 127.

по углам  $\beta$ . Этот режим используется для определения поправочных коэффициентов с помощью эталонных образцов (см. ниже), а также для получения радиальных разрезов ППФ. Ручной режим работы предназначен для установки образца в произвольные положения  $\beta_i, \alpha_i$ . Он используется при уточнении интенсивности текстурных максимумов, выборе режимов съемки и других вспомогательных операциях.

Помимо специализированных режимов, предназначенных для получения ППФ, имеется обычный, характерный для всех рентгеновских дифрактометров, режим съемки с непрерывным поворотом приставки с образцом и детектором вокруг вертикальной оси гониометра с соотношением угловых скоростей  $\dot{\varphi} : 2\dot{\theta} = 1 : 2$ . Этот режим предназначен для регистрации дебаеграмм, а также для исследований текстуры методом ОПФ.

Основные технические данные ДАРТ-2,0. Область исследуемых углов дифракции  $0-160^\circ (2\theta)$ .

Точность отсчета углов поворота образца и детектора  $0,02^\circ$ . Предельные углы съемки: «на отражение»  $0-80^\circ$  (в области  $2\theta = 16 \div 150^\circ$ ), «на просвет»  $90-60^\circ$  (в области  $2\theta \leq 60^\circ$ ). Рентгеновская трубка БСВ-11 с коаксиальным вводом. Максимальный анодный ток и напряжение на трубке 60 мА и 50 кВ. Вращение образца вокруг нормали в его поверхности (по  $\beta$ ) непрерывное со скоростями: 9, 18, 36, 72, 144 или 288 град/мин или дискретное с шагом 4; 2 и  $1^\circ$ . Дискретный поворот образца вокруг горизонтальной или вертикальной осей гониометра (по  $\alpha$ ) с шагом 1; 3; 6 или  $9^\circ$ . Скорость поворотов приставки и детектора вокруг вертикальной оси ( $\dot{\varphi}$  и  $2\dot{\theta}$ ) 0,5; 2 и 1; 4 град/мин соответственно. Пределы измерений по  $\alpha$  в методе наклона:  $-10 \div +81^\circ$ . Пределы измерений по  $\beta$ :  $0-360^\circ$ ;  $0-180^\circ$ ;  $0-90^\circ$ . Детектор излучения сцинтилляционный СРС-4-4П. Суммирующее возвратно-поступательное перемещение образца в направлении, перпендикулярном оси наклона с заданной амплитудой:  $\pm 4$ ;  $\pm 8$ ;  $\pm 10$ ;  $\pm 12$ ;  $\pm 16$  мм. Наличие держателей для закрепленных шлифов, проволоки, фольг, приготовления эквивалентных образцов.

Форма получения выходных данных: 1) дифрактометрические кривые; 2) полуколичественные ППФ в шести градациях интенсивности; 3) цифropечать суммарной интенсивности по кольцам полюсной фигуры; 4) цифropечать изменений интенсивности вдоль радиуса ППФ;

5) цифropечать или регистрация на перфоленту дискретных данных по любой области ППФ.

Конструкция дифрактометра ДАРТ-2. Дифрактометр (рис. 43) состоит из системы автоматического управления 1, гониометрического устройства 2 с текстурной приставкой, высоковольтного источника питания 3, электронно-вычислительного устройства 4 типа ЭВУ-1-4, построителя ППФ 5, устройства вывода инфор-

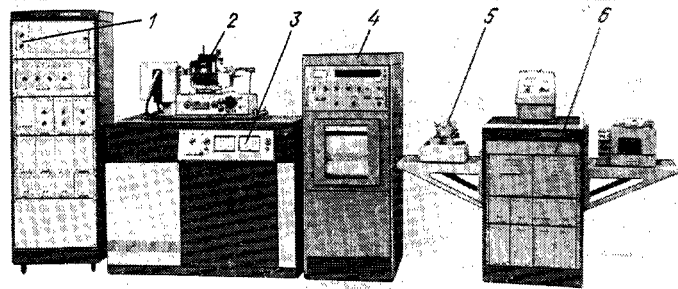


Рис. 43. Внешний вид дифрактометра ДАРТ-2,0

мации 6 типа «Ладoga», с цифropечатающей машинкой и ленточным перфоратором типа ПЛ20-2.

На столе унифицированного источника питания ВИП-2-50-60 3 (рис. 43) размещено специализированное гониометрическое устройство ГУР-11 2 с текстурной приставкой 1 (рис. 44). На кронштейне корпуса размещено устройство крепления и юстировки трубки 3.

На гониометре установлен сектор 4, представляющий собой дугу, геометрический центр которой совпадает с оптическим центром гониометра. По сектору может перемещаться устройство для закрепления детектора 5 со щелевым устройством, используемое для съемки на просвет по схеме рис. 42, в.

Текстурная приставка 1 (рис. 44) обеспечивает последовательные изменения положений образца по заданной программе. Для выведения плоскости образца на ось гониометра предусмотрено соответствующее перемещение приставки с помощью специальных винтов. Поворот образца вокруг нормали к его поверхности по углу  $\beta$  и наклон на угол  $\alpha$  производится шаговым двигателем 6. Переход от вращения к наклону и обратно происходит

при включении и отключении электромагнитной муфты. Углы  $\beta$  и  $\alpha$  отсчитываются по шкалам 7 и 8 с ценой деления соответственно 2 и 1°.

Образец приводится в возвратно-поступательное движение с помощью электродвигателя ДПМ-35 9. Амплитуда колебаний регулируется сменой кулачков.

Для исследований текстуры проволоки используют либо автоматическую съемку методом наклона, если образцом служит шлиф, содержащий поперечное или про-

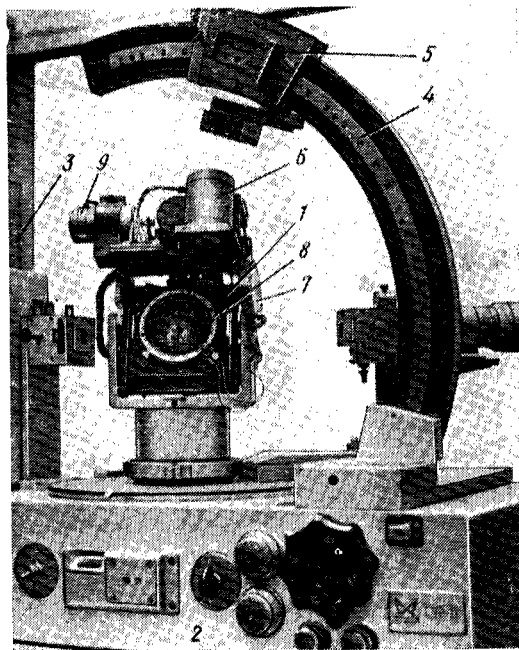


Рис. 44. Гониометр ГУР-11 с текстурной приставкой и гониометрическим сектором

дольное сечение проволоки, либо ручной режим съемки на просвет с медленным вращением по  $\beta$ , если образцом служит единичная проволока или рамка с уложенными на ней рядами тонкой проволоки, либо полуавтоматический режим съемки на отражение, когда образующая поверхность прутка или толстой проволоки совмещена с осью гониометра (схемы съемки см. выше).

Для съемки спектра интерференций (дебаграмм) крупнозернистых материалов предусмотрено быстрое (60 об/мин) вращение образца в собственной плоскости от двигателя ДПМ-35.

Построитель (рис. 45) предназначен для записи полной или части ППФ в установленных исследователем уровнях интенсивности. Координата пишущего элемента на бумаге совпадает с координатой нормали отражающей плоскости  $\{hkl\}$  в стереографической проекции. Это

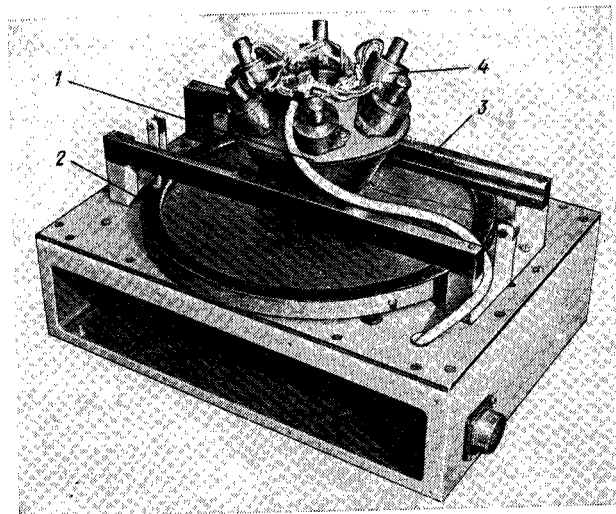


Рис. 45. Построитель полюсных фигур дифрактометра ДАРТ-2.0

достигается синхронизацией вращения диска 2 с вращением образца по  $\beta$  с помощью шагового привода, а также синхронизацией движения узла записи 1 вдоль радиуса диска с поворотом образца по  $\alpha$ . При этом шаг по радиусу диска неравномерный, пропорциональный  $\operatorname{tg} \frac{\alpha}{2}$ ,

благодаря чему построение ППФ выполняется в масштабе стереографической проекции. На диске имеется круговая шкала с ценой деления  $2^\circ\beta$ , а на направляющей 3—шкала с ценой деления  $5^\circ\alpha$  в масштабе стереографической проекции радиуса 100 мм. Это позволяет контролировать координаты  $\beta$ ,  $\alpha$  регистрируемой точки во время записи.

Узел записи имеет шесть перьев с шариковыми стержнями разных цветов. Управление перьями осуществляется с помощью соленоидов 4. Каждому цвету соответствует определенный диапазон интенсивности, который задается исследователем.

Система автоматического управления (САУ-5Д) является специализированным устройством, осуществляющим автоматизацию процессов измерения и построения полюсных фигур.

Помимо блоков управления, в стойке САУ-5Д размещен блок введения поправок.

На передней панели стойки задаются необходимые условия эксперимента: вид (схема) съемки, режим регистрации, скорость вращения по  $\beta$ , либо шаг  $\Delta\beta$ , шаг  $\Delta\alpha$ , пределы по  $\beta$  и по  $\alpha$ . Схема работы ДАРТ-2,0 в непрерывном автоматическом режиме показана на рис. 46.

Введение поправок и согласование областей полюсной фигуры при автоматической регистрации. Для определения и ввода поправок в держатель приставки помещают эталонный бестекстурный образец из исследуемого материала.

Эталон устанавливают в отражающее положение и щелью счетчика регулируют регистрируемую интенсивность таким образом, чтобы она немного превышала уровень срабатывания пера какого-либо цвета построителя ППФ. Затем последовательно изменяют угол  $\alpha$  с шагом  $3^\circ$  нажатием клавиши включения полуавтоматического режима. В каждом положении  $\alpha$  регулируют соответствующее сопротивление в блоке поправок так, чтобы напряжение было на грани срабатывания пера того же цвета, что и при  $\alpha=0^\circ$ .

После введения поправки регистрируемый построителем уровень (цвет) остается постоянным при всех положениях эталона по углам  $\alpha$  в то время, как интенсивность, записываемая ленточным самописцем КСП-4, изменяется из-за дефокусировки или поглощения.

В случае регистрации полной ППФ поправку для наружной ее части вводят с учетом дополнительного коэффициента  $\delta$ , который получается в результате согласования с областью, снятой на отражение. Согласование производится предварительно путем сопоставления и выравнивания угловой протяженности уровней интенсивности на одном кольце ППФ, зарегистрированном двумя способами.

Как видно из схемы, приведенной на рис. 47, уровни интенсивности  $I'_1$  и  $I'_2$  при съемке «на просвет», соответствующие синему и красному цветам на рассматриваемом кольце ППФ, могут отличаться от уровней  $I_1$  и  $I_2$  при съемке «на отражение». Их высота  $I'_1$  и  $I'_2$  подбирается таким образом, чтобы угловая протяженность дуг

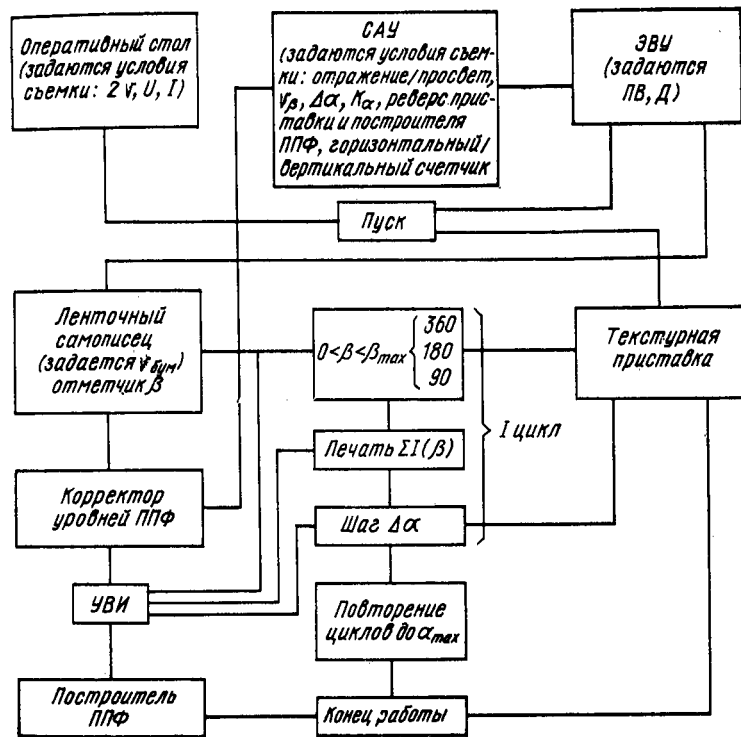


Рис. 46. Схема работы ДАРТ-2,0 в непрерывном автоматическом режиме: САУ — система автоматического управления; ЭВМ — электронно-вычислительное устройство; УВИ — устройство вывода информации;  $v$  — скорость вращения  $\beta$ ;  $U, I$  — напряжение и ток рентгеновской трубки;  $K_\alpha$  — поправка уровней интенсивности ППФ;  $PB$  — постоянная времени интенсивметра;  $D$  — диапазон измерений,  $v_{бум}$  — скорость движения бумаги

синего и красного цвета была такой же, как при регистрации «на отражение».

Расстояния между остальными уровнями (цветами) в области съемки «на просвет» выбирают с учетом ко-

эффицента согласования  $\delta$ :

$$\delta = (I_2 - I_1)_{\text{отр}} / (I'_2 - I'_1)_{\text{пр}}$$

тогда  $(I'_3 - I'_2)_{\text{пр}} = (I_3 - I_2)_{\text{отр}} \delta$ .

После этого задают поправку на поглощение для следующих колец, расположенных в наружной области ППФ<sup>1</sup>. Поскольку поправка  $K_\alpha$  уменьшается при приближении к наружному кругу полюсной фигуры, то расстояния между соседними уровнями будут постепенно увеличиваться.

После регулировки поправка вводится автоматически и регистрируется неполная или полная ППФ в согласованных уровнях.

Построение ППФ может быть выполнено также в уровнях, кратных интенсивности эталона без текстуры. Кроме того, имеется возможность легко определить среднюю интенсивность по ППФ по данным о суммарной интенсивности для отдельных колец и внести поправку в величину уровней готовой фигуры, после чего ее следует считать количественной.

Возможности использования ДАРТ-2,0, его преимущества и отличия от зарубежных дифрактометров.

В заключение описания дифрактометра ДАРТ-2,0 остановимся на особенностях, отличающих его от зарубежных образцов.

1. Впервые применена схема съемки «на просвет», при которой детектор располагается в вертикальной плоскости гониометра. Это позволяет использовать для поворота на угол  $\alpha$  горизонтальную ось приставки. При

<sup>1</sup> Уровень фона при этом не учитывается, и ППФ строится в произвольных уровнях интенсивности.

этом облегчается переход от съемки на отражение к съемке на просвет, так как не требуется смена щелей и разворот всей приставки вокруг оси гониометра на  $90^\circ$ . Таким образом, открываются возможности автоматизации съемки ППФ и упрощения конструкции приставки: при неизменных оси поворота и форме пучка на образце возвратно-поступательное (суммирующее) перемещение может производиться только в одном направлении: вдоль короткой стороны пучка на образце.

ППФ, полученные с помощью построителя ДАРТ-2,0 в шести градациях интенсивности, приведены на рис. 48.

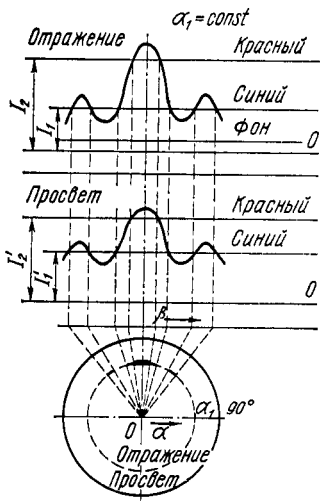


Рис. 47. Схема согласования уровней при автоматической регистрации полной полюсной фигуры

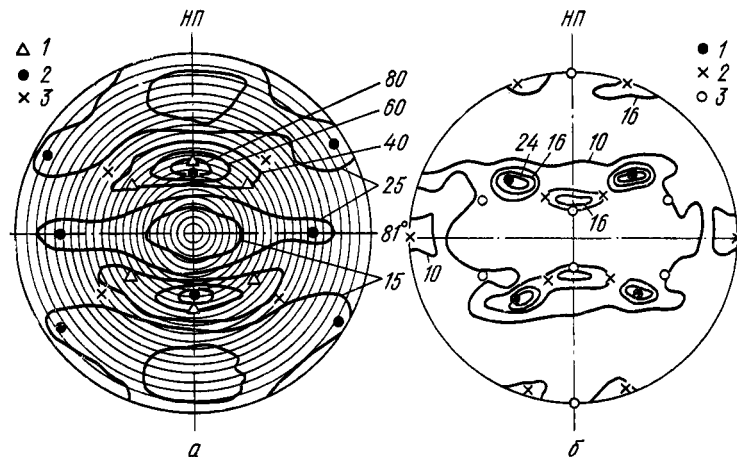


Рис. 48. Полюсные фигуры  $\{110\}$ , построенные ДАРТ-2,0: а — для холоднокатаного листа Fe-3% Si (съемка по схеме рис. 42, а); б — для отожженной ленты сплава Fe-68% Ni-2% Mo (сочетание съемки по схемам рис. 42а, б). Обозначения ориентировок: а: 1 —  $\{111\} \langle 112 \rangle$ ; 2 —  $\{112\} \langle 110 \rangle$ ; 3 —  $\{110\} \langle 110 \rangle$ ; б: 1 —  $\{100\} \langle 001 \rangle$ ; 2 —  $\{110\} \langle 112 \rangle$ ; 3 —  $\{112\} \langle 111 \rangle$

Границы областей ППФ, записанных разным цветом, проведены вручную. Условия съемки:  $v_\beta = 72$  град/мин;  $\Delta\alpha = 3^\circ$ . ППФ хорошо согласуются с полученными другими способами.

2. Большой набор скоростей вращения образца и шагов поворота  $\Delta\alpha$  позволяет в широких пределах варьировать точность построения ППФ и производительность эксперимента. Большая скорость вращения образца (288 и 144 град/мин), не используемая в известных текстур-



дифрактометрах, может с успехом применяться для экспрессного анализа текстур (см. ниже).

3. Возможность регулирования пределов измерений по углам  $\alpha$  и ограничения угла  $\beta$  в пределах  $0-180^\circ$  и  $0-90^\circ$  позволяет по желанию экспериментатора автоматически строить часть ППФ.

4. Наличие полуавтоматического режима работы позволяет получать радиальные сечения ППФ, что может использоваться в качестве одного из экспрессных методов количественной оценки известных текстур. Полуавтоматический режим работы также удобен для определения и ввода поправки на дефокусировку.

5. Большим преимуществом ДАРТ-2,0 является наличие дискретного режима съемки, который позволяет с шагом  $\Delta\beta=4; 2$  или  $1^\circ$  и  $\Delta\alpha=9; 6; 3$  или  $1^\circ$  обследовать поточно любой участок ППФ с выдачей результатов на перфоленду, что полностью удовлетворяет требованиям, предъявляемым при обработке данных с помощью ЭВМ (см. гл. VI).

Съемка с малым шаговым перемещением и регистрацией изменений интенсивности цифropечатающей машинкой успешно используется для обнаружения слабых ориентировок (например, двойниковых), для уточнения положения и формы текстурных максимумов [70], а также для определения ориентировки крупных зерен вторичной рекристаллизации.

6. Чрезвычайно полезной оказалась возможность получения данных о суммарной интенсивности  $\sum_{\beta=0}^{360^\circ} I_\beta$ .

измеренной за время съемки каждого кольца ППФ. Эта операция выполняется в непрерывном режиме работы суммирующей печатающей машинкой СД-107Д. Полученные данные позволяют придать ППФ количественный характер, поскольку удается учесть влияние экстинкции и величины зерна на общий уровень интенсивности. Следовательно, появляется возможность количественно сопоставлять ППФ образцов, обработанных по различным режимам деформации и отжига, проведя соответствующую корректировку уровней.

Данные о суммарной интенсивности на кольцах ППФ также могут быть использованы в качестве исходной информации для расчета и построения ОПФ с помощью ЭВМ (см. гл. VI).

Если провести съемку в области текстурных максимумов с шагом  $\Delta\alpha=1^\circ$ , то по значениям  $\sum_{\beta=0}^{360^\circ} I_\beta$  можно найти их точное положение по  $\alpha$  и установить количественные различия для сходных текстур.

Возможность автоматической регистрации ППФ сравнительно крупнозернистых отожженных образцов иллюстрируется рис. 49. При величине зерна около 1 мм в поперечнике возвратно-поступательное перемещение в плоскости образца с максимальной амплитудой  $\pm 16$  мм и сглаживание дифракционной кривой за счет большой постоянной времени (20 с) полностью не устраняют флуктуаций регистрируемой интенсивности, однако позволяют получить ППФ с достаточно четким разграничением областей разной интенсивности (цвета).

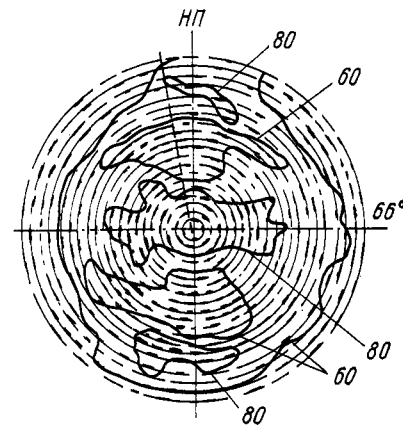


Рис. 49. Полусферическая фигура  $\{110\}$  низколегированного железа после горячей прокатки и отжига при  $780^\circ\text{C}$ ;  $\Delta\alpha=3^\circ$ ;  $v_\beta=72$  град/мин;  $ПВ=10$  с

Экспрессные методы определения текстур на ДАРТ-2,0.

Особенности конструкции ДАРТ-2,0 позволяют осуществлять экспрессные методы определения текстур прокатки и отжига [70].

Один из них основан на использовании большой скорости азимутального вращения образца  $v_\beta$ . Диаграммные кривые интенсивности, записанные при  $v_\beta=288$  град/мин<sup>1</sup> и малой скорости движения бумаги самописца (240 мм/ч), дают наглядное представление о характере образцов с величиной зерна до 1 мм. По ним можно проанализировать соотношение бестекстурной, аксиальной составляющих и ориентировок ограниченно-

<sup>1</sup> Такая высокая скорость азимутального вращения используется впервые в практике текстурного анализа. В зарубежных конструкциях текстурдифрактометров скорость не изменяется и составляет 36 град/мин.

го типа, как это показано в гл. V, и, следовательно, получить дополнительные сведения о текстуре, которые не удастся извлечь из рассмотрения ППФ. Продолжительность регистрации экспрессной текстурограммы примерно 30 мин.

При изучении текстуры материала с величиной зерна около 1 мм в поперечнике и более рекомендуется снизить скорость до  $v_{\beta} = 144$  град/мин, увеличить постоянную времени интенсиметра до 5—10 с, а также использовать возвратно-поступательное перемещение образца.

Второй экспрессный метод оценки текстур вытекает из другой особенности устройства ДАРТ-2,0: возможности регистрации данных о суммарной интенсивности за время съемки каждого кольца ППФ. Кривые зависимости

ти  $\sum_{\beta=0}^{360^{\circ}} I_{\beta}$  от  $\alpha$  для исследуемой серии образцов наглядно иллюстрируют характер текстуры и его измене-

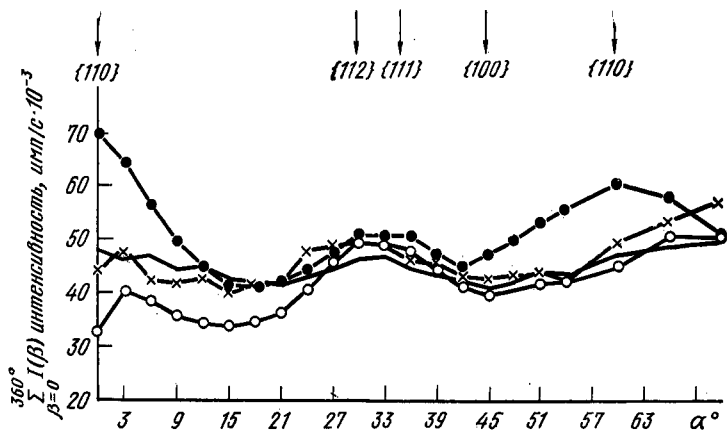


Рис. 50. Текстура образцов разных плавок низколегированного железа после идентичной обработки

ния под влиянием технологических факторов [69]. Они также могут быть использованы для общей характеристики текстуры однотипных образцов. Так, рис. 50 демонстрирует различные текстуры нескольких плавок одного и того же материала после одинаковой обработки. Плавки с резко отличающейся неблагоприятной текстурой могут быть отбракованы. Достоинством этого метода яв-

ляется наглядность и быстрота. При шаге  $\Delta\alpha = 3^{\circ}$  и скорости вращения образца  $v_{\beta} = 228$  град/мин данные для диапазона  $0 \leq \alpha \leq 72^{\circ}$  получают за  $\sim 30$  мин. Следует принять во внимание, что при таком способе оценки текстуры преимущественные кристаллографические направления, совпадающие с НП, не определяются, появление слабых ориентировок может остаться незамеченным и способ рекомендуется только как приблизительный экспрессный, когда требуется обнаружить резкие различия текстуры.

Третий экспрессный метод используется для определения рассеяния текстур вторичной рекристаллизации, близких к идеальной ребровой или кубической. Съемку проводят с шагом  $\Delta\alpha = 3^{\circ}$  в пределах  $0 \leq \alpha \leq 21^{\circ}$  ППФ  $\{110\}$  или  $\{200\}$  (соответственно типу текстуры). При этом построитель регистрирует центральную часть ППФ в виде набора точек, положение которых соответствует ориентировке нормалей  $\{110\}$  или  $\{200\}$  для зерен, попавших в облучаемый объем. Остальные выходы нормалей, как и при обработке результатов съемки эпиграмм, достраивают по правилам стереографической проекции (см. гл. II). Для увеличения числа отражений необходимо зарегистрировать на одну ППФ результаты для двух-трех образцов данного материала. При величине зерна 4—6 мм в поперечнике и облучаемой поверхности, увеличенной до  $400 \text{ мм}^2$  за счет перемещения образца, в отражении будет участвовать 40—60 зерен. Затрата времени на одну полюсную фигуру при  $v_{\beta} = 72$  град/мин составит около 1,5 ч, что примерно в 30—40 раз меньше по сравнению с методом эпиграмм.

Наличие разнообразных видов съемки и режимов работы (наряду с общепринятыми) отличает автоматический дифрактометр ДАРТ-2,0 от всех известных зарубежных и делает его удобным как для решения исследовательских задач, при которых необходимо проведение тонких количественных экспериментов, так и для экспрессного заводского контроля.

С помощью ДАРТ-2,0 может быть исследована текстура практически любого кристаллического материала [68, 69].

\* При величине шага  $\Delta\alpha = 1$  каждое зерно дает несколько отражений вследствие низкого совершенства решетки зерен вторичной рекристаллизации.

Допустимые производительные режимы регистрации полюсных фигур построением ( $\alpha=0\div78^\circ$ )

Характеристика образца	Зерно диаметр, мм, менее	$v_\beta$ град/мин	$\Delta\alpha$ , град	ПВ*, с	Амплитуда перегибания образца	Время регистрации $\tau$ , ч	Угол смещения осей, град
Деформированный	0,01	144	3	1	0	1,2	5
	0,01	144	6	1	0	0,5	5
	0,01	72	3	1	0	2,4	3
Отожженный	0,1	72	3	5	4	2,4	9
	0,1	72	6	5	4	1,1	9
	1,0	36	6	10	16	2,3	7
Деформированный** Отожженный**	0,01	288	6	2	0	0,4	16
	0,5	144	6	10	16	0,5	18

\* ПВ — постоянная времени интегрирующей цепи интенсиметра.  
\*\* Экспрессный режим съемки.

Производительность дифрактометра и точность регистрации. Производительность ДАРТ-2,0 находится в связи с выбранными режимом съемки и способом регистрации. Режим съемки влияет в свою очередь на точность построения ППФ. Она повышается с уменьшением  $v_\beta$  и  $\Delta\alpha$ . Обнаружено, что оси симметрии полюсных фигур (НП и ПН) оказываются закономерно смещенными от  $\beta=0$  и  $90^\circ$  в сторону нарастания угла  $\beta$ , что можно видеть из приведенных выше ППФ.

Известно, что постоянная времени (ПВ) реостатно-емкостной интегрирующей цепи (RC) интенсиметра влияет на форму дифракционного пика дебаеграммы. Искажение пика определяется произведением постоянной времени интегрирующего устройства на скорость поворота счетчика и шириной дифракционного пика [32].

При исследовании текстуры счетчик, установленный неподвижно, регистрирует текстурные пики при поворотах образца на углы  $\beta$ . Очевидно, в этом случае искажение текстурного пика должно определяться скоростью  $v_\beta$ , ПВ и шириной текстурного пика. Чтобы искажение было слабым, время прохождения пика должно быть примерно на 1—1,5 порядка больше постоянной времени интенсиметра. Ширина текстурных пиков практически составляет от нескольких градусов до  $30\text{—}40^\circ$ . При скорости  $v_\beta=36$  град/мин время прохождения текстурного пика будет порядка 0,1—1,0 мин, а постоянная времени измеряется секундами, т. е. даже при сравнительно небольшой  $v_\beta$  искажения будут появляться. Искажения состоят не только в смещении пика, но и в изменении его формы и снижении интенсивности.

Благодаря наличию набора скоростей  $v_\beta$  от 9 до 288 град/мин можно проследить влияние  $v_\beta$  и ПВ на смещение текстурных пиков, а следовательно, и осей симметрии ППФ. В действительности, происходит отставание момента регистрации от момента съемки, увеличивающееся с увеличением  $v_\beta$  и ПВ. Однако увеличение ПВ необходимо при съемке крупнозернистых образцов, поскольку при этом сглаживаются флуктуации интенсивности, появляющиеся из-за недостаточного количества зерен в дифрагирующем объеме образца. С другой стороны, желательно увеличение  $v_\beta$ , определяющее производительность.

Влияние режима непрерывной регистрации на производительность, а также на смещение осей симметрии ППФ можно видеть из табл. 4. При  $v_\beta=36$  град/мин и шаге  $\Delta\alpha 3^\circ$  продолжительность съемки  $\tau$  в пределах  $0\leq\alpha\leq78^\circ$  составляет 4,7 ч (с подготовительными работами еще больше). Для повышения производительности приходится либо регистрировать ППФ менее подробно (при  $\Delta\alpha 6^\circ$  и  $v_\beta=36$  град/мин.  $\tau=2,3$  ч), либо увеличивать скорость  $v_\beta$  (при  $v_\beta=72$  град/мин и  $\Delta\alpha=6^\circ$ ;  $\tau=1,1$  ч). Имеется также возможность записывать  $1/2$  или  $1/4$  части ППФ\*, однако из-за асимметричного характера некоторых текстур при этом теряется часть информации.

Поскольку на виде полюсной фигуры смещение осей симметрии не отражается, то с этим явлением можно мириться, внося соответствующую корректировку в положение осей НП и ПН на готовой ППФ. Образцы одной серии должны исследоваться в одном режиме, поскольку некоторые искажения вносятся в форму и интенсивность

\* При этом, однако, производительность не увеличивается в 2 или 4 раза, поскольку производится поворот образца до  $\beta=360^\circ$  со скоростью 288 град/мин.

пиков. В связи с этим увеличение  $v_{\beta}$  до 144 град/мин при  $PV \approx 1 \div 2$  с допустимо только для деформированных образцов, текстурные пики которых не являются острыми. Съемку образцов с крупным зерном целесообразно вести при  $v_{\beta}$  не более 36 град/мин\*\* в связи с необходимостью повышать  $PV$  и во избежание большого числа всплесков интенсивности в единицу времени, которое плохо отражается на работе построителя полюсных фигур.

В процессе эксплуатации ДАРТ-2,0 выбраны наиболее производительные режимы регистрации ППФ построителем для различных исследуемых образцов (табл. 4).

Большим преимуществом дискретного режима съемки с регистрацией интенсивности цифрочечатающей машинкой или перфоратором является отсутствие искажений, вносимых при непрерывном режиме. О производительности в дискретном режиме можно судить по данным табл. 5. Производительность определяется экспози-

Таблица 5

Характеристика дискретного режима работы ДАРТ-2,0 ( $\beta = 0 \div 360^\circ$ ,  $\alpha = 0 - 78^\circ$ )

$\Delta\beta$ , град	$\Delta\alpha$ , град	Экспозиция, с	Время регистрации цикла $\beta \div 0$ $360^\circ$ , с	Число циклов	Продолжительность съемки т, ч
2	3	2	630	27	4,7
2	3	4	990	27	7,6
4	3	3	405	27	3,1
4	3	4	585	27	4,5
4	6	2	405	14	1,7
4	6	4	585	14	2,3

цией в каждой точке и выбранным шагом  $\Delta\beta$  и  $\Delta\alpha$ . Режим 2, дающий более детальные сведения о полюсной фигуре с лучшей статистикой, является наиболее продолжительным. Его использование целесообразно для подробного обследования небольшой части ППФ.

Путь дальнейшей автоматизации и повышения надежности дифрактометра состоит в использовании ЭВМ для управления его работой и обработки результатов.

\*\* Речь идет о регистрации ППФ; при записи экспрессных текстурграмм  $v_{\beta} = 288$  град/мин.

В настоящее время разработан модернизированный вариант автоматического текстурдифрактометра ДАРТ-УМ1, управляемого вместо блока САУ клавишной ЭВМ «Искра». Построение ППФ выполняется двухкоординатным самописцем. Исходя из специфики работы ЭВМ и двухкоординатного самописца, для построения ППФ использован не непрерывный, а дискретный режим. Преимуществами ДАРТ-УМ1 является большая надежность и возможность обработки результатов по целому комплексу программ, включая автоматическое построение ОПФ, количественных ППФ в уровнях средней интенсивности, ППФ по результатам съемки эквинакловных образцов и др., что в целом повысит производительность и качество эксперимента. Использование более мощной рентгеновской трубки (2БСВ-24) дает дополнительный эффект, в особенности при экспрессном анализе.

## 8. ПРИМЕНЕНИЕ ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО АНАЛИЗА К ИССЛЕДОВАНИЮ ТЕКСТУРЫ

В последнее время разработаны полупроводниковые детекторы рентгеновского излучения, сигнал которых зависит от энергии рентгеновских квантов [71]. Это позволило применить съемку с регистрацией полихроматического спектра рассеянных образцом рентгеновских лучей полупроводниковым детектором, связанным с многоканальным анализатором импульсов. Таким образом, несколько Вульф—Брэгговских рефлексов регистрируется одновременно. Уравнение Вульфа—Брэгга в этом случае записывается следующим образом:

$$E_{hkl} d_{hkl} \sin \theta = n\hbar c/2, \quad (45)$$

где  $E_{hkl}$  — энергия рентгеновского кванта;  $d_{hkl}$  — межплоскостное расстояние;  $\hbar$  — постоянная Планка;  $c$  — скорость света.

Интенсивность рефлексов, измеренная при фиксированных угле отражения  $\theta$  и ориентации образца, может прямо использоваться для определения ОПФ по методу Харриса. Некоторые методические особенности получения ОПФ с помощью анализа энергетического спектра рассмотрены в работе [72]. Если при этом применить съемку методом наклона, то одновременно можно зарегистрировать несколько ППФ, что весьма важно при сборе большого объема информации для вычисления ФРО.

Основное преимущество метода — высокая производительность: около 1—3 мин на ОПФ. Это позволяет регистрировать изменение текстуры непосредственно в быстропотекающих процессах деформации и нагрева. Сочетание энергодисперсионного анализа с использованием мощного рентгеновского излучения, возникающего в синхротроне, сокращает съемки до секунд.

Несмотря на очевидные достоинства энергодисперсионного анализа, он еще не получил широкого развития. Для проведения измерений требуется сложная аппаратура, которая пока серийно не выпускается.

## ПОДГОТОВКА ЭКСПЕРИМЕНТА

1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ  
ДЛЯ АНАЛИЗА ТЕКСТУРЫ

Независимо от вида съемки к состоянию поверхности образцов предъявляются общие требования: поверхность должна быть гладкой, так как ее неровность ведет к дополнительной дефокусировке при изменении положения образца для съемки «на отражение»; деформированный механической обработкой (шлифовкой, резанием) поверхностный слой должен быть удален травлением или электролитической полировкой на глубину около 0,1 мм\*.

Поверхностные слои деформированных образцов, соприкасающиеся с фильерой или валками, за счет сил трения имеют другую текстуру, чем внутренние (см. подробно в гл. VII). Поэтому для анализа текстуры этих слоев обработка поверхности образца (за исключением кратковременной полировки для снятия окисной пленки) не проводится.

При анализе аксиальной текстуры фотометодом прямой съемкой диаметр проволоки или столбика должен быть таким, чтобы падающие лучи «омывали» образец. Обычно используют образцы толщиной 0,2—1,0 мм. Для изучения текстур прутка или толстой проволоки предварительно вытачивают образец в виде столбика параллельно оси прутка, который химически или электролитически утоняют до нужной толщины.

Дифрактометрический анализ толстой проволоки или прутка удобнее проводить съемкой «на отражение». Из массивного образца вырезают шлиф, рабочая поверхность которого перпендикулярна (или параллельна) оси прутка. Если поперечное или продольное сечение единичной проволоки имеет недостаточную площадь для съемки, то изготавливают шлиф, состоящий из набора примыкающих друг к другу проволок, залитых в пластмассу.

Текстуру тонкой проволоки удобно исследовать съемкой «на просвет». Для этого на специальную рамку из любого аморфного материала, имеющего по бокам пазы,

укладывают ряд проволок вплотную друг к другу и скрепляют их лаком или клеем.

При изучении текстуры прокатки толстого листа фотометодом вытачивают два столбика, оси которых параллельны НП и ПН. На одном конце столбика для маркировки плоскости прокатки оставляют полоску листа, перпендикулярную оси столбика (Т-образный образец).

Для дифрактометрического анализа из прокатаного листа вырезают образец, анализируемая плоскость которого, как правило, параллельна плоскости прокатки. При изучении текстуры с помощью ОПФ или же получения полной ППФ только съемкой «на отражение» из достаточно толстого листа дополнительно изготавливают образец, плоскость которого перпендикулярна НП. Перед вырезкой образцов на их поверхности отмечается направление, параллельное НП. Если лист слишком тонкий и единичный образец, перпендикулярный НП, имеет площадь, недостаточную для съемки «на отражение», то его готовят в виде соответствующего среза пакета плоских пластинок, закрепленных в струбцину или склеянных, например, эпоксидной смолой, шлифуют и стравливают нужную поверхность. При этом необходимо учитывать, что результаты, полученные съемкой с плоскости прокатки, относятся к тонкому, достаточно однородному по текстуре слою, а для пакетов получают данные, усредненные по толщине многослойного материала.

Анализ текстуры средних по толщине слоев листа ведут после его одностороннего стравливания. Для этого другая, нестравливаемая плоскость образца предварительно покрывается защитной лаковой пленкой, например из целлулоида, растворенного в ацетоне. Неоднородность текстуры по толщине листа изучают последовательно при послойном стравливании.

Для получения тонкого плоского образца, используемого при съемке «на просвет» исходный образец предварительно механически сошлифовывают с обеих сторон до толщины примерно на 0,2 мм больше, чем это требуется для съемки. Затем двусторонней химической или электролитической полировкой его утоняют до нужной толщины в несколько сотых миллиметра (табл. 2 Приложения). При этом выбирают слой образца, идентичный снимаемому «на отражение». Тонкий образец стараются получить однородным по толщине, без стравливания его поверхности. Для придания большей

\* Металлографические шлифы, изготовленные механической полировкой, непригодны для рентгеновского анализа.

жесткости образец может быть наклеен на смывную рентгеновскую пленку.

Для получения эквинаклонных образцов вырезают или вырубают специальным штампом пластины так, чтобы их продольное направление составляло  $45^\circ$  с НП. При этом для маркировки делается срез в направлении НП. Затем пластины, сложенные в пакет, помещают в специальную струбину, где они фиксируются в наклонном на  $54,7^\circ$  положении, как указано на рис. 51, а. Со-

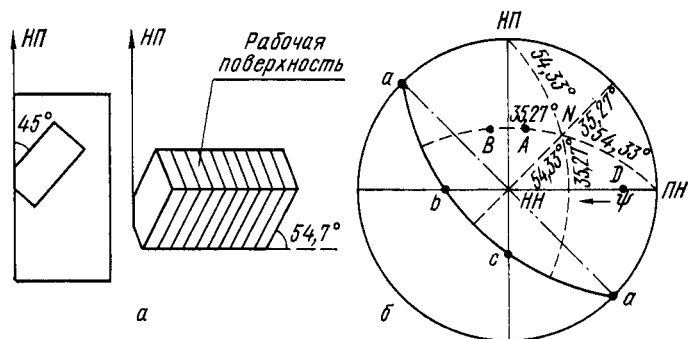


Рис. 51. Схема изготовления эквинаклонного образца (а) и положение нормали  $N$  к его поверхности в стереографической проекции (б)

шлифованная верхняя поверхность образца при этом оказывается эквинаклонной к осям  $НН$ ,  $НП$  и  $ПН$ .

Шаровые массивные образцы либо вытачивают на станке, либо изготавливают электроэрозионным способом, оставляя стерженек, ось которого параллельна  $НП$ . Положение  $НН$  должно быть отмечено на образце. В случае малой толщины материала шаровой образец может быть собран из отдельных дисков, вырезанных из листа, при этом  $НП$  для разных дисков должно совпадать. Этот способ, однако, не обеспечивает гладкой поверхности шара при последующем сравнении деформированного слоя.

Съемка пакета пластин дает также хороший результат при изучении текстуры крупнозернистых материалов, когда возвратно-поступательное движение образца в плоскости прокатки не обеспечивает необходимой статистики. Преимуществом его по сравнению со способами съемки шарового или цилиндрического образцов является возможность сканирования.

При использовании среза пакета пластинок могут быть внесены ошибки из-за неточного изготовления многослойного образца и за счет неоднородности текстуры по толщине листа (см. подробно в гл. VII). Поэтому такой образец годится только, если предварительно проверено, что указанная неоднородность текстуры по сечению — не слишком существенна.

Текстуру электролитически или вакуумно осажденно-го слоя определяют съемкой «на просвет», если этот слой может быть снят с подложки. В противном случае текстура изучается съемкой «на отражение».

Для изучения текстуры трубы желательно подготовить три вида образцов, нормали к рабочим поверхностям которых совпадают с осью трубы, тангенциальным и радиальным направлениями. Два первых вида представляют собой пакеты, набранные из участков стенки трубы соответствующим образом. Образцы третьего вида обычно приготавливают только из тонкостенных труб путем их распрямления. Определение текстуры труб облегчается при использовании сборного офсетного образца, нормаль к поверхности которого расположена под углом к оси трубы [73]. Построение полюсной фигуры в этом случае должно производиться с помощью специальной сетки.

## 2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ БЕСТЕКТУРНОГО ЭТАЛОНА

Основное назначение эталона в текстурных исследованиях — это определение поправок, на дефокусировку и поглощение при съемке для получения ППФ и для расчетов при построении ОПФ.

Рентгеновские лучи, прошедшие через эталонный образец или отраженные от него под данным углом  $\theta$ , должны ослабиться в нем так же, как и в анализируемом текстурованном, т. е. эталон должен характеризоваться таким же коэффициентом ослабления ( $\mu d$ ) и пористостью, как и исследуемый образец. Если для съемки «на просвет» трудно изготовить тонкий эталон, то поправочный коэффициент на поглощение определяют по таблицам, для известных значений  $\mu d$  и  $\theta$  табл. 11 Приложения.

Эталонный образец обычно приготавливается из того же материала, что и анализируемый текстурованный, разными способами в виде: а) очень мелко напильного

или намолотого порошка, просеянного через сито с размером отверстий примерно в 30—40 мкм и отожженного в вакууме или в защитной атмосфере, если это необходимо (см. ниже). Этот порошок густо замешивают на эпоксидной смоле и высушивают под небольшой нагрузкой либо смешивают с цапон-лаком и выливают на отмытую рентгеновскую пленку; после высыхания пленки с помощью микрометра выбирают участок равномерной толщины для съемки «на просвет»; б) спеченного порошкового образца; в) массивного образца.

При изготовлении эталона из порошка необходимо учитывать следующее:

1. В процессе свободной насыпки порошка на подложку и легкого его прессования не должна образоваться текстура «укладки», что возможно при неравноосной форме порошинок, приготовленных из хрупких материалов [74]. В то же время эталон должен содержать как можно меньше пор и связующего вещества.

2. Размер областей когерентного рассеяния (блоков мозаики) для эталона не должен превышать 0,2—0,3 мкм, так как при увеличении их размера в диапазоне 0,3—1 мкм интенсивность дифрагированного луча ослабляется за счет первичной экстинкции [10]. Этот эффект особенно значителен для металлов с большим порядковым номером и для малых углов  $\theta$ , т. е. для линий, по которым в основном исследуется текстура.

Если же размер зерна более нескольких микрон, то это также может отразиться на интенсивности, так как при этом линии рентгенограммы вместо сплошных становятся точечными, а дифракционные кривые недостаточно гладкими.

3. Ширина дифракционных линий эталона должна быть близкой к ширине линий исследуемого образца. Это уменьшает ошибки, вызванные дефокусировкой. Эталоны с разной шириной линий получают из порошка, отожженного на разные стадии снятия наклепа.

4. Поверхность эталонного образца должна быть гладкой. Если за счет достаточно крупных частиц на его поверхности появляется шероховатость, то порошинки могут частично перекрывать падающие или отраженные лучи. Это выражено тем более отчетливо, чем больше порядковый номер вещества и меньше угол  $\theta$  [75]. Эффект особенно существен при  $(\mu R) > 5 \div 6$ , где  $R$  — радиус порошинки, и при  $\theta = 10 \div 30^\circ$ .

Получить бестекстурное состояние в массивном образце очень трудно, так как пластическая деформация и рекристаллизация сопровождаются образованием текстуры. Эталонный образец может быть изготовлен в результате деформации по определенной схеме путем всесторонней ковки с небольшими частными обжатиями и последующего отжига. По Б. М. Ровинскому и В. Г. Лютцау, возможно создание практически бестекстурного состояния, если достаточно пластичный образец в виде куба многократно (порядка 10—20 раз) последовательно сжимать с небольшими степенями обжатия (2—3%) вдоль разных ребер. Аналогичное состояние получается при прессовании порошка в обойме, в условиях, приближающихся к всестороннему сжатию. В качестве обоймы используют резиновую оболочку или металлическое колечко. Прессование проводят двукратно под большим давлением (100—300 МПа) с промежуточным и окончательным отжигами. Затем поверхность образца шлифуют и электролитически полируют. Слаботекстурованное состояние в поверхностном слое полосы толщиной 30—40 мкм было получено также в специальной ковочной машине, в которой происходило своего рода совмещение прокатки с ковкой [76].

Бестекстурное состояние в образце проверяется сопоставлением относительных значений интегральной интенсивности для нескольких интерференций с теоретически рассчитанными. Критерием отсутствия текстуры служит также малая величина флуктуаций интенсивности для съемки «на отражение» при повороте эталона по углу  $\beta$  в области малых углов  $\alpha$ .

При съемке эквинаклонного текстурованного образца эталон не требуется, т. е. поправка может быть непосредственно определена из результатов эксперимента. Нормаль к рабочей поверхности эквинаклонного образца  $N$  расположена в центре квадранта проекции (рис. 51, б) [39]. Все направления, лежащие в плоскости образца, дают след  $abca$ , и любое из них может быть совмещено с осью наклона поворотом вокруг  $N$ . При наклоне вокруг направлений  $a$ ,  $b$  и  $c$  на углы  $\alpha$  нормаль  $k$  отражающей плоскости перемещается по большим кругам (на рис. 51, б показаны пунктиром), расположенным симметрично относительно осей текстуры НН, НП, ПН. Поскольку  $N$  отстоит на угол  $\psi = 35,27^\circ$  от осей симметрии, то наклон вокруг направления  $a$ ,  $b$  или  $c$  на  $(\psi + \Delta\alpha)$

и  $(\psi - \Delta\alpha)$  должен дать точки, равноудаленные от оси симметрий (например,  $A$  и  $B$ ), т. е. эквивалентные в смысле текстуры, но не эквивалентные в смысле условий дефокусировки, поскольку они отличаются по углу наклона на  $2\Delta\alpha$ . Следовательно, различие интенсивностей, измеренных в этих точках, при условии симметричной текстуры может быть отнесено только за счет дефокусировки и отношение  $I(\psi + \Delta\alpha)/I(\psi - \Delta\alpha)$  может использоваться для несложного расчета поправочного коэффициента  $K_\alpha$ .

Офсетный образец с малым углом скоса, изготовленный из текстурированного материала, может использоваться в качестве компактного эталона при изучении серии образцов, вырезанных обычным способом. Наиболее удобно определять поправку на дефокусировку  $K_\alpha$  по офсетному эталону, нормаль к рабочей поверхности которого располагается на горизонтальном диаметре ППФ и отстоит от внешнего круга проекции на угол  $\psi$ , равный  $10^\circ$  (точка  $D$  на рис. 51, б). Такой образец изготавливают путем среза пакета пластин под углом  $10^\circ$  к ПН таким образом, чтобы НП лежало в плоскости среза.

Наклон вокруг НП такого образца (стрелка на рис. 51, б) соответствует смещению  $N_{nh}$  к центру ППФ, а наклон в противоположную сторону — смещению к внешнему кругу, а затем к центру проекции. Наклон на угол  $\alpha$  (по стрелке) и на угол  $\alpha + 2\psi$  в противоположную сторону дает одну и ту же точку ППФ. Разница в измеренной интенсивности в этих двух положениях связана только с дефокусировкой. Конструкция текстурной приставки позволяет производить наклон образца только в одном направлении. Наклон в противоположном направлении можно получить, если повернуть образец на  $180^\circ$  по углу  $\beta$  относительно первоначального положения. Таким образом, при последовательном изменении угла наклона  $\alpha$  можно построить всю поправочную кривую.

Недостатком метода является зависимость точности от остроты текстуры. Если текстура достаточно острая, то в некоторых анализируемых точках интенсивность мало отличается от фона и возрастают статистические ошибки счета, а следовательно, и определения  $K_\alpha$ . Другой недостаток состоит в сложности изготовления офсетного образца, в особенности из тонколистового материала, учитывая высокие требования к точности изготовления (отклонение не более  $\pm 1^\circ$ ).

Толщина образца для фотографического и дифрактометрического изучения текстуры определяется в основном схемой съемки, порядковым номером анализируемого образца и конкретными условиями съемки (длиной волны излучения, углом  $\theta$ ).

*Съемка «на отражение».* Исследуемый плоский образец должен иметь толщину не менее определенной, минимальной  $d_{\text{толст}}$  для того, чтобы путь падающих и отраженных от внутренних слоев образца лучей проходил только в объеме исследуемого образца и не было дифракционной картины от подложки. Если толщина образца равна или больше  $d_{\text{толст}}$ , то такой образец можно считать приближенно «бесконечно толстым».

Значение  $d_{\text{толст}}$  может быть получено из условия, что интенсивность лучей  $I_{d_{\text{толст}}}$ , прошедших через образец толщиной  $d_{\text{толст}}$ , отличается от интенсивности лучей  $I_{\text{толст}}$ , прошедших через «бесконечно толстый» образец, для которого  $\mu d_{\text{толст}} \rightarrow \infty$ , не более чем на 1% [1] ( $\mu$  — линейный коэффициент ослабления рентгеновских лучей в образце).

При съемке «на отражение» следует учитывать, что падающие  $S_0$  и отраженные  $\bar{S}'$  лучи проходят тем больший путь в образце, чем меньше угол между  $\bar{S}_0$  и плоскостью образца  $q$ . Для метода наклона при  $\alpha = 0$  суммарная длина пути лучей в образце равна  $2d/\sin\theta$ , где  $d$  — толщина слоя, участвующего в «отражении».

Исходя из основного закона ослабления рентгеновских лучей в веществе [формула (19)] и приведенного выше критерия подбора «толстого» образца (более  $d_{\text{толст}}$ ), получаем:

$$d_{\text{толст}} = (\sin \theta \ln 0,01)/2\mu. \quad (46)$$

При  $\alpha \neq 0$  длина пути лучей в образце больше, чем при  $\alpha = 0$ . Т. е. указанное соотношение для подбора  $d_{\text{толст}}$  (табл. 3 Приложения) справедливо при методе наклона для любых углов  $\alpha$ .

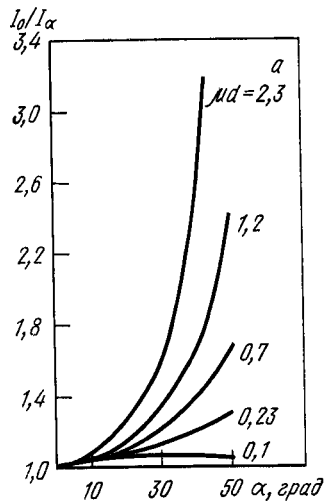
*Съемка «на просвет».* Анализ интенсивности лучей, прошедших через «тонкий» образец, подробно приведенный в работе [1], показывает, что при  $\alpha = 0$  на кривой зависимости  $I_0$  от толщины образца (от значения  $\mu d/\cos \theta$ ) существует максимум, соответствующий



$d/\cos \vartheta = 1$  (рис. 52, б) т. е.  $d_{\text{тонк}} = \cos \vartheta / \mu$ . Оптимальная величина  $d_{\text{тонк}}$ , найденная из этого соотношения, очевидно, может быть принята как критерий «тонкого» образца, необходимого для использования при съемке «на просвет» (табл. 2 Приложения).

Один и тот же образец может быть использован для съемки «на отражение» и «на просвет», если его толщина  $d$  удовлетворяет приближенному условию:

$$0,1 \leq \text{exp}(-\mu d) \leq 0,9. \quad (47)$$



Это отношение получено при учете, что при вычислении  $d_{\text{толст}}$  допускают ошибку не в 1%, как указывалось выше, а в 10%, т. е.  $I_d/I_0 < 0,9$ ; при расчете толщины  $d_{\text{тонк}}$  предполагается,

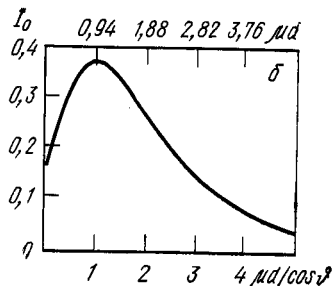


Рис. 52. Влияние величины ( $\mu d$ ) и угла  $\alpha$  на интенсивность лучей, прошедших через образец толщиной  $d$  для съемки на просвет при  $\vartheta = 20^\circ$  ( $\cos \vartheta = 0,94$ ) [1, с. 70]:

$a$  — зависимость  $I_d/I_\alpha$  от  $\alpha$  в области отрицательных углов  $\alpha$ ;  $b$  — зависимость  $I_0$  от  $\mu d/\cos \vartheta$  ( $\alpha = 0$ )

что она должна обеспечить достаточно высокую интенсивность дифрагированного пучка и небольшую величину поправки, откуда  $I_d/I_0 \geq 0,1$ , где  $I_0$  и  $I_d$  — соответственно интенсивность первоначальная и после прохождения через образец толщиной  $d$ .

#### 4. ЮСТИРОВКА ТЕКСТУРГОНИОМЕТРА

Юстировке гониометра в текстурных исследованиях придается большое значение, поскольку, как было пока-

зано в гл. III, плохая юстировка приводит к существенному усилению эффекта дефокусировки.

Первое основное требование юстировки такое же, как и в дифрактометрах общего назначения с фокусировкой по Брэггу — Брентано: совмещение рабочей плоскости образца с вертикальной осью гониометра. Это требование выполняется, если в результате юстировки поверхность образца делит примерно пополам (с точностью до 20% общей интенсивности) узкий первичный пучок (ограничение горизонтальной расходимости щелью № 1—0,1 мм), а счетчик в нулевом положении регистрирует максимальную интенсивность (щель счетчика также 0,1 мм по горизонтали). Деление пучка пополам поверхностью плоского образца контролируется разворотом приставки на  $180^\circ$ . Если удается получить равные значения интенсивности при поворотах приставки на  $\pm 180^\circ$ , но они не составляют половины общей интенсивности первичного пучка, то производят соответствующее смещение держателя образца текстурной приставки. Правильность юстировки проверяют по дифракционному спектру порошка кварца с точностью до  $0,05^\circ$ . Выполнение первого требования юстировки обеспечивает правильность расположения по схеме рис. 22.

Приемы юстировки зависят от конструкции дифрактометра. В последнее время наблюдается тенденция жесткого закрепления гониометра на оперативном столе и выполнения всех юстировочных операций перемещениями и поворотом трубки. Это обеспечивает хорошую сохранность отъюстированного положения.

Второе требование юстировки, обусловленное спецификой текстурного анализа методом наклона, состоит в необходимости совмещения горизонтальной оси первичного пучка с осью наклона<sup>1</sup>. Оно выполняется юстировочными перемещениями главной горизонтальной щели. Контроль ведется по флуоресцирующему экрану с перекрестием, который устанавливают вместо образца, а затем по эталону без текстуры: добиваются минимального падения интенсивности дифрагированного пучка при наклоне эталона на угол  $\alpha = 60 \div 70^\circ$ . При хорошей юстировке до угла  $\alpha = 50^\circ$  практически не происходит

<sup>1</sup> Пересечение горизонтальной оси наклона и вертикальной оси гониометра должно быть обеспечено при изготовлении. Тем самым гарантируется возможность совмещения поверхности образца с горизонтальной и вертикальной осями гониометра одновременно.

падения интенсивности и не требуется вводить поправку на дефокусировку.

В дифрактометре ДАРТ-2,0 дополнительно юстируют гониометрический сектор, обеспечивающий съемку в вертикальной плоскости. Сектор выставляют таким образом, чтобы нулевое положение счетчика совпадало с экваториальной плоскостью гониометра. При этом вертикальную расходимость ограничивают щелью 0,1 мм; высота щели счетчика также равна 0,1 мм. В этом положении индекс шкалы  $2\theta$  сектора совмещают с нулем нониуса и фиксируют.

## 5. НЕКОТОРЫЕ ПРАКТИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО СЪЕМКЕ ПОЛЮСНЫХ ФИГУР

Перед съемкой ППФ целесообразно иметь сведения о положении и интенсивности дифракционных линий образца, т. е. зарегистрировать дебаграмму, если предварительно этих сведений не имеется. Затем устанавливают текстурную приставку под углом  $\theta^*$ , а счетчик под углом  $2\theta$  к падающим лучам для регистрации выбранной ППФ и подбирают режим работы: напряжение и ток трубки, щели и предел измерения. Эта операция выполняется на бестекстурном образце и уточняется на образце, для которого ожидается наиболее острая текстура в исследуемой серии.

Уточнение углов  $\theta$  и  $2\theta$ , выбор режима работы производят в положении образца ( $\alpha$ ,  $\beta$ ), соответствующем наиболее интенсивному текстурному максимуму (предполагается предварительное приблизительное представление о текстуре образца). В случае острой текстуры это существенно повышает точность определения углов  $\theta$  и  $2\theta$ .

При выборе щели трубки руководствуются тем, чтобы облучаемая поверхность образца была как можно больше, но пучок не выходил за его пределы при наклоне на большие углы  $\alpha$  и при возвратно-поступательном перемещении образца. При выборе щели счетчика контролируют отсутствие срезания дифракционной линии щелью при наклоне образца на большие углы  $\alpha$ .

\* При этом используется вертикальная щель у счетчика шириной 0,1 мм.

Режим съемки выбирается таким, чтобы текстурный максимум занимал примерно 9/10 шкалы интенсивметра. Остальные образцы серии исследуют при выбранных условиях съемки, чтобы иметь возможность количественного сопоставления результатов. При съемке крупнозернистых образцов, помимо включения возвратно-поступательного перемещения, следует увеличить постоянную времени интенсивметра и снизить скорость вращения по углам  $\beta$ , если она регулируется. Целесообразно периодически контролировать стабильность режима аппаратуры по эталону.

## 6. УЧЕТ ВЛИЯНИЯ ТЕКСТУРЫ ПРИ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

Часто в практике рентгеноструктурных исследований металлов и сплавов приходится сталкиваться не с задачей изучения текстуры, а с обратной: исключением ее влияния на основные, анализируемые параметры. Для этого проводят либо анализ бестекстурных, специально изготовленных образцов, либо подбирают такую геометрию съемки, при которой текстура практически не оказывает воздействия на изучаемые эффекты. Если же выполнение обоих условий невозможно, то текстура оценивается расчетным путем. Рассмотрим этот вопрос более подробно.

**Текстура**, проявляющаяся тем более резко, чем меньше угол  $\theta$  и множитель повторяемости  $M_{\text{пл}}$ , приводит к следующим рентгенографически выявляемым эффектам:

1. На линиях рентнограммы образуются текстурные максимумы, что изменяет результаты определения интенсивности линий при их фотометрировании в разных участках пленки.

2. Отношение интегральных интенсивностей дифракционных кристаллов для разных интерференций не соответствует теоретическому. Это связано с тем, что в зависимости от конкретной текстуры счетчик, как было показано в разделе 1 гл. III, попадает в область либо сгущения, либо разрежения отраженных лучей. Указанное влияние текстуры следует учитывать при таких исследованиях, связанных с измерением интегральной интенсивности, как количественный фазовый анализ, изучение тонкой структуры по эффекту первичной экстинкции и др.

3. Смещение центра тяжести кривой в сторону малых углов  $\theta$  и изменение формы профиля линии [77]. Эти эффекты проявляются тем существеннее, чем сильнее текстура, меньше угол  $\theta$  и больше вертикальная расходимость падающего пучка лучей. Например, при существенном влиянии указанных факторов влияние текстуры на форму кривой может быть соизмеримо с эффектом влияния измельчения областей когерентного рассеяния до 0,2—0,3 нм. Очевидно, что такое воздействие текстуры необходимо учитывать при анализе тонкой структуры по физическому уширению рентгеновских интерференций, при прецизионном измерении периодов решетки, анализе напряжений первого рода, определению дефектов упаковки материалов с г. ц. к. решеткой и др.

Влияния аксиальной текстуры на распределение интенсивности по линии рентгенограммы можно избежать, если при съемке ось текстуры устанавливается параллельно падающему пучку лучей.

Значительное снижение влияния текстуры на интегральную интенсивность, положение и форму дифракционной кривой может быть получено при использовании интерференций с относительно большими углами  $\theta$  и множителем повторяемости, при съемке с незначительной вертикальной расходимостью первичного пучка (например, за счет применения щелей Соллера).

Часто применяемый способ исключения влияния текстуры на интенсивность рентгеновских интерференций путем анализа отношения интенсивностей для двух значений  $\{HKL\}$ , различающихся по углу  $\theta$ , но представляющих собой разные порядки отражения от одних и тех же плоскостей  $\{hkl\}$ , не совсем корректен. В работе [77] показано, что интенсивность линии с большим углом  $\theta$  оказывается заниженной, так как число отраженных лучей, попадающих в щель счетчика определенной высоты, обратно пропорционально  $\sin \theta$ . Поэтому этот способ справедлив только для слабой текстуры и при возможности установки высоты щели счетчика для каждого угла  $\theta$  согласно указанной зависимости.

Для учета влияния текстуры на характер дифракционной кривой расчетным путем можно воспользоваться методом моментов, предложенным в работе [77], и другими, описанными, например, в работах [78, 79].

## Глава V

### МЕТОДЫ ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ ТЕКСТУРЫ ПО ПРЯМЫМ ПОЛЮСНЫМ ФИГУРАМ

Основным источником информации о кристаллографической текстуре служит прямая полюсная фигура (ППФ), построенная по данным дифрактометрической съемки. При сравнении результатов, полученных для разных образцов, возникает необходимость их числового выражения. Полный количественный расчет текстур прокатки возможен с помощью анализа трехмерных функций распределения ориентировок (ФРО), который, однако, является весьма трудоемким (см. гл. VI, раздел 3). Поэтому в ряде случаев можно ограничиться некоторыми условными полуколичественными характеристиками, полученными из ППФ или непосредственно из дифрактометрических кривых.

Условный характер полуколичественной оценки по ППФ связан с невозможностью полного разделения ориентировок разного типа в случае текстур прокатки. Для аксиальных текстур ФРО является двумерной, по-

этому их полный анализ осуществляется более простым расчетом ОПФ (гл. VI, раздел 2) и чаще достаточно корректно может быть выполнен по ППФ.

В настоящей главе кратко рассмотрены существующие методы приближенной, полуколичественной оценки текстур по ППФ, многие из которых существенно откорректированы и уточнены.

#### 1. АКСИАЛЬНАЯ ТЕКСТУРА

В случае однокомпонентной аксиальной текстуры на сфере проекций имеются круговые зоны повышенной концентрации нормалей  $\langle hkl \rangle$ .

Метод количественного расчета основан на общепринятом положении, согласно которому количество зерен с данной ориентировкой, участвующих в отражении, пропорционально интегральной интенсивности дифрагированного излучения по соответствующей зоне сферы проекций. В данном случае интегральная интенсивность от ориентированных зерен выражается объемом над шаровым поясом

$$V_i = 2\pi R^2 \int_{\alpha_i}^{\alpha_i'} I_\alpha \sin \alpha d\alpha, \quad (48)$$

где  $R$  — радиус сферы проекций.

Доля ориентировки определяется по соотношению объемов, соответствующих рассматриваемой ориентировке, и объема в пределах полусферы проекций:

$$f_i = \frac{\sum \int_{\alpha_i}^{\alpha_i'} I_\alpha \sin \alpha d\alpha}{\int_0^{\pi/2} I_\alpha \sin \alpha d\alpha}. \quad (49)$$

Определение указанных объемов практически можно заменить определением их сечений по текстурограмме. Рассмотрим, например, полную текстурограмму  $\{11\bar{2}0\}$  для проволоки титана, полученную сочетанием съемки методом наклона двух образцов: продольного и поперечного (рис. 53). Текстуре  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  соответствуют два максимума при  $\alpha = 30$  и  $90^\circ$ . Площадь под горизонталью

3, проведенной по нижнему уровню зарегистрированной кривой 1, характеризует долю разориентированных зерен в отражающем объеме образца, а площадь над горизонталью 3 — долю зерен с ориентировкой  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ . Функция  $I_\alpha \sin \alpha$  изображается кривой 2. Кривая 4 получается после исправления уровня интенсивности 3 на  $\sin \alpha$ . Проведя планиметрирование площадей, ограниченных кривыми 2 и 4,  $S_1 + S_2$ , кривой 2 и линией фона —  $S_3$ , найдем долю ориентировки  $f_{\langle 10\bar{1}0 \rangle} = S_1 + S_2 / S_1 + S_2 + S_3$  [80]. Этим приемом, однако, нельзя воспользоваться, если острый текстурный максимум находится при  $\alpha = 0^\circ$ , так как при умножении на  $\sin \alpha$  он обращается в нуль. В то же время сведения, полученные при съемке поперечного шлифа при совпадении нормали отражающей плоскости с осью текстуры, т. е. когда максимум находится при  $\alpha = 0^\circ$ , наиболее достоверны.

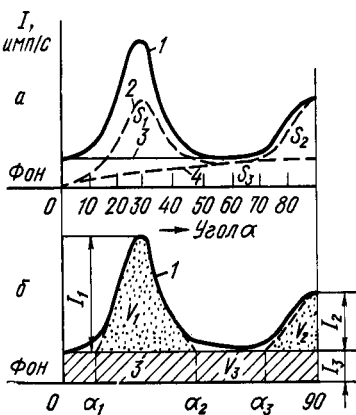


Рис. 53. Текстураграмма  $\{11\bar{2}0\}$  проволоки титана, деформированной с обжатием 95%. (а) и аппроксимация площадей под ней простыми геометрическими фигурами (б)

которые аппроксимируем простыми геометрическими фигурами (рис. 53, внизу). Затем вычислим элементарные объемы, принимая во внимание, что основанием каждого из них служит поверхность шарового пояса, площадь которой определяется по формуле

$$S_i = 2\pi R^2 (\cos \alpha_i - \cos \alpha'_i),$$

где  $\alpha_i - \alpha'_i$  — угловой интервал, принятый при разбивке на элементарные объемы. При аппроксимации сечения треугольником или четырехугольником объем определяется соответственно по формулам

$$\left. \begin{aligned} V_i^* &= \frac{1}{2} I_{\max} (\cos \alpha_i - \cos \alpha'_i); \\ V_i &= I_{\max} (\cos \alpha_i - \cos \alpha'_i). \end{aligned} \right\} \quad (50)$$

Долю ориентировки находим по соотношению объемов, принадлежащих этой ориентировке, и общего объема по полусфере проекций:

$$f_i = \Sigma V_i / V_{\text{общ}}. \quad (51)$$

В рассмотренном примере

$$V_1 = \frac{1}{2} I_1 (\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2); \quad V_2 = \frac{1}{2} I_2 (\cos \alpha_3 - 0);$$

$$V_3 = I_3 (\cos 0^\circ - \cos 90^\circ) = I_3;$$

$$f_{\langle 10\bar{1}0 \rangle} = V_1 + V_2 / V_1 + V_2 + V_3.$$

Преимуществом метода является повышенная точность определения в области малых углов  $\alpha$ ; кроме того, отпадает необходимость планиметрирования, при котором вносятся дополнительные ошибки.

В случае многокомпонентных аксиальных текстур возникает необходимость количественной оценки отдельных ориентировок. Задача легко решается, если известна полная ППФ. Тогда доля ориентировки  $f_i$  определяется по формуле (51), причем в общий объем входят все ориентировки и бестектурная составляющая.

Однако не всегда можно получить полную ППФ. Например, для осажденных слоев, когда ось текстуры перпендикулярна поверхности образца, принципиально невозможно снять полную ППФ, если не удастся отделить осажденный слой от подложки и исследовать его «на просвет».

Определение количества отдельных компонент текстуры можно выполнять и по неполной ППФ, если провести нормировку по множителю повторяемости. Действительно, каждый, объем, образованный нормальями  $\langle hkl \rangle_{ji}$  кристаллитов, имеющих ориентировку  $\langle uvw \rangle_i$  характеризует количество этой ориентировки пропорционально отношению  $M_{ij} / M_{\langle hkl \rangle}$ , где  $M_{ij}$  — число идентичных  $\langle hkl \rangle$ , принадлежащих  $j$ -тому поясу

\* Множитель  $2\pi R^2$  не учитывается, так как при нахождении  $f_i$  он сокращается.

нормалей  $i$ -той компоненты текстуры, т. е. приведенный множитель повторяемости;  $M_{\langle hkl \rangle}$  — множитель повторяемости нормалей  $\langle hkl \rangle$  [78]<sup>1</sup>.

$$V_{ij} = \frac{M_{ij}}{M_{\langle hkl \rangle}} f_i V_{\text{общ}}, \quad (52)$$

отсюда доля ориентировки

$$f_i = V_{ij} M_{\langle hkl \rangle} / V_{\text{общ}} M_{ij}. \quad (53)$$

Таким образом, учитывая по одному объему для каждой ориентировки и объем, относящийся к бестекстурной компоненте в рассмотренной области ППФ, проводим полное количественное определение.

## 2. ТЕКСТУРА ПРОКАТКИ

*Оценка процентного соотношения ориентировок ограниченного типа по амплитудным значениям интенсивности.* Исходными данными для расчета служат значения интенсивности  $I_{i(\alpha, \beta)}$  за вычетом фона, исправленные на геометрические условия съемки. При этом координаты  $\alpha, \beta$  соответствуют положениям полюсов идеальных ориентировок, которыми описывается рассматриваемая ППФ. Определение  $I_{i(\alpha, \beta)}$  удобнее производить по дифрактограмме, прикладывая к ней линейку с нанесенными положениями  $\alpha, \beta$  полюсов выбранных ориентировок. Затем производят суммирование интенсивностей для всех полюсов каждой ориентировки. Процентное количество данной ориентировки определяется по формуле

$$f_i = \frac{\sum_i I_{i(\alpha, \beta)} / n_i}{\sum_n I_{i(\alpha, \beta)} / n} 100, \quad (54)$$

где в числителе — сумма интенсивностей, деленная на число полюсов данной ориентировки на ППФ<sup>2</sup>, а в зна-

<sup>1</sup> Авторы работы [81] применили способ нормировки по приведенному множителю повторяемости для расчета только острых текстур. Ранее он был нами предложен для полуколичественной оценки слабых текстур ограниченного типа [82] (рассмотрен ниже). Им можно воспользоваться и для слабых аксиальных текстур, учтя объем бестекстурной компоненты.

<sup>2</sup> При анализе полных ППФ учитываются все полюсы  $\{hkl\}$  на сфере проекций, т. е. для  $\alpha > 90^\circ$  число  $n_i$  удваивается.

менателе — то же для совокупности рассмотренных ориентировок. Симметричные компоненты текстуры учитываются как отдельные ориентировки, т. е. интенсивность их совпадающих полюсов делится на число компонент.

Операция деления на число полюсов  $n_i$  позволяет проводить расчет по неполной ППФ, так как исключается ошибка из-за неодинакового числа полюсов разных ориентировок, попавших в исследованную область ППФ. Интенсивность текстурного максимума, принадлежащего одновременно двум близко расположенным полюсам разных ориентировок, может быть поделена между ними пропорционально интенсивности изолированных полюсов этих ориентировок [83].

Недостатком метода является то, что учитываются лишь амплитудные значения текстурных максимумов, а не их объем, т. е. не анализируется рассеяние ориентировок. Рассеяние можно учесть до некоторой степени, рассмотрев отклоненные ориентировки. Преимущество метода — его простота.

Описана программа, по которой проводится подобный расчет с помощью ЭЦВМ «Мир-2», причем выполняются и качественный, и полуколичественный анализа [84]. Производится перебор возможных ориентировок, и на печать выводятся индексы таких ориентировок, для которых интенсивность всех полюсов заметно превышает уровень фона. Суммирование интенсивностей в окрестностях идеальной ориентировки в заданных пределах  $\Delta\alpha, \Delta\beta$  дает некоторое приближение к объему текстурного максимума. На печать выводится величина  $T = V_i \sin \alpha_i / \sum V_i$ , пропорциональная доле данной ориентировки. Коэффициент  $\sin \alpha$  вводится для учета масштаба сферической проекции. Расчет с помощью ЭЦВМ позволяет увеличить количество анализируемых ориентировок до нескольких сотен, в чем, однако, по нашему мнению, нет необходимости.

*Полуколичественная оценка ориентировок ограниченного типа по объемам текстурных максимумов.* Более строгая количественная оценка ориентировок основана на рассмотрении объемов текстурных максимумов над плоскостью ППФ, которые пропорциональны количеству нормалей, отражающих плоскостей, а следовательно, и доле объема материала, имеющего соответствующую ориентировку.

Предложено несколько способов нахождения объемов текстурных максимумов, отличающихся вариантами аппроксимации. Данн впервые предложил аппроксимировать форму текстурного максимума поверхностью Гаусса [85]:

$$I = I_{\max} \exp [ - (\alpha^2/2\sigma_\alpha^2 + \varphi^2/2\sigma_\varphi^2) ], \quad (55)$$

где  $I_{\max}$  — максимальная интенсивность;  $\sigma_\alpha$  и  $\sigma_\varphi$  — коэффициенты, характеризующие дисперсию распределения в двух взаимно перпендикулярных сечениях текстурного максимума. Тогда доля ориентировки, имеющей  $n_i$  текстурных максимумов, приближенно определяется по формуле

$$f_i = \sum_{n_i} I_{i\max} \sigma_\alpha \sigma_\varphi. \quad (56)$$

Причем  $\sigma_\alpha$  и  $\sigma_\varphi$  должны быть выражены в радианах, а  $I_{i\max}$  в единицах полюсной плотности бестекстурного эталона. Поскольку по условиям нормировки объем всей ППФ или  $\sum_i f_i = 1$ , то  $f_i$  получается в виде дроби, меньшей единицы. Рассеяние текстуры определяется параметром  $\rho = \sqrt{\sigma_\alpha^2 + \sigma_\varphi^2}$ . Величину  $\sigma_\alpha$  и  $\sigma_\varphi$  находят графически по наклону прямых  $\ln I$  от  $\alpha^2$  или  $\varphi^2$ . Тангенс наклона такой прямой равен  $1/2\sigma_\alpha^2$  или  $1/2\sigma_\varphi^2$ . Существует более простой способ определения  $\sigma_\alpha$  и  $\sigma_\varphi$ . Примем в выражении (55)  $\alpha^2/2\sigma_\alpha^2 + \varphi^2/2\sigma_\varphi^2 = 1$ , что имеет место при  $\sigma_\alpha = \alpha$  и  $\sigma_\varphi = \varphi$ . Тогда  $I_{\max}/I = e$  (основание натурального логарифма). Отсюда  $\sigma_\alpha$  и  $\sigma_\varphi$  равны тем значениям  $\alpha$  и  $\varphi$ , при которых высота текстурного максимума уменьшается в  $e$  раз [7].

Метод Данна применим только для интенсивных текстур с изолированными максимумами, сечение которых имеет эллиптическую форму. Проверка применимости его для количественного анализа кубической текстуры дала результаты, близкие к полученным магнитометрическим методом, при условии построения полной ППФ в уровнях полюсной плотности, т. е. когда за единицу полюсной плотности принимали среднюю интенсивность по всей ППФ [86].

Другой, более простой метод состоит в аппроксимации объема текстурного максимума суммой объемов ко-

нуса и нескольких усеченных конусов, в основании которых лежат площади, ограниченные изолиниями ППФ (рис. 54). При планиметрировании площадей оснований конусов учитывают масштаб стереографической проекции. Для этого предварительно площадь ППФ условно

разбивают на зоны, в пределах которых масштаб считают неизменным. Планиметрирование проводят по зонам и результаты умножают на соответствующие масштабные коэффициенты [86].

А. И. Радишевским<sup>1</sup> предложено основания конусов ап-

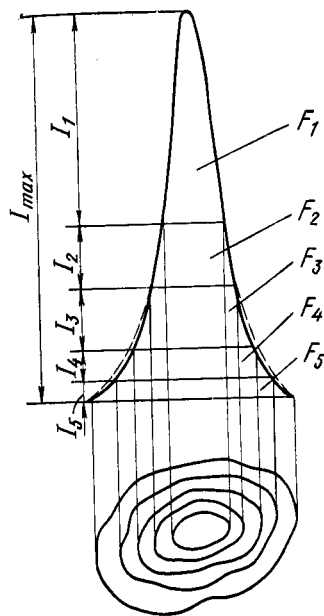


Рис. 54. Аппроксимация объема текстурного максимума суммой элементарных объемов

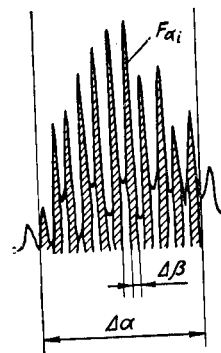


Рис. 55. Участок текстуродиаграммы, зарегистрированной при непрерывном изменении углов  $\beta$  и  $\alpha$ .  $F_{\alpha_i}$  — площадь текстурного пика

проксимировать кругами, площадь которых вычислять по формуле, учитывающей масштаб стереографической проекции:

$$S_i = \pi R^2 \sin^2 \alpha_i / (\cos \alpha + \cos \alpha_i), \quad (57)$$

где  $R$  — радиус ППФ, обычно принимаемый за единицу;  $\alpha_i$  — радиус круга;  $\alpha$  — угол смещения центра круга от центра ППФ.

<sup>1</sup> Радишевский А. И. Количественная оценка кристаллографической текстуры по полюсным фигурам. Автореф. канд. дис. М., 1970.

Количество данной ориентировки определяют из соотношения объемов максимумов этой ориентировки и всей ППФ. Последний равен  $2\pi R\Gamma$ . Разновидностью этого является способ, при котором планиметрируют пики дифрактограммы в заданных пределах  $\Delta\beta$  и полученные площади  $F_{\alpha_i}$  суммируют в интервале  $\Delta\alpha$  (рис. 55). Удаление текстурных пиков от центра ППФ приближенно учитывают, умножая их площади на  $\sin \alpha_i$  [87, 88].

### 3. ОЦЕНКА ОРИЕНТИРОВОК СЛАБОТЕКСТУРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ

При исследовании текстуры слаботекстурованных материалов важно оценить количественное соотношение ориентировок разного типа и бестекстурной составляющей, поскольку усиление слабой текстуры может привести к существенным изменениям физических свойств. Так, в случае магнитных материалов с о. ц. к. решеткой целесообразно выделять среди других такие ориентировки, при которых направление легкого намагничивания лежит в плоскости прокатки, а именно «ребровые» ориентировки: ограниченную  $\{110\}\langle 001\rangle$  и аксиальную  $\langle 110\rangle$ .

Количественная оценка проводится по дифрактограмме. В рассмотренном ниже примере съемку проводили в  $Co-K_{\alpha}$  излучении на автоматическом текстуродифрактометре ДАРТ-2,0 при большой скорости вращения образца  $v_{\beta}=288$  град/мин, шаге между кольцами ППФ  $\Delta\alpha=3^{\circ}$  и малой скорости движения бумаги самописца  $v_{\text{бум}}=240$  мм/ч [82].

На рис. 56 показана текстуродиаграмма для образца низколегированного железа после холодной прокатки с обжатием 75% и отжига при  $700^{\circ}\text{C}$  и соответствующая ей неполная ППФ  $\{110\}$ . Видно, что преобладают ориентировки  $\{112\}\langle 110\rangle + \{111\}\langle 112\rangle$ , а ориентировка  $\{110\}\langle 001\rangle$  очень слабая. О количестве аксиальной и бестекстурной компонент по ППФ судить не представляется возможным. В то же время на текстуродиаграмме области, относящиеся к указанным компонентам, могут быть четко разграничены, что позволяет провести их количественную оценку.

При выбранном масштабе текстуродиаграмму можно рассматривать как усредненное сечение ППФ по радиу-

су, так как детали изменений текстуры в зависимости от азимутального угла  $\beta$  не видны. Поэтому, так же как и в случае аксиальных текстур, принимается, что процент зерен, имеющих данную ориентировку, пропорционален объему над шаровым поясом на сфере проекций, сечение которого и угловой диапазон определяются по текстуродиаграмме. Область ППФ, по которой производят расчет, ограничивают углом  $\alpha=50^{\circ}$ , до которого при хо-

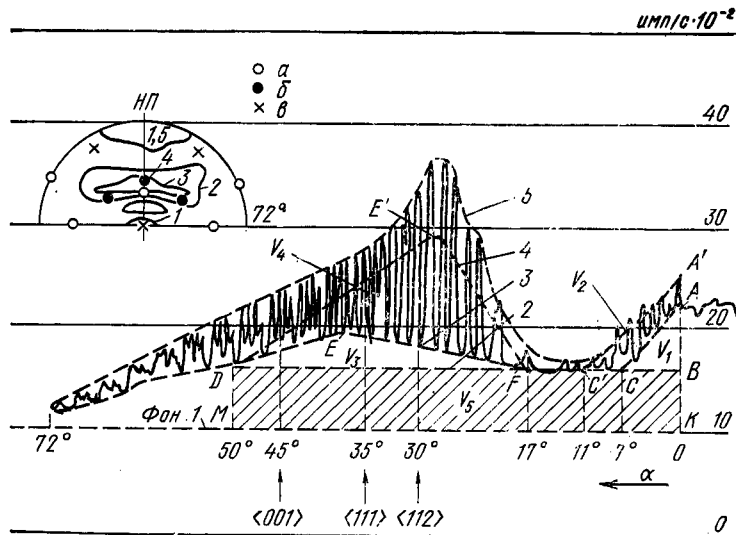


Рис. 56. Текстуродиаграмма и полюсная фигура  $\{110\}$  низколегированного железа, прокатанного на 75% и отожженного при  $700^{\circ}\text{C}$ . Обозначения ориентировок: а —  $\{112\}\langle 110\rangle$ ; б —  $\{111\}\langle 112\rangle$ ; в —  $\{110\}\langle 001\rangle$ ;  $V_1-V_5$  — сечения элементарных объемов

рошей настройке гониометра можно пренебречь падением интенсивности из-за дефокусировки.

Как и в случае простых аксиальных текстур, текстуродиаграмму разбивают на элементарные участки, которые аппроксимируют простыми фигурами. Как видно из рис. 56, на текстуродиаграмме выделяют области, характеризующие либо отдельные ориентировки, либо несколько однотипных ориентировок, если их нельзя разделить. Область, соответствующую ориентировкам ограниченного типа (между кривыми 5 и 3, проведенными по

Результаты расчета текстурогаммы (рис. 56)

Ориентировка	Приведенный множитель повторяемости $M_{ij}$	Объем $V_{ij}$	Доля ориентировки $f_i, \%$
$\langle 110 \rangle$	1	2,6	3
$\{110\} \langle 001 \rangle$	1	5,7	6,5
$\langle 111 \rangle + \langle 112 \rangle + \langle 100 \rangle$	9	47,0	6
$\{112\} \langle 110 \rangle + \{111\} \langle 112 \rangle$	5	156,5	34,5
Бестекстурная компонента	—	216,0	50

верхнему и нижнему уровням текстурогаммы), аппроксимируют треугольником, расчетная высота которого должна быть понижена, поскольку между текстурными пиками имеются участки низкой интенсивности и они должны быть исключены из рассматриваемого объема. Учитывая это, расчетную высоту можно определить как средненную интенсивность для данного угла наклона  $\alpha$  при быстром вращении образца по углам  $\beta$  (60 об/мин) — кривая 4. Вычисление объемов производится с помощью формул (50). Доля одной ориентировки или нескольких, рассматриваемых вместе, определяется по формуле (53), как в случае многокомпонентных аксиальных текстур, т. е. с нормировкой по множителю повторяемости. Для ориентировок, которые не разделяются, учитывается суммарный приведенный множитель повторяемости.

Ниже дан пример расчета текстурогаммы, показанный на рис. 56. Ориентировки, отличающиеся от ребровой, непрерывно переходят одна в другую и разделить их не удастся.

Объем между кривой 3 и горизонталью 2, характеризующий долю аксиальной ориентировки  $\langle 110 \rangle$ , имеет в сечении треугольник  $ABC$ , откуда  $V_1 = \frac{1}{2} [700 (\cos 0^\circ - \cos 7^\circ)] = 2,6$ .

Объем ограниченной ориентировки  $\{110\} \langle 001 \rangle$  определяется как разность объемов, имеющих в сечении треугольники  $A'BC'$  и  $ABC$ ,  $V_2 = \frac{1}{2} [900 (\cos 0^\circ - \cos 11^\circ)] - V_1 = 5,7$ .

Объем совокупности аксиальных ориентировок  $\langle 111 \rangle + \langle 112 \rangle + \langle 100 \rangle$ , имеет в сечении треугольник  $DEF$ ,  $V_3 = \frac{1}{2} [300 \times (\cos 17^\circ - \cos 50^\circ)] = 47$ .

Для объема ограниченных ориентировок:  $\{111\}$ ,  $\langle 112 \rangle$  и  $\{112\} \langle 110 \rangle$  имеем разность треугольников  $DE'F$  и  $DEF$ ,  $V_4 = \frac{1}{2} [1300 (\cos 17^\circ - \cos 50^\circ)] - V_3 = 156,5$ .

Для объема бестекстурной составляющей — прямоугольник  $MDBK$ , ограниченный уровнем фона (линия 1) и горизонталью 2, проведенной по нижнему уровню интенсивности текстурогаммы,  $V_5 = 600 (\cos 0^\circ - \cos 50^\circ) = 216$ . Сумма всех объемов равна 428. Отсюда бестекстурная компонента составляет примерно 50%. Результаты расчета сведены в табл. 6.

Возможные погрешности расчета связаны с точностью определения фона и угловых интервалов для

ориентировок разного типа, а также аппроксимации сечений объемов. В связи с этим необходимо проводить сопоставление всех текстурогамм исследуемой серии образцов и однотипную разбивку их на объемы. При выполнении указанных требований точность определения относительного числа ориентировок существенно повышается. Метод наиболее удобен при изучении слабых текстур, когда значительную роль играет доля разориентированных зерен и аксиальных ориентировок.

#### 4. ОЦЕНКА ПРЕИМУЩЕСТВЕННЫХ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ НАПРАВЛЕНИЙ В ПЛОСКОСТИ ЛИСТА

Если нет необходимости использовать всю информацию, которую дает ППФ, то эксперимент можно значительно упростить. Часто основной интерес представляют сведения о расположении в плоскости прокатки готового листа кристаллографических направлений, определяющих уровень магнитных, упругих и других свойств.

Количественные данные о кристаллографических направлениях с низкими индексами в плоскости листа могут быть получены из анализа внешних колец полюсных фигур:  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  и  $\{220\}$  для г. ц. к. или  $\{110\}$ ,  $\{200\}$  и  $\{222\}$  для о. ц. к. материалов, святых на просвет, либо части этих колец, полученных съемкой на отражение пакета пластин, рабочая поверхность которого перпендикулярна интересующему направлению в листе.

Так, совершенство ребровой текстуры вторичной рекристаллизации в трансформаторной стали принято



оценивать углом рассеяния направления легкого намагничивания  $\langle 100 \rangle$  относительно НП. Съемку методом наклона проводят со шлифа, перпендикулярного НП, при быстром вращении по  $\beta$ . На участке текстурограммы  $\{200\}$  (рис. 57) максимум интенсивности характеризует концентрацию направлений  $\langle 100 \rangle$  в НП с некоторым рассеянием, которое необходимо оценить. Авторы работы [89] предлагают выделить бестекстурную составляющую проведением над линией фона  $\beta$  кривой 2, отражающей падение интенсивности для бестекстурного эталона. Она проводится по нижнему уровню интенсивности зарегистрированной кривой 1. Если при  $\alpha=45^\circ$  кривая 1 выше уровня фона, то в образце имеется бестекстурная составляющая, долю которой можно определить, пользуясь приемом, описанным выше для аксиальных

текстур<sup>1</sup>. Затем область под кривой 1 разбивают на равные участки, как показано на рис. 57, и вычисляют средний плоский угол рассеяния

$$\bar{\alpha}_{пл} = \sum h_i \alpha_i / \sum h_i \quad (58)$$

либо средний телесный угол рассеяния

$$\bar{\alpha}_T = (\sum h_i \alpha_i \sin \alpha_i) / (\sum h_i \sin \alpha_i). \quad (59)$$

Значительно проще найти угол рассеяния текстуры, если аппроксимировать полученное распределение интенсивности кривой Гаусса (55) и найти, как было показано выше, то значение угла  $\alpha'$ , при котором высота текстурного максимума уменьшается в  $e$  раз. При выбранном методе съемки рассеяние текстуры характери-

<sup>1</sup> Авторы работы [89] предложили долю бестекстурной составляющей находить по соотношению  $\Delta_1/\Delta_2$ , где  $\Delta_1$  — расстояние между кривой 1 и линией фона при  $\alpha=45^\circ$  для исследуемого образца, а  $\Delta_2$  — то же, для бестекстурного эталона. Очевидно, что при этом возникнут ошибки, связанные с различием отражательной способности образца и эталона.

зуется величиной  $\sigma_\alpha = \sigma_\varphi = \alpha'$ . При не слишком крупном зерне можно не производить быстрое вращение образца, набранного из пластин; тогда легко оценить  $\sigma_\alpha$  и  $\sigma_\varphi$ , характеризующие отклонение направления  $\langle 100 \rangle$  из плоскости прокатки и от НП в плоскости прокатки соответственно, проводя съемку дважды с поворотом образца (пакета) на  $90^\circ$  вокруг НП.

В случае многокомпонентных текстур бывает важно оценить количественное соотношение разных кристаллографических направлений в рассматриваемом направ-

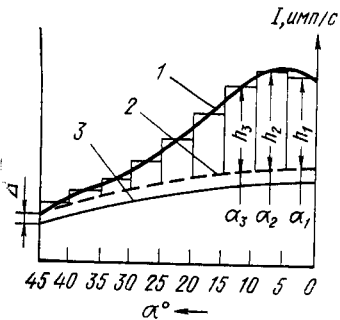


Рис. 57. Участок текстурограммы  $\{200\}$  трансформаторной стали с ребровой текстурой

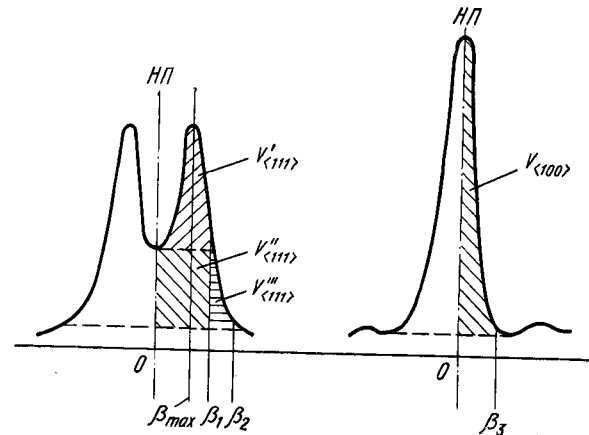


Рис. 58. Участки текстурограмм, соответствующие внешним кольцам ППФ  $\{111\}$  и  $\{200\}$  для холоднокатаной ленты из сплава Fe—79% Ni—2% Mo

лении листа. Например, при исследовании магнитномягких сплавов Fe—79% Ni—2% Mo в виде тонких лент было необходимо получить сведения о вероятности совпадения с НП направлений легкого  $\langle 111 \rangle$  и трудного  $\langle 100 \rangle$  намагничивания, поскольку их количественное соотношение в НП оказывает влияние на прямоугольность и квадратность петли гистерезиса [90]. На рис. 58 показаны участки текстурограмм, соответствующих внешним кольцам ППФ  $\{111\}$  и  $\{200\}$ . Наибольшая интенсивность направлений  $\langle 100 \rangle$  совпадает с НП, тогда как максимум интенсивности  $\langle 111 \rangle$  отстоит от НП примерно на  $15^\circ$ , а непосредственно в НП интенсивность несколько понижена.

Количественной характеристикой влияния направлений  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 100 \rangle$  на свойства в НП может служить соотношение объемов соответствующих текстурных максимумов в выбранном угловом интервале рассеяния. Поскольку рассматриваются текстурные максимумы разных ППФ, необходимо учитывать множители повторяемости. Кроме того, как следует из теории намагничивания, величина магнитной индукции пропорциональна косинусу угла между направлением поля (НП) и направлением легкого намагничивания. Поэтому относительное влияние направлений  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 100 \rangle$  на свойства в НП выразится уравнением

$$\frac{n_{111}}{100} = [M_{\langle 100 \rangle} \int_0^{\beta_0} I_{\langle 111 \rangle} \sin \beta \cos \beta d\beta] / [M_{\langle 111 \rangle} \times \int_0^{\beta_0} I_{\langle 100 \rangle} \sin \beta \cos \beta d\beta], \quad (60)$$

Так как максимум интенсивности  $\langle 111 \rangle$  не совпадает с НП и его положение изменяется от образца к образцу, то при нахождении объемов текстурных максимумов способом аппроксимации это обстоятельство до некоторой степени можно учесть, введя коэффициент  $\cos \beta_{\max}$ . Тогда в рассматриваемом случае получим

$$\frac{n_{111}}{100} = (M_{\langle 100 \rangle} \Sigma V_{\langle 111 \rangle} \cos \beta_{\max}) / (M_{\langle 111 \rangle} V_{\langle 100 \rangle}).$$

Распределение интенсивности на внешнем кольце ППФ  $\{110\}$  — о.ц.к. и  $\{111\}$  — г.ц.к. наиболее чувствительно к изменениям текстуры прокатанных материалов. Поэтому в ряде случаев соотношение интенсивностей в местах выхода идеальных ориентировок на внешнем кольце ППФ, а также положение текстурных максимумов относительно НП и их рассеяние могут использоваться в качестве критериев количественных изменений текстуры. Предложен метод математической обработки данных о распределении интенсивности на наружном кольце ППФ  $\{110\}$ , позволяющий оценить количественное соотношение заданных ориентировок в прокатанном о. ц. к. материале [91].

В заключение следует отметить, что большим преимуществом методов приближенной, полуколичественной оценки ориентировок является их простота. Не да-

вая абсолютных значений, они в то же время позволяют получить достоверные сведения об изменении количественного соотношения ориентировок в серии образцов с однотипной текстурой.

## Глава VI

### ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ РЕНТГЕНОВСКОГО АНАЛИЗА ТЕКСТУРЫ С ПОМОЩЬЮ ЭВМ

#### 1. ПОСТРОЕНИЕ ПРЯМЫХ ПОЛЮСНЫХ ФИГУР

Большой объем информации, получаемой при работе на текстурдифрактометрах, и необходимость тщательной обработки результатов с целью построения количественных полюсных фигур вызывают потребность внедрения машинных методов обработки.

Известны два способа построения полюсных фигур ЭВМ: с помощью двухкоординатного самописца [31, 59, 92] либо цифрового печатающего устройства [93—95]. Съемка и построение ППФ, как правило, разделены во времени, поскольку ЭВМ может производить расчеты, в которых используется вся совокупность исходных данных.

Различные программы отражают особенности регистрации результатов рентгеновской съемки дифрактометрами разной конструкции. Так, для регистрации данных текстурдифрактометром фирмы «Сименс» с непрерывной разверткой по спирали с шагом  $5^\circ \alpha$  применена цифровая печать средней интенсивности для интервала  $7,74^\circ \beta$ , который соответствует времени счета и печати одного значения измеренной интенсивности. Зарегистрированное значение интенсивности приписывается средней точке отрезка спирали длиной  $7,74^\circ \beta$  [31]. Данные набирают на перфокарты и вводят в машину IBM-1620, которая производит расчет координат точек измерения  $X, Y$  в масштабе стереографической проекции вычитание фона из значений измеренной интенсивности для образца и эталона, определение отношения интенсивности образца и эталона в каждой точке  $(X, Y)$ , сглаживание результатов для уменьшения статистических отклонений, управление работой двухкоординатного са-

мописца «Calcomp 563», строящего ППФ. Построение неполной ППФ по результатам съемки на отражение занимает около 30 мин и определяется числом выбранных уровней относительной интенсивности. Предусмотрен также вариант программы построения ППФ с центром в середине квадранта стереографической проекции по результатам съемки эквинаклонного образца (см. гл. IV). Полученные ППФ являются полуколичественными, поскольку строятся в уровнях относительной интенсивности, т. е. возможности обработки результатов на ЭВМ здесь не использованы в достаточной степени. Другим недостатком этого метода, обусловленным отсутствием дискретного режима съемки у дифрактометра фирмы «Сименс», является усреднение данных в значительном интервале углов  $\beta$  и потери интенсивности во время цифрпечати, так как образец поворачивается непрерывно. Это существенно снижает точность построения ППФ. Аналогичный принцип обработки результатов и построения ППФ используется при работе с дифрактометром фирмы «Норелко» и др., не имеющими дискретного режима съемки [92].

Особенности программ построения ППФ цифрпечатающим устройством ЭВМ состоят в операциях нахождения координат  $(X, Y)$  растровой сетки из координат  $(\beta, \alpha)$  точек измерения и изображения уровней ППФ в точках  $(X, Y)$  определенными символами.

Рассмотрим более подробно программу обработки результатов рентгеновской съемки на текстурдифрактометре ДАРТ-2,0 и построения ППФ с помощью ЭВМ «Минск-22» [96]. Конструкцией ДАРТ-2,0 наряду с непрерывным режимом работы предусмотрен дискретный (поточечный) режим с регистрацией результатов на перфоленте [69, 70]. Интенсивность отражений  $\{hkl\}$  набирается в двоично-десятичном коде в заданной последовательности изменения координат  $\beta, \alpha$ . Шаг  $\Delta\beta$  может составлять 1, 2 или 4°, шаг  $\Delta\alpha$  — 1, 3, 6 или 9°. Экспозиция в каждой точке  $(\beta, \alpha)$  задается пересчетным устройством. Цель обработки состоит в определении полюсной плотности в точках  $(\beta, \alpha)$  с учетом поправки на дефокусировку или поглощение. При этом за уровень, равный единице плотности, соответствующий бестекстурному состоянию анализируемого образца, принимается среднее значение интенсивности в исследуемой области ППФ, что обеспечивает ее количественный характер [42].

Программа позволяет строить как неполную ППФ по результатам съемки «на отражение» либо «на просвет», так и полную согласованную ППФ (см. гл. III, раздел 4).

Исходными данными служат:

- 1)  $I_{\alpha_i, \beta_j}$  — значения измеренной интенсивности;
- 2) набор углов  $\alpha$ , для которых получены массивы чисел  $I_{\alpha_i, \beta_j}$  в порядке возрастания  $\beta$  от 0 до 360°;
- 3)  $\Delta\beta$  и  $\Delta\alpha$  — шаг изменения соответствующих углов;
- 4)  $I_{\alpha_i, \text{фон}}$  — значения интенсивности фона образца при выбранных  $\alpha$ ;
- 5 и 6)  $I'_{\alpha_i}$  и  $I'_{\alpha_i, \text{фон}}$  — значения интенсивностей линии и фона эталона без текстуры в зависимости от  $\alpha$ ;
- 7)  $K'_{\alpha_i}$  — значения поправочного коэффициента для области съемки на просвет;
- 8) степень неравномерности шкалы, о которой будет сказано ниже.

Алгоритм предварительной обработки результатов включает:

- 1) вычисление поправки на дефокусировку по эталону по формуле

$$K_{\alpha_i} = I'_0 - I'_{0\text{фон}} / I'_{\alpha_i} - I'_{\alpha_i\text{фон}}; \quad (61)$$

- 2) нахождение согласующего коэффициента в случае построения полной ППФ (для области, снятой на отражение  $\delta=1$ )

$$\delta = \frac{\sum_{j=1}^m [I_{\alpha_i\beta_j} - I_{\alpha_i\text{фон}}]_{\text{отр}} K_{\alpha\text{отр}}}{\sum_{j=1}^m [I_{\alpha_i\beta_j} - I_{\alpha_i\text{фон}}]_{\text{пр}} K'_{\alpha\text{пр}}}; \quad (62)$$

- 3) нахождение среднего значения интенсивности по исследуемой области ППФ

$$\bar{I} = \frac{1}{2\pi q} \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^m [I_{\alpha_i\beta_j} - I_{\alpha_i\text{фон}}] K_{\alpha_i} \delta \sin \alpha_i \Delta\alpha \Delta\beta, \quad (63)$$

где  $q$  — коэффициент пропорциональный исследуемой области ППФ;

- 4) вычисление полюсной плотности

$$P_{\alpha_i\beta_j} = [I_{\alpha_i\beta_j} - I_{\alpha_i\text{фон}}] \cdot K_{\alpha_i} \delta / \bar{I}; \quad (64)$$

5) нахождение максимального и минимального значений  $\rho_{\alpha_i}, \beta_j$ .

Значения  $\rho_{\alpha_i}, \beta_j$  записываются на магнитную ленту, а  $\bar{I}, \rho_{\min}$  и  $\rho_{\max}$  остаются в оперативной памяти и используются в последующей обработке.

Машина «Минск-22» не снабжена двухкоординатным самописцем; ее алфавитно-цифровое печатающее устройство (АЦПУ-128) позволяет печатать на одной строке 128 символов. Номер символа в строке принимают за координату  $X$ , а номер строки — за  $Y$ . Полюсную фигуру вписывают в поле  $340 \times 340$  мм (126 символов  $\times$   $80$  строк = 10 080 символов). Декартовы координаты  $X, Y$  экспериментальных точек  $\rho_{\alpha_i}, \beta_j$  рассчитывают по формулам:

$$X = R \operatorname{tg} \frac{\alpha}{2} \sin \beta; \quad Y = R \operatorname{tg} \frac{\alpha}{2} \cos \beta, \quad (65)$$

где  $R$  — максимальное значение координат ( $X, Y$ ). Координаты, вычисленные по формулам (65), как правило, не совпадают с координатами узлов растровой решетки. Поэтому каждому узлу решетки приписывается полюсная плотность ближайшей экспериментальной точки путем перебора узлов. В связи с достаточно высокой плотностью экспериментальных точек этот способ не вносит больших искажений. Максимальная ошибка на периферии полюсной фигуры при шаге  $\Delta\beta = 4^\circ$  и  $\Delta\alpha = 6^\circ$  составляет  $\pm 2^\circ$  и уменьшается к центру, т. е. точность примерно такая же, как при построении ППФ вручную. Реализация такого алгоритма и построения ППФ с помощью ЭЦВМ «Минск-22» требует около 30 мин машинного времени.

Характер распределения полюсной плотности может сильно меняться от образца к образцу. В случае крупнозернистого материала наблюдаются большие выбросы полюсной плотности. Поэтому равномерная разбивка на уровни всего диапазона от  $\rho_{\min}$  до  $\rho_{\max}$  бывает неудобной. И даже для деформированных образцов при равномерной разбивке на уровни получается их высокая концентрация вблизи текстурных максимумов, а области с низкой полюсной плотностью прорабатываются недостаточно подробно. В связи с этим предусмотрена неравномерная шкала уровней. Характер неравномерности шкалы можно изменять закономерно в широких преде-

лах, введя величину  $\rho' = \rho^n / \rho_{\max}^{n-1}$ , где  $n$  — степень неравномерности шкалы. При  $n=1$  получается равномерная шкала. При  $n < 1$  градации в области низкой полюсной плотности становятся более узкими, а вблизи  $\rho_{\max}$  более широкими, при  $n > 1$  — наоборот, что видно из рис. 59.

На рис. 60 приведены полюсные фигуры, построенные по результатам одного и того же эксперимента, но отличающиеся степенью неравномерности шкалы ( $n=0,5$  и  $1,5$ ). ППФ хорошо отображают распределение полюсной плотности и по конфигурации текстурных максимумов совпадают с полученной ранее с помощью построителя на дифрактометре ДАРТ-2,0 (рис. 48, а).

Служебными символами обозначены 10 низших градаций полюсной плотности, а цифрами от 1 до 10 и буквами — более высокие. Чтобы придать ППФ большую наглядность при воспроизведении, вручную проведены контуры, ограничивающие области с одним или несколькими близкими символами.

При  $n=0,5$  (верхняя половина рис. 60) лучше разрешена структура областей с низкой полюсной плотностью, что позволяет анализировать детали текстуры: второстепенные ориентировки и области рассеяния. При  $n=1,5$  (нижняя половина рис. 60) детальнее прорабатывается конфигурация текстурных максимумов, а структура областей с низкой полюсной плотностью не выявляется.

Из сравнения ППФ рис. 60 и рис. 48, а видно преимущество метода построения ППФ с помощью ЭЦВМ. Полюсная фигура на рис. 48, а носит полуколичественный характер, поскольку построена в произвольных уровнях, без учета интенсивности фона. Кроме того, максимальное число уровней при регистрации построителем равно шести. Построение ППФ с помощью ЭЦВМ в уровнях полюсной плотности дает возможность сопоставлять результаты, полученные для образцов с разной величиной зерна и степенью совершенства кристаллической решетки, поскольку они являются количественными (за уровень  $\rho=1$  принята средняя интенсивность по полюсной фигуре исследуемого образца). Число градаций полюсной плотности равно 20.

Программа позволяет в квадрате со стороной 340 мм строить любую часть ППФ в увеличенном масштабе. Для этого изменяют величину  $R$  в формулах (65). Уве-

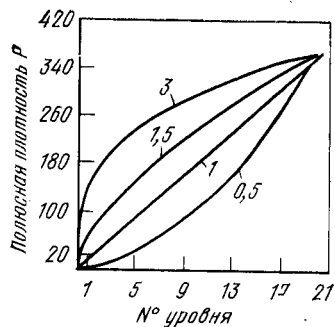
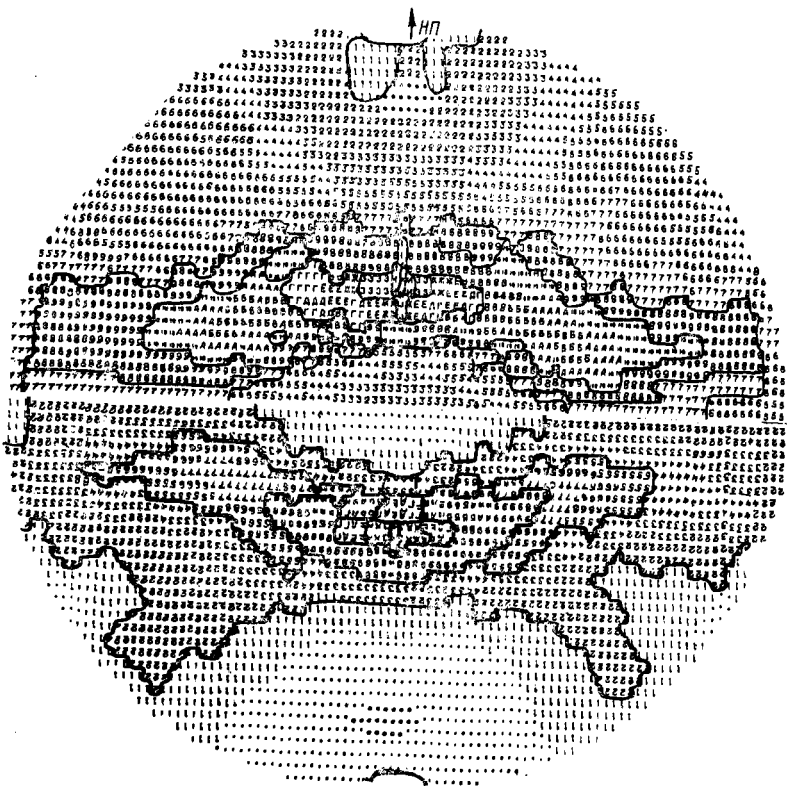


Рис. 59. Влияние степени неравномерности шкалы на градиент полюсной плотности;  $n=0,5; 1,0; 1,5; 3,0$

Рис. 60. Полюсная фигура  $\{110\}$  холоднокатаного образца трансформаторной стали ( $\Delta\beta=4^\circ, \Delta\alpha=6^\circ, \alpha=0+78^\circ$ )



личение масштаба может быть полезным для более точного определения координат максимумов и обнаружения мелких деталей ППФ. Однако обработка ЭЦВМ принципиально не может выявить деталей больше, чем содержит экспериментальные данные.

Экспериментально установлено, что оптимальными условиями изображения ППФ с помощью АЦПУ являются такие, когда на одну экспериментальную точку приходится в среднем две-три точки изображения.

Применение ЭВМ устраняет субъективные ошибки обработки результатов и при построении количественных ППФ, требующем трудоемких расчетов, дает существенный выигрыш во времени.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБРАТНЫХ ПОЛЮСНЫХ ФИГУР

Определение ОПФ, основанное на использовании сведений об интегральных интенсивностях отражений на дебаграммах (метод Харриса) (см. гл. III), позволяет установить значения полюсной плотности лишь в немногих точках ОПФ (по числу зарегистрированных интерференций различных  $\{hkl\}$ ), поэтому изолинии могут быть проведены весьма приблизительно. С развитием вычислительной техники стало возможным аналитическое определение ОПФ, при котором она может быть рассчитана сколь угодно подробно.

Если изучается текстура, обладающая осевой симметрией, то ФРО не зависит от поворота вокруг одной из осей. Задача становится двумерной и ФРО совпадает с ОПФ. При этом объем расчетов сокращается в десятки раз.

Для более сложных текстур прокатки ОПФ не заменяет ФРО, но сведения, полученные из двух ОПФ (для НП и ПН), в сочетании с данными из прямых полюсных фигур в целом ряде случаев достаточны для количественного анализа текстур.

При аналитическом определении ОПФ, как и при вычислении ФРО, в качестве исходных данных используют сведения, полученные из ППФ, либо сведения об ориентировках большого числа отдельных кристаллитов.

Основное соотношение между ППФ и ОПФ состоит в том, что средняя (или суммарная) интенсивность плоскостей  $\{hkl\}$ , нормали которых составляют угол  $\Phi$  с осью

образца в ППФ, пропорциональна полюсной плотности в ОПФ на окружности радиуса  $\Phi$  вокруг полюса  $\{hkl\}$ . Математически это выражается интегральным уравнением

$$R_{hkl}(\Phi) = \frac{1}{2\pi} \int_{0\{hkl\}}^{2\pi} T(\Phi, \beta) d\beta, \quad (66)$$

где  $R(\Phi)$  — нормированная интенсивность отражения  $\{hkl\}$  по кольцу ППФ;  $T(\Phi, \beta)$  — полюсная плотность в точке с координатами  $\Phi, \beta$  на ОПФ. Индекс  $\{hkl\}$  у интеграла означает, что интегрирование проводится по кругу радиуса  $\Phi$ , центром которого является полюс  $\{hkl\}$  на стереографической проекции. Существующие методы аналитического определения ОПФ отличаются друг от друга способом решения уравнения (66).

*Графоаналитический метод определения обратных полюсных фигур.* Графоаналитический метод определения ОПФ, предложенный Джеттером и др. [97], состоит в том, что стереографический треугольник разбивается на участки, в пределах которых плотность считается постоянной. При этом интеграл в уравнении (66) заменяется суммой:

$$R_{hkl}(\Phi) = \frac{1}{\beta_j} \sum_{\beta_j} \beta_{ij} T_i, \quad (67)$$

где  $\beta_{ij}$  — доля окружности радиуса  $\Phi$  с центром в точке  $\{hkl\}$  в пределах  $i$ -того участка ОПФ;  $\beta_j$  — полная величина  $j$ -того следа в стереографическом треугольнике, зависящая от фактора повторяемости  $p$  семейства плоскостей  $\{hkl\}$ :

$$\beta_j = 2\pi p/N \text{ рад,}$$

где  $N$  — общее число стереографических треугольников на сфере проекций (для материалов с кубической решеткой  $N=48$ ).

След  $\Phi = \text{const}$  состоит из одной или нескольких дуг, проведенных из всех полюсов семейства  $\{hkl\}$ . Дуги, составляющие один след, выходящие за пределы стереографического треугольника, зеркально отображаются от его сторон внутрь треугольника. Дуги проводят без нарушения масштаба стереографической проекции. Если их хотят нанести с помощью циркуля, то для опреде-

ления радиуса  $r$  пользуются формулой

$$r = R \sin \Phi / (\cos \alpha + \cos \Phi).$$

Центр такой окружности будет смещен от соответствующего полюса  $\{hkl\}$  к периферии по радиусу стереографической проекции на величину

$$\varepsilon = R \left( \frac{\sin \alpha}{\cos \alpha + \cos \Phi} - \text{tg} \frac{\alpha}{2} \right),$$

где  $R$  — радиус проекции;  $\alpha$  — угловое расстояние от центра проекции до данного полюса  $\{hkl\}$ .

Для семейства плоскостей  $\{111\}$  ( $\alpha=54,7^\circ$ ) следы с интервалом  $5^\circ$  угла  $\Phi$  показаны на рис. 61. Каждый след содержит от одной до трех дуг.

Из-за неравномерности градусной сетки в стереографической проекции длина дуги, измеренная в миллиметрах  $l_{ij}$ , должна быть скорректирована

$$\beta_{ij} = K_i l_{ij},$$

где  $K_i$  — коэффициент, показывающий, сколько градусов содержит 1 мм дуги, расположенной на расстоянии  $\alpha$  градусов от центра стереографической проекции для окружности радиуса  $\Phi$  градусов;

$$K_i = 180(1 + \cos \alpha) / (\pi R \sin \Phi). \quad (68)$$

Если не учитывать нелинейность размеров при графическом определении  $\beta_{ij}$ , то ошибки достигают около 30%, а при вычислении полюсной плотности увеличатся еще больше [98, 99].

От способа разбивки элементарного треугольника на участки, соответствующие примерно одинаковому телесному углу, зависит величина определителя матрицы  $\left\| \frac{\beta_{ij}}{\beta_j} \right\|$ , а следовательно, и точность метода. В работе

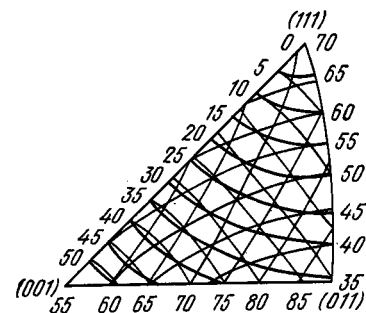


Рис. 61. Следы для семейства плоскостей  $\{111\}$  с интервалом угла  $\Phi$ , равным  $5^\circ$ , в стереографическом треугольнике кубической решетки. Общая длина каждого следа  $60^\circ$

[99] разбивку производили на 36 участков, ограниченных биссекторными дугами, на такое же число участков шестиугольной и треугольной формы. Первый из указанных способов разбивки (рис. 62) обеспечивает наиболее высокую точность.

Для увеличения точности решения системы уравнения (67) надо стремиться получить ее переопределенной. Удовлетворительная точность достигается, если число уравнений примерно в три раза превышает число участ-

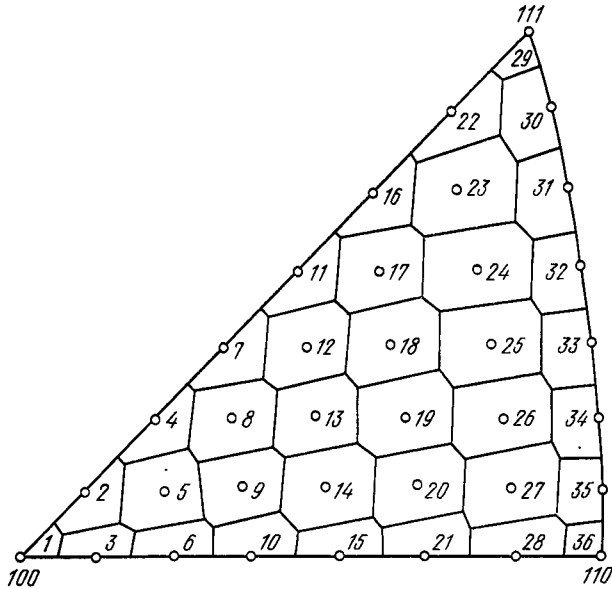


Рис. 62. Разбивка стереографического треугольника на элементарные участки биссекторными дугами

свойственному аксиальной текстуре:

$$R_{hkl}(\Phi) = I(\Phi)/I(\Phi)_{\text{б.т.}}, \quad (69)$$

где  $I(\Phi)_{\text{б.т.}}$  — интенсивность отражения  $\{hkl\}$  для образца без текстуры.

При таком способе определения  $R_{hkl}(\Phi)$  ОПФ будет построена в произвольных уровнях полюсной плотности. Для вычисления процентного содержания ориентировок ОПФ необходимо строить в нормированных уровнях полюсной плотности, для нахождения которой надо получить ППФ не в произвольных уровнях интенсивности  $I(\Phi)$ , а в уровнях полюсной плотности, когда за единицу полюсной плотности принимается средняя интенсивность по полной ППФ, что значительно сложнее (см. гл. III, раздел 4). В этом один из недостатков метода. Другим важным недостатком является большая сложность определения матрицы  $\left\| \frac{\beta_{ij}}{\beta_j} \right\|$  и решения системы уравнения (67) относительно полюсной плотности в  $i$ -той точке ОПФ:

$$T_i = \sum_j c_{ij} R_j, \quad (70)$$

где  $\|c_{ij}\|$  — матрица, обратная к  $\left\| \frac{\beta_{ij}}{\beta_j} \right\|$ . Разбивка стереографического треугольника на 190 частей, как это было сделано авторами метода [97], приводит к необходимости решения системы уравнений со 190 неизвестными, определения и хранения в памяти ЭВМ исходной матрицы, состоящей из 36100 чисел.

Стремясь уменьшить число вычислений, авторы работы [98] применили разбивку на 36 участков. Такое малое число участков приводит к тому, что интеграл в уравнении (66) сводится к сумме двух — пяти членов, что явно недостаточно для точного решения. Разрешающая способность при этом составляет  $8^\circ$ . Однако систему из 36 уравнений можно решить только с помощью ЭВМ с достаточно большими быстродействием и объемом памяти. Увеличение числа участков до 78 дает разрешение в  $5^\circ$ , что можно считать удовлетворительным, но объем вычислений при этом существенно возрастает.

Аналитический метод определения ОПФ по полной ППФ. Уравнение (66) можно также решить, если разложить  $T(\Phi, \beta)$  в ряд по некоторым ортогональным

ков, на которые разбивают стереографический треугольник.

Значения средней полюсной плотности  $R_{hkl}(\Phi)$  определяют по экспериментально измеренной интенсивности отражения  $I_{hkl}(\Phi)$ . Съемку методом наклона производят при разных углах  $\Phi$  с быстро вращающегося шлифа. При этом рабочая поверхность перпендикулярна направлению в образце, для которого хотят построить полюсную фигуру. Таким образом приводят ППФ к виду,

функциям и определить коэффициенты разложения. Практически наиболее удобно применять разложение  $T(\Phi, \beta)$  в ряд по симметричным сферическим функциям [17]:

$$\dot{K}_l^\mu = \sum_{\nu} B_l^{\nu\mu} \bar{P}_l^\mu(\Phi) \cos(\nu\beta), \quad (71)$$

где  $B_l^{\nu\mu}$  — коэффициенты, определяемые симметрией решетки материала;  $\bar{P}_l^\mu(\Phi)$  — нормированные присоединенные полиномы Лежандра.

Полюсная плотность разлагается в ряд

$$T(\Phi, \beta) = \sum_{l=0}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} H_l^\mu \dot{K}_l^\mu(\Phi, \beta). \quad (72)$$

Предел второй суммы  $M(l)$  зависит от порядка гармоники  $l$ .

Если зависимость  $R_{hkl}(\Phi)$  известна во всем интервале углов  $\Phi$  от 0 до 90°, можно определить коэффициенты  $F_l$  разложения ее в ряд по полиномам Лежандра  $\bar{P}_l$ :

$$F_l(hkl) = \int_0^{\pi/2} R_{hkl}(\Phi) \bar{P}_l(\Phi) \sin \Phi d\Phi. \quad (73)$$

Неизвестные коэффициенты  $H_l^\mu$  в формуле (72) выражаются через  $F_l(hkl)$ :

$$F_l(hkl) = \sum_{\mu=1}^{M(l)} H_l^\mu \dot{K}_l^\mu(hkl) \sqrt{\frac{2}{2l+1}}. \quad (74)$$

Для не слишком острых текстур обычно ограничиваются порядком  $l=22$  при кубической симметрии кристалла. Тогда  $M(l)$  не превышает двух и достаточна съемка двух полных ППФ. Метод разработан как для кубических кристаллов [17], так и для кристаллов орторомбической симметрии [48].

*Аналитический метод определения ОПФ по неполным ППФ.* Расчет ОПФ по неполным ППФ значительно упрощает эксперимент, так как не требуется проводить

<sup>1</sup> Значения кубических гармоник  $\dot{K}_l^\mu(hkl)$  и коэффициентов  $B_l^{\nu\mu}$  приведены в приложении к монографии Г. И. Бунге [17].

съемку двумя методами или изготавливать эквинаклонный образец.

Выражение, связывающее значения ненормированной интенсивности  $I_{hkl}$  с неизвестными коэффициентами  $H_l^\mu$  разложения ряда (71), в этом случае имеет вид:

$$N_{hkl} I_{hkl}(\Phi) = 1 + \sum_{l=4}^{l_{\max}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} H_l^\mu \dot{K}_l^\mu(hkl) P_l(\Phi), \quad (75)$$

где  $P_l(\Phi)$  — полиномы Лежандра порядка  $l$ .

Коэффициенты  $H_l^\mu$  и нормирующие множители  $N_{hkl}$  определяют по методу наименьших квадратов:

$$\sum_i (I_{ij} N_j - 1 - \sum_{l=2}^{l_{\max}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} H_l^\mu \dot{K}_l^\mu P_l(\Phi)) I_{ij} \omega_{ij} = 0, \quad (76)$$

где  $\omega_{ij}$  — весовой множитель  $i$ -той точки на  $j$ -той ППФ [100, 101].

При  $l=22$  (случай неострых текстур)  $l$  принимают только четные значения и получается система с 15 неизвестными  $H_l^\mu$ . Вычислив  $H_l^\mu$ , можно определить полюсную плотность  $T(\Phi, \beta)$  в любой точке ОПФ по формуле (72) и текстурный индекс  $J$ , характеризующий остроту текстуры:

$$J^2 = \iint (T(\Phi, \beta) - 1)^2 \sin \Phi d\Phi d\beta. \quad (77)$$

С коэффициентами  $H_l^\mu$  текстурный индекс связан выражением

$$J^2 = \sum_{l=4}^{l_{\max}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} (H_l^\mu)^2. \quad (78)$$

Метод обеспечивает получение ОПФ с высокой точностью при относительно небольшом объеме вычислений. Для его реализации можно использовать малые ЭВМ типа «Мир-2». Из-за малого объема оперативной памяти ЭЦВМ «Мир-2» расчет проводится последовательно по четырем подпрограммам.

В конце на печать выдаются значения полюсной плотности в 46 точках ОПФ (рис. 63). Построение ОПФ делают на кальке, наложенной на рис. 63: наносят значения полюсной плотности в 46 точках и проводят уровни равной полюсной плотности [102].



Суммарное время расчета составляет приблизительно 30 мин. Программа включает вычисление значений интенсивности для линий  $\{hkl\}$ , которые соответствуют расчетной ППФ, совпадение их с измеренными экспериментально служит критерием точности метода.

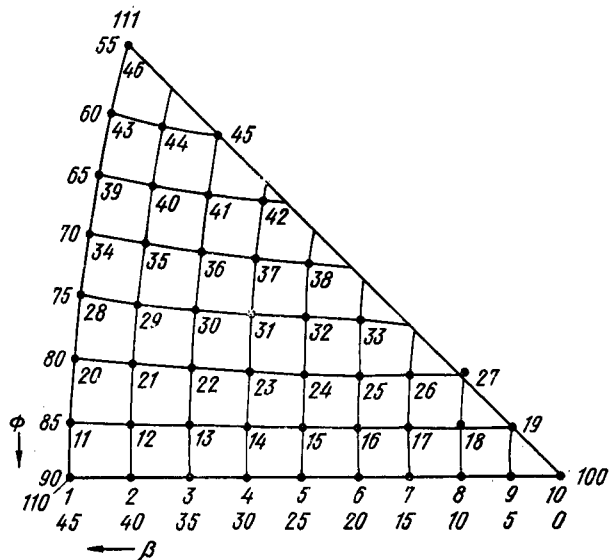


Рис. 63. Положение в стереографическом треугольнике 46 точек, для которых рассчитывают полюсную плотность

В качестве примера использования описанной выше программы на рис. 64 приведена ОПФ для направления прокатки прутка алюминия А97, прокатанного при температуре  $340^\circ\text{C}$  со степенью деформации 96% до диаметра 20 мм. Усредненные значения интенсивностей при быстром вращении образца в своей плоскости для линий  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$  и  $\{311\}$  измерялись на рентгеновском дифрактометре ДРОН-1,5 с приставкой ГП-2.

Сравнение расчетных значений интенсивности для разных углов наклона с измеренными показывает хорошее совпадение (рис. 65). Из рассмотрения ОПФ (рис. 64) следует, что текстура алюминиевого прутка характеризуется двумя аксиальными ориентировками:  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 100 \rangle$ . В центре ОПФ наблюдается область с отрицательными значениями полюсной плотности, ко-



Рис. 64. Обратная полюсная фигура для направления прокатки прутка алюминия А97, прокатанного при  $340^\circ\text{C}$  со степенью деформации 96%

торые характеризуют ошибку определения. В данном случае она составляет 20% от бестекстурного уровня или 3% от текстурного максимума.

Точность метода зависит в первую очередь от точности определения интенсивности рентгеновских отражений. Существенное влияние оказывает правильное определение уровня фона образца и выбор эталона, который необходим только для внесения поправки на дефокусировку.

Точность в значительной степени зависит от числа линий, для которых определялась интенсивность. Чем больше снято линий и чем меньше шаг наклона образца, тем более переопределена система линейных уравнений и соответственно выше точность. Влияние остроты текстуры на точность определения связано с тем, что бесконечный ряд в разложении уравнения (72) заменяется конечным и коэффициенты  $H_{hkl}$  определяются с ошибкой, которая тем больше, чем острее текстура. Поэтому в случае

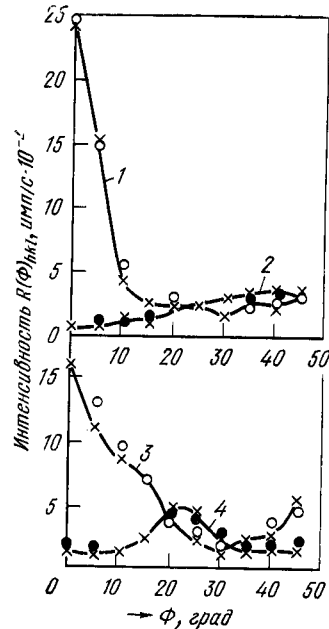


Рис. 65. Значения интегральных интенсивностей ( $\times$ ) линий (1 —  $\{200\}$ ; 2 —  $\{220\}$ ; 3 —  $\{111\}$  и 4 —  $\{311\}$ ), по которым построена ОПФ рис. 64:  $\bullet$  и  $\circ$  — расчетные значения

очень острых текстур с  $T_{\max}$  более 20 необходимо увеличивать число членов разложения в уравнении (72).

Для материалов с крупным зерном (более 0,3 мм в поперечнике) быстрое вращение образца оказывается недостаточным для суммирования отражений от большого числа зерен. Точность определения ОПФ при этом резко ухудшается. В этом случае удобно выполнять измерения на специализированном автоматическом текстурдифрактометре ДАРТ-2,0, в котором предусмотрено во время съемки возвратно-поступательное перемещение образца с амплитудой до  $\pm 18$  мм в направлении, перпендикулярном длинной стороне проекции пучка на образец, и в отражении участвуют все зерна на площади до 400 мм<sup>2</sup> (см. гл. III, раздел 7), что позволяет получать достаточно гладкую дифракционную кривую при величине зерна до 1,0 мм в поперечнике. Сведения о суммарной интенсивности на кольцах ППФ могут быть использованы в качестве исходных данных для расчета ОПФ. Такой прием существенно расширяет возможности дифрактометрического метода.

*Определение ОПФ по ориентировкам большого числа отдельных кристаллитов.* При величине зерна более 1 мм в поперечнике возможно определение ориентировки отдельных кристаллитов рентгеновским фотометодом (съемка эпиграмм), металлографически по фигурам травления или по следам скольжения. Для вычисления ОПФ могут быть использованы также данные, полученные методом электронной микродифракции. Так же как и в описанных выше методах, ОПФ разбивают на участки, в пределах которых полюсная плотность принимается постоянной, и подсчитывают число экспериментальных точек, попавших в данную область [102, 103]. Этот метод не отличается высокой эффективностью, поскольку требуется экспериментально измерить ориентировки нескольких сот зерен, что весьма трудоемко.

Задача упрощается, если полюсную плотность ОПФ определять в виде суммы ряда (72). Формула для определения коэффициентов  $H_i^{\mu}$ , по данным об ориентировке  $n$  отдельных кристаллитов [101], имеет вид:

$$H_i^{\mu} = (4\pi/n) \sum_i^I \dot{K}_i^{\mu}(\Phi_i, \beta_i). \quad (79)$$

В случае кубической симметрии решетки материала

и  $l_{\max} = 22$  для определения 15 неизвестных параметров  $H_i^{\mu}$  требуется экспериментально определить ориентировку нескольких десятков кристаллитов.

В заключение следует отметить, что большим преимуществом методов определения обратных полюсных фигур пересчетом из прямых фигур является их высокая точность, поскольку ППФ может быть экспериментально обследована сколь угодно подробно.

Из всех существующих методов вычисления ОПФ с помощью ЭВМ следует признать наименее трудоемким и наиболее точным метод, основанный на пересчете неполных прямых полюсных фигур, предложенный и рассмотренный в работах [100, 102]. Высокая точность достигается, если используют данные для четырех ППФ в пределах радиального угла от 0 до 45°, где не требуется поправка на дефокусировку. Если используют данные для трех неполных ППФ и максимальная полюсная плотность не превышает 10, ошибка определения значений в отдельных точках ОПФ не более 10%.

### 3. ВЫЧИСЛЕНИЕ ТРЕХМЕРНЫХ ФУНКЦИЙ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ОРИЕНТИРОВОК (ФРО)

ФРО характеризует относительную частоту различных ориентировок кристаллитов в поликристаллическом материале, описывающихся тремя углами Эйлера  $\phi_1, \Phi, \phi_2$  относительно внешних осей образца<sup>1</sup>. В качестве осей  $X, Y, Z$  системы координат кубического кристаллита выбирают оси симметрии высшего порядка [001], [010], [100]. Координатная система образца выбирается также, исходя из его симметрии. Для прокатанного образца осями симметрии служат НП, ПН и НН. Взаимное расположение этих систем и описывается тремя углами Эйлера (см. рис. 6—1).

Удобство такого описания состоит в том, что положение отдельной кристаллической ориентировки в ориентационном пространстве эквивалентно положению точки с декартовыми координатами  $\phi_1, \Phi, \phi_2$ . В случае кубической симметрии кристаллической решетки материала и орторомбической симметрии образца (лист) рассматривают ориентационное пространство в пределах уг-

<sup>1</sup> Существуют другие способы описания ориентировок кристаллитов, которые подробно рассмотрены в работах [17, 24].

лов  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$  от 0 до  $\pi/2$ . Вследствие высокой симметрии эквивалентные ориентировки трижды повторяются в этом элементарном кубе, который является  $1/32$  частью всего эйлерова пространства в пределах от  $0^\circ$  до  $2\pi$ . При  $\Phi=0$  однозначность ориентационного пространства нарушается и отдельная ориентировка описывается не точкой, а линией  $\varphi_1 + \varphi_2 = \text{const}$ . Симметрия ФРО обсуждается в работах [24, 104].

ФРО кристаллитов в поликристаллическом материале может быть рассчитана на основании нескольких ППФ, ОПФ либо, исходя из определения ориентировок большого числа отдельных зерен.

*Вычисление ФРО на основании определения ориентировок отдельных кристаллитов.* Для расчетов используются данные рентгеновского Лауэ-метода или электронной микродифракции отдельных зерен малого размера при изучении ориентировок, возникающих на различных стадиях процесса рекристаллизации. ФРО определяется из соотношения

$$dN/N = f(g) dg, \quad (80)$$

где  $dN/N$  — доля индивидуальной ориентировки в общем числе кристаллитов.

Полная информация, содержащаяся в совокупности отдельных измерений, выражается формулой

$$f(g) = \sum_{l=0}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} (2l+1) \sum_i V_i \dot{T}_i^{\mu\nu}(g_i) \dot{T}_i^{\mu\nu}(g), \quad (81)$$

где  $f(g)$  — вероятность ориентировок  $g$ ;  $g_i$  — ориентировка отдельного кристаллита;  $V_i$  — относительный объем, приходящийся на ориентировку  $g_i$ ;  $\dot{T}_i^{\mu\nu}(g)$  — обобщенная сферическая гармоника, подчиняющаяся симметрии кристаллической решетки материала и макроскопической симметрии образца.

Этот метод весьма трудоемкий. Так, в работе [20] использовали 500 измерений, полученных методом электронной дифракции, что, однако, не вполне удовлетворяло требованиям статистики. При условии 80% статистической достоверности и разрешающей способности порядка  $10^\circ$  требуется около 3000 измерений. Таким образом, исходя из определения индивидуальных ориентировок, прецизионное определение ФРО практически невозможно.

*Метод определения ФРО, основанный на инверсии прямых полюсных фигур.* Метод обеспечивает высокую разрешающую способность и статистическую достоверность. Связь ППФ с трехмерной ФРО может быть выражена интегральным уравнением

$$P_{hkl}(\alpha, \beta) = \frac{1}{2\pi} \int f(g) d\gamma, \quad (82)$$

где  $d\gamma$  — рассеяние направления  $\langle hkl \rangle$ .

Существуют различные решения этого уравнения относительно  $f(g)$ , методика непрерывно совершенствуется. Согласно Бунге [17, 104, 105], решение облегчается разложением  $f(g)$  в ряд по обобщенным сферическим функциям

$$f(g) = \sum_{l=0}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} \dot{T}_l^{\mu\nu}(g), \quad (83)$$

где  $\dot{T}_l^{\mu\nu}$  — удовлетворяет симметрии образца и кристаллической решетки;  $l$  — порядок гармоник;  $C_l^{\mu\nu}$  — коэффициенты разложения, содержащие всю информацию о текстуре исследуемого материала.

Обобщенные сферические функции могут быть выражены через полиномы Лежандра  $P_l^{\mu\nu}(\Phi)$ , которые также разлагают в ряд Фурье:

$$T_l^{\mu\nu}(g) = T_l^{\mu\nu}(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = P_l^{\mu\nu}(\Phi) \exp(i\mu\varphi_2) \exp(i\nu\varphi_1);$$

$$P_l^{\mu\nu}(\Phi) = \sum_{s=-l}^{+l} a^{\mu\nu s} \exp(is\Phi),$$

где  $a^{\mu\nu s} = Q_l^{\mu s} Q_l^{\nu s}$ .

Коэффициенты  $Q_l^{\mu s}$  приведены в виде таблиц в работе [105]. Опубликована также полная программа расчета этих коэффициентов [106]. Более простой метод непосредственного вычисления коэффициентов  $a^{\mu\nu s}$ , исключая определение промежуточных коэффициентов  $Q_l^{\mu s}$  описан в работе [107]; там же приведен текст программы на языке Фортран IV.

Для  $P_{hkl}$  разложение в ряд дает

$$P_{hkl}(\alpha, \beta) = \sum_{l=0}^L \sum_{\nu=-l}^{+l} F_l^{\nu}(hkl) K_l^{\nu}(\alpha, \beta), \quad (84)$$

где  $\dot{K}_l^y$  — поверхностно-сферические гармоники, отвечающие симметрии прокатки.

Отсюда

$$F_l^y(hkl) = \int_0^{\pi} \int_0^{2\pi} P_{hkl}(\alpha, \beta) \dot{K}_l^y(\alpha, \beta) \sin \alpha \, d\alpha \, d\beta. \quad (85)$$

Если полюсную фигуру  $P_{hkl}$  измеряют в точках  $(\alpha_i, \beta_j)$ , образующих равномерную сетку на стереографической проекции, то в пределах одной ячейки полагают функцию  $P_{hkl}$  постоянной. Поэтому интегрирование в уравнении (85) заменяют суммированием:

$$F_l^y(hkl) = \sum_{ij} P_{hkl}(\alpha_i, \beta_j) \int_{\alpha_i}^{\alpha_i+1} \int_{\beta_j}^{\beta_j+1} \dot{K}_l^y(\alpha, \beta) \sin \alpha \, d\alpha \, d\beta. \quad (86)$$

Коэффициенты  $F_l^y(hkl)$  измеренной ППФ связаны с коэффициентами  $C_l^{\mu\nu}$  неизвестной функции  $f(g)$  системой уравнений:

$$F_l^y(hkl) = [4\pi/(2l+1)] \sum_{\mu=-l}^{+l} C_l^{\mu\nu} \dot{K}_l^{\mu}(\theta_{hkl}, \rho_{hkl}), \quad (87)$$

где  $\dot{K}_l^{\mu}$  — поверхностно-сферические гармоники, соответствующие симметрии кристаллической решетки;  $\theta_{hkl}$ ,  $\rho_{hkl}$  — угловые координаты нормали плоскости  $(hkl)$  по отношению к кристаллическим осям.

В большинстве случаев число уравнений, определяющееся числом измеренных ППФ, превышает число неизвестных коэффициентов  $C_l^{\mu\nu}$ . Для  $l=22$  и кубической симметрии требуется минимум три ППФ. Чем ниже симметрия, тем больше число необходимых для расчетов ППФ. Вычисление коэффициентов  $C_l^{\mu\nu}$  является основой анализа ФРО.

Расчет ФРО производится с помощью ЭВМ и включает три основных этапа: 1) анализ измеренных ППФ, состоящий в корректировке исходных данных, получении полных нормированных ППФ и определении коэффициентов  $F_l^y$  по уравнению (86); 2) трансформацию коэффициентов  $F_l^y$  в  $C_l^{\mu\nu}$ , для чего используется метод наименьших квадратов;

$$\sum_{i=1}^l W_i \{F_l^y(h_i, k_i, l_i) - [4\pi/(2l+1)] \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_l^{\mu\nu} \dot{K}_l^{\mu}(h_i, k_i, l_i)\}^2 = \min, \quad (88)$$

где  $W_i$  — весовой множитель  $i$ -той ППФ; к этому этапу относится также вычисление ошибок определения коэффициентов  $\Delta C_l^{\mu\nu}$  и  $\Delta F_l^y$ ; синтез ФРО по уравнению (83) из коэффициентов  $C_l^{\mu\nu}$ . При этом  $P_{hkl}$  и  $f(g)$  должны быть нормированы т.е. выражены в уровнях плотности бестекстурного состояния:

$$\int f(g) \, dg = 1/8\pi \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi} \int_0^{2\pi} f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \sin \Phi \, d\Phi \, d\varphi_2 = 1. \quad (89)$$

На рис. 66 показана схема полного текстурного анализа по данным рентгеновской съемки материала с кубической решеткой по Бунге.

Характеристикой остроты текстуры служит величина  $J$ , определяемая по формуле

$$J = \int (f(g) - 1)^2 \, dg, \quad (90)$$

т.е. среднее квадратичное отклонение плотности ориентаций от уровня беспорядочного распределения. Если подставить выражение для  $f(g)$  из уравнения (83) и провести интегрирование, то

$$J = \sum_{l=2}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} (C_l^{\mu\nu})^2 \frac{1}{2l+1}. \quad (91)$$

В случае беспорядочного распределения ориентировок кристаллов  $J=0$ .

Программа может включать обратный расчет ППФ по коэффициентам  $C_l^{\mu\nu}$  (см. [17, с. 79]). Их совпадение с исходными измеренными ППФ служит критерием правильности расчетов. Кроме того, могут быть рассчитаны ППФ для любых  $\{hkl\}$  и ОПФ для любых направлений в образце  $R$  с полярными координатами  $\alpha, \beta$  по уравнению

$$R_{\alpha, \beta}(\theta\gamma) = \sum_{l=0}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} H_l^{\mu}(\alpha, \beta) \dot{K}_l^{\mu}(\theta\gamma). \quad (92)$$

Коэффициенты  $H_l^{\mu}(\alpha, \beta)$  связаны с коэффициентами

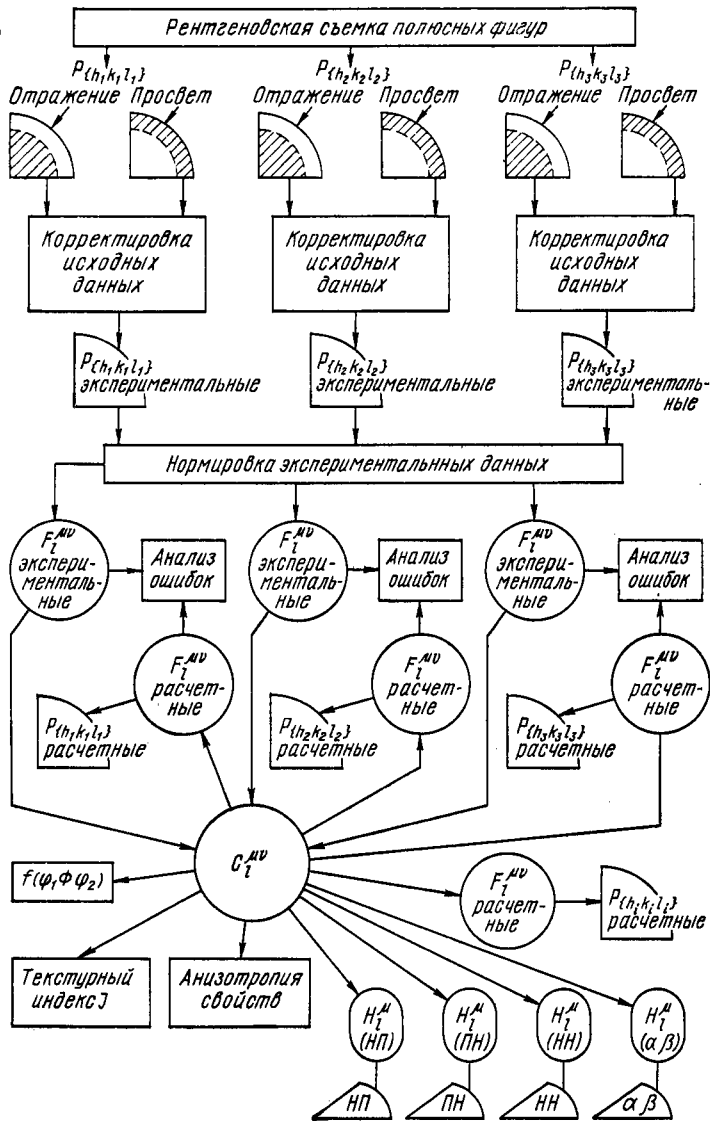


Рис. 66. Схема ступеней полного трехмерного анализа текстуры по Бунге

$C_i^{\mu\nu}$  разложения ФРО в ряд по обобщенным сферическим функциям соотношением:

$$H_i^{\mu}(\alpha, \beta) = [4\pi/(2l + 1)] \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_i^{\mu\nu} K_i^{\mu}(\alpha\beta). \quad (93)$$

Если подставить значения коэффициентов  $H_i^{\mu}(\alpha, \beta)$  в уравнение (92), получится выражение полюсной плотности через коэффициенты  $C_i^{\mu\nu}$ :

$$R_{\alpha, \beta}(\theta\gamma) = \sum_{l=0}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} [2\pi/(2l + 1)] C_i^{\mu\nu} K_i^{\mu} K_i^{\nu}(\alpha, \beta). \quad (94)$$

Результаты расчетов выдаются ЭВМ в виде таблиц и графического изображения прямых, обратных полюсных фигур и сечений ФРО при постоянном значении одного из углов Эйлера  $\phi_1$  или  $\phi_2$  с определенным шагом, обычно через  $5^\circ$  (см. рис. 84, 91).

Детали расчетов приведены в работе [108]. Полный текст программ и их пояснение даны в работе [109], библиотека дополнительных программ в работе [106]. Программы построения сечений ФРО двухкоординатным самописцем приведены в работе [110].

Известен принципиально другой метод решения уравнения (82), получивший название векторного, который заключается в том, что непрерывное изменение ориентировки  $g$  в ориентационном пространстве разбивается на 1296 интервалов или «ящиков» [111]. Соответственно интегральное уравнение (82) заменяется суммой индивидуальных ориентировок  $g_i$ , а ППФ разбивается на элементарные области. Каждой  $i$ -той области соответствует уравнение

$$P_i = \sum_j b_{ij} f(g_j), \quad (95)$$

где  $b_{ij}$  — коэффициенты, которые могут быть вычислены, исходя из  $g, \alpha, \beta$ . Решение производится итеративным методом наименьших квадратов. При этом каждому значению  $f(g_i)$  соответствует

$$V_i = \sum_j (P_{i\text{выч}} - P_{i\text{измер}})^2 = \min. \quad (96)$$

Вычисление точного значения коэффициентов  $b_{ij}$  и дальнейшее развитие метода осуществлено в работе [112].

*Характеристика методов расчета ФРО.* Сравнение двух описанных выше методов определения ФРО показало, что для слабых и не очень острых текстур метод разложения в ряд и векторный метод дают близкие результаты. Однако для острых текстур с резким изменением уровней интенсивности наблюдается расхождение результатов и отдается предпочтение векторному методу [113].

Удобство метода разложения в ряд в том, что коэффициенты  $C_i^{\mu\nu}$  могут быть использованы непосредственно для расчетов значений физических свойств в различных направлениях листа текстурованного материала. Недостатком метода является неизбежность ошибок, вносимых при обрыве бесконечного ряда. Ошибки тем больше, чем меньше предельное значение порядка гармоники  $l_{\max}$  и чем острее текстура. Практически это может приводить к появлению отрицательных значений  $f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ , не имеющих физического смысла. Поэтому при изучении острых текстур необходимо увеличивать  $l_{\max}$ , однако при этом число членов разложения сильно возрастает. Так, при  $l_{\max} = 22$  ряд содержит 124 члена в случае кубической решетки и орторомбической симметрии образца (прокатка). Для сингоний более низкой симметрии число членов ряда возрастает быстрее [114].

Исходные данные  $P_{hkl}(\alpha, \beta)$  относятся к отдельным точкам ППФ, между которыми функцию принимают постоянной и интегрирование заменяют суммированием при вычислении коэффициентов  $F_i^y$ , что также приводит к ошибкам. Как видно из рис. 67, относительная ошибка вычисления коэффициентов  $F_i^y$  существенно зависит от углового шага определения ППФ и при шаге  $5^\circ$  и  $l = 22$  составляет около 30% [115].

*Вычисление ФРО по неполным полюсным фигурам.* Сбор информации для расчета ФРО для одного образца, включающей данные по трем-четырем полным ППФ, требует больших затрат времени, и изготовление образца для съемки «на просвет» часто представляет затруднение. В связи с этим появились работы, в которых определение ФРО производится по неполным ППФ, снятым «на отражение» [107, 116]. Особенность вычислений состоит в том, что коэффициенты  $C_i^{\mu\nu}$  находят методом наименьших квадратов непосредственно из данных ППФ без определения промежуточных коэффициентов  $F_i^y$ . Урав-

нения, связывающие значения  $P_{hkl}$  в точке  $y_j$  с коэффициентами  $C_i^{\mu\nu}$ , имеют вид:

$$\sum_i \sum_j W_i [P_j(h, k, l) N_i - 1 - \sum_{l=4}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} \frac{4\pi}{2l+1} \times \\ \times C_i^{\mu\nu} \dot{K}_l^\mu(h, k, l) \dot{K}_l^\nu(y_j)]^2 = \min, \quad (97)$$

где  $W_i$  — весовой множитель  $i$ -той полюсной фигуры;  $N_i$  — нормирующий множитель  $i$ -той ППФ.

Точность метода сильно возрастает при увеличении числа исходных неполных ППФ от трех до четырех и при увеличении предельного угла наклона от  $60$  до  $70^\circ$  (рис. 68) [117]. Полный текст программы определения

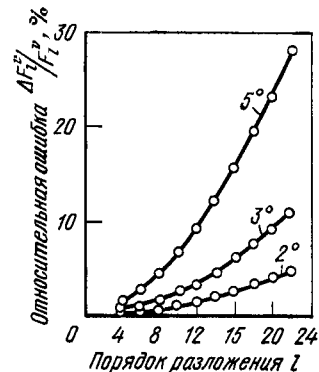


Рис. 67. Относительная ошибка определения коэффициента  $F_i^y$  в зависимости от шага  $\Delta\alpha, \Delta\beta$  при съемке полюсных фигур

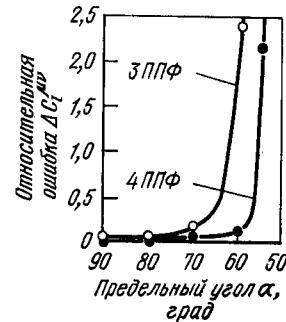


Рис. 68. Относительная ошибка определения коэффициента  $C_i^{\mu\nu}$  в зависимости от числа неполных полюсных фигур и предельного радиального угла  $\alpha$  при съемке

ФРО по неполным ППФ опубликован в работе [118]. Для реализации программы требуется ЭВМ с большим объемом памяти и высокой скоростью счета типа ЕС, поскольку расчет коэффициентов  $C_i^{\mu\nu}$  значительно сложнее, чем при использовании полных ППФ. Однако получение экспериментальных данных существенно облегчается. Кроме того, исключаются ошибки, которые неизбежно вносятся при согласовании двух частей ППФ.

Имеются попытки вычисления ФРО из одной полной ППФ [119, 120] и даже из одной неполной ППФ. В связи с низкой точностью этих методов они не могут быть рекомендованы.

Наиболее общий метод расчета коэффициентов расположения ФРО. Обычно при съемке ППФ полярные координаты нормали к отражающей плоскости изменяются с постоянным шагом  $\Delta\beta, \Delta\alpha$ .

При этом в центральной части получается избыток информации из-за переменного масштаба стереографической проекции. Для сокращения времени съемки может быть использован переменный шаг изменения углов  $\beta$  и  $\alpha$ . С другой стороны, в последнее время разрабатываются рентгеновский и нейтронографический энергодисперсионные методы и их применение для изучения текстур [71, 72] (см. гл. III, раздел 8). Эти методы позволяют определять значения полюсной плотности в идентичных точках  $\beta, \alpha$  одновременно для большого числа ППФ, поэтому число точек измерения на каждой фигуре может быть уменьшено. Это приведет, однако, к увеличению интервалов интегрирования, а следовательно, к возрастанию ошибок.

В связи с этим сравнительно недавно предложен метод определения  $C_{ij}^{\mu\nu}$ -коэффициентов, в котором не используется интегрирование [121]. Они определяются методом наименьших квадратов, но не между экспериментальными и теоретическими функциями, как описано выше, а между теоретической функцией и отдельными экспериментальными величинами:

$$\sum_i \sum_j [P_{ij} N_j - P_{ij}^{\text{теор}}]^2 W_{ij} = \{\text{min.}\} \quad (98)$$

Обозначение  $i$  относится к точке измерения,  $j$  — к рассматриваемой ППФ.  $W_{ij}$  — весовой множитель; в простых случаях он принимается равным единице;

$$P_{ij}^{\text{теор}} = 1 + \sum_{l=2}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} \frac{4\pi}{2l+1} C_l^{\mu\nu} \dot{K}_l^{\mu}(j) \dot{K}_l^{\nu}(ij). \quad (99)$$

Окончательные уравнения для нахождения коэффициентов  $C_l^{\mu\nu}$  и нормирующих множителей  $N_j$  в сокращенной записи имеют вид:

$$\sum_{l=2}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} a_{ll}^{\mu\nu\nu'} = b_{ll}^{\mu\nu'}; \quad (100)$$

$$N_j = d_j + \sum_{l=2}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} C_l^{\mu\nu}(j). \quad (101)$$

Величины  $a, b$  и  $d_j$  в системе линейных уравнений (100) зависят от экспериментально определенной полюсной плотности  $P_{ij}$ .

Этот метод является наиболее общим. Экспериментальные точки могут располагаться произвольно на ППФ и, что очень важно, могут лежать только в области съемки «на отражение». Следовательно, метод применим для расчета ФРО как по полным, так и по неполным ППФ.

Точки могут быть выбраны также на уровнях равной полюсной плотности:  $P(\alpha_{ij}, \beta_{ij}) = \text{const}$ , т. е. метод удобен, если в качестве исходных данных используются ППФ зарегистрированные в уровнях равной полюсной плотности с помощью построителя, поскольку не требуется интерполяция значений полюсной плотности между уровнями, что всегда является источником ошибок. Кроме того, в расчетах может учитываться максимальная полюсная плотность, если задать координаты текстурного максимума  $\alpha_m, \beta_m$ . Последнее невозможно в методе расчета с фиксированным шагом измерения. Следовательно, метод применим для обработки результатов, полученных любым способом. Однако его универсальность связана с усложнением расчетов, которые требуют применения ЭВМ с большой памятью и повышенным быстродействием.

Функции распределения ориентировок аксиальных текстур. В случае аксиальной текстуры определение ФРО упрощается, поскольку ось  $Z$  является осью вращательной симметрии и ФРО не зависит от угла Эйлера  $\phi_1$ , описывающего вращение вокруг этой оси, т. е. ФРО становятся двумерными, эквивалентными ОПФ [17, 18]. Таким образом задача определения ФРО сводится к рассмотренной в предыдущем разделе.

В тех случаях, когда текстура не является простой аксиальной, например содержит конические компоненты или циклические ориентировки, необходим полный трехмерный анализ ФРО для выявления всех особенностей текстуры.

#### 4. ВЗАИМОСВЯЗЬ СТЕРЕОГРАФИЧЕСКОЙ ПРОЕКЦИИ И ТРЕХМЕРНОГО ПРОСТРАНСТВА ЭЙЛЕРА

Результаты трехмерного анализа, полученные в виде сечений ФРО, часто приводят к привычному виду, наноя на стереографическую проекцию положения НП, НН

и ПН, соответствующие максимумам полюсной плотности в сечениях ФРО (см. гл. VII). Чтобы получить стереографическую проекцию точки ( $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ ) трехмерного пространства, необходимо с соблюдением правил стереографической проекции выполнить повороты, описывающие связь ориентировки осей образца НП, НН и ПН с осями кристалла X [100], Y [010], Z [001], схематично показанные на рис. 69 (см. определение трехмерной функции в гл. I). Удобно воспользоваться построением,

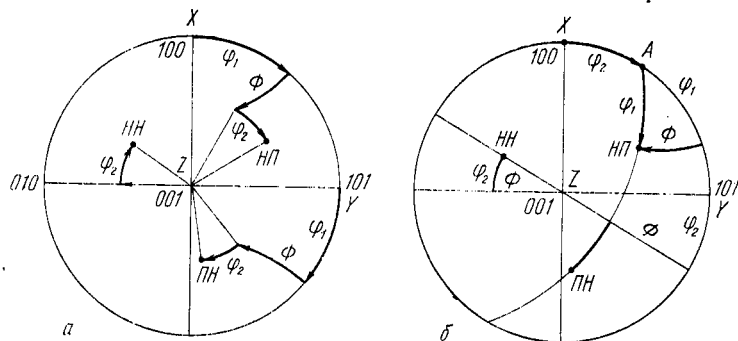


Рис. 69. Углы Эйлера в стереографической проекции кубического кристалла. Два варианта (а, б) нахождения положений осей образца: НП, НН, ПН

приведенным на рис. 69, б, которое является результатом указанных поворотов в стереографической проекции<sup>1</sup>. Для нахождения положений НП, НН и ПН достаточно отложить значения углов Эйлера как показано на рис. 69, а, б. Видно, что положение нормали к плоскости прокатки НН определяется двумя углами Эйлера  $\Phi$  и  $\varphi_2$ , которые совпадают с полярными координатами, описывающими положение плоскости  $\{hkl\}$  в ОПФ. Положение НП и ПН определяется тремя углами  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ .

Плоскости, для которых  $\varphi_2 = \text{const}$ , образуют зону, ось которой А лежит в плоскости (001) и составляет угол  $\varphi_2$  с направлением [100] и  $\varphi_1$  с НП (рис. 69, б). При  $\varphi_1 = 0^\circ$  ось зоны параллельна НП.

След плоскости  $\{hkl\}$ , совпадающей с плоскостью прокатки (окружность большого круга), находится на

<sup>1</sup> В исходном положении в отличие от рис. 69, а ориентировки кристалла и образца не совпадают и последовательные повороты на углы  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$  совмещают ориентировку образца с ориентировкой кристалла.

стереографической проекции (001) под углом  $90^\circ$  к НН, под углом  $\Phi$  к внешнему кругу и проходит через ось зоны А, составляющую угол  $\varphi_2$  с направлением [100]. НП и ПН лежат на следе плоскости  $\{hkl\}$  под углами  $\varphi_1$  к оси зоны А и  $90^\circ$  к НП соответственно. С помощью этого построения по известной идеальной ориентировке легко найти углы Эйлера, т. е. осуществить графическое определение ФРО по ППФ, как это предлагается в работе [119].

С другой стороны, для удобства решения практических задач и для лучшего понимания ФРО целесообразно знать взаимосвязь индексов Миллера идеальных ориентировок ( $hkl$ ) [ $uvw$ ] и углов Эйлера ( $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ ). Каждой точке в пространстве углов Эйлера соответствует определенная ориентировка. Индексы Миллера идеальных ориентировок могут быть найдены из углов Эйлера по следующим формулам:

$$\left. \begin{aligned} h &= \sin \Phi \sin \varphi_2; & k &= \sin \Phi \cos \varphi_2; & l &= \cos \Phi; \\ u &= \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \Phi \sin \varphi_2; \\ v &= -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \Phi \cos \varphi_2; \\ \omega &= \sin \varphi_1 \sin \Phi. \end{aligned} \right\} \quad (102)$$

Эта взаимосвязь может быть представлена графически в виде карт индексов в сечениях пространства Эйлера. В соответствии с двумя вариантами программ расчета ФРО: для материалов с г. ц. к. и о. ц. к. решеткой на рис. 6-II. Приложения представлены сечения трехмерного пространства при постоянных значениях углов  $\varphi_2$  или  $\varphi_1$  с интервалом в основном в  $5^\circ$  [122]. Аналогичные карты индексов для кубических металлов в сечениях углов Эйлера по Рою и для металлов с гексагональной решеткой приведены в работах [114, 123].

Из уравнений (102), так же как и из рис. 69, видно, что индексы ( $hkl$ ) определяются двумя углами:  $\Phi$  и  $\varphi_2$ , а [ $uvw$ ] — тремя углами Эйлера. Поэтому плоскости  $\{hkl\}$  в трехмерном пространстве представлены линиями для постоянных значений  $\Phi, \varphi_2$ , а соответствующие [ $uvw$ ] — точками вдоль этих линий. Таким образом, каждая точка на карте представляет ориентировку ( $hkl$ ) [ $uvw$ ]. Значения  $\varphi_2$  для некоторых идеальных ориентировок несколько отличаются от имеющихся сечений, которые даны недостаточно часто. Если точка, изображающая приведенную ориентировку, расположена чуть



выше или ниже сечения, то точное значение угла  $\varphi_2$  указывается на карте. Также приведена карта расположения плоскостей во всех сечениях  $\varphi_1$ , по которой определяют индексы плоскостей, совпадающих с плоскостью прокатки, для о. ц. к. металлов. Некоторая неясность имеется для ориентировок (001)  $[uv0]$ : они присутствуют во всех сечениях  $\varphi_2$ .

Используя серию карт, можно легко найти идеальные ориентировки, соответствующие областям высокой плотности в пространстве Эйлера, а следовательно, проанализировать результаты и сопоставить их с полученным методом ППФ. Для этой же цели можно воспользоваться табл. 5 Приложения<sup>1</sup>.

### 5. РАСЧЕТ АНИЗОТРОПИИ МЕХАНИЧЕСКИХ И ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛА ПО РЕЗУЛЬТАТАМ АНАЛИЗА ФРО

Конечной целью изучения текстуры является установление корреляции ее с анизотропией свойств материала. Важным преимуществом анализа текстуры посредством ФРО является возможность расчета анизотропии свойств с помощью коэффициентов  $C_i^{\mu\nu}$ .

Если пренебречь взаимодействием кристаллитов, то среднее значение какого-либо анизотропного свойства в поликристаллическом материале в данном направлении может быть рассчитано, исходя из зависимости этого свойства от направления в монокристалле  $E(g)$ . При этом ФРО  $f(g)$  играет роль весовой функции

$$\bar{E} = \int E(g) f(g) dg. \quad (103)$$

После разложения функций в ряд получают

$$\bar{E} = E_0 + \sum_{l=2}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} [C_i^{\mu\nu} e^{\mu\nu} / (2l + 1)], \quad (104)$$

где  $E_0$  — средняя (изотропная) величина свойства. Уравнение (104), как правило, содержит мало членов, поскольку  $E(g)$  является функцией низкого порядка.

Метод расчета усредненных по ориентировкам значений упругих свойств поликристаллических материалов с кубической решеткой для орторомбической симметрии прокатанного листа предложен Бунге [17]. Показано, что

<sup>1</sup> Часть данных табл. 5 взята из работы [124].

упругие свойства текстурованного материала зависят от величины только нескольких коэффициентов  $C_i^{\mu\nu}$ , а именно:  $C_4^{11}$ ,  $C_4^{12}$  и  $C_4^{13}$ .

Усредненное значение констант упругости связано с коэффициентами  $C$  интегральным уравнением

$$\bar{S}_{lkr} \sum_{\mu\nu} \{a_{id} a_{je} n_{ko} a_{rp} \dot{T}_i^{\mu\nu} (\varphi_1 \Phi \varphi_2) \sin \Phi d\varphi_1 \times \\ \times d\Phi d\varphi_2 C_i^{\mu\nu} S_{deop}^0, \quad (105)$$

где  $S_{deop}^0$  — константа упругости монокристалла в направлении  $deop$ . По значениям констант упругости можно определить величину модуля упругости в данном направлении в плоскости прокатки:

$$\frac{1}{E} = S_{1111} \cos^4 \alpha + S_{2222} \sin^4 \alpha + \left( S_{1212} + \frac{1}{2} F_{1122} \right) \sin^2 2\alpha. \quad (106)$$

Этот метод был применен для расчета упругих свойств холоднокатаной стали [123] и меди [115] по результатам текстурного анализа с использованием трех видов аппроксимации: Фойгта (одинаковая деформация всех кристаллитов), Реусса (одинаковое напряжение) и Хилла (усреднение указанных двух видов аппроксимации). Наилучшее совпадение с измеренными свойствами дало усреднение по Хиллу. Расчет анизотропии модуля упругости в плоскости прокатки для холоднокатаной меди выполнен также в работе [125], для железа и ниобия — в работе [126]. Расчет упругих свойств поликристаллических материалов с низкой симметрией решетки по результатам анализа ФРО рассмотрен в работе [48].

Преимуществом метода разложения в ряд является то, что некоторые коэффициенты  $C_i^{\mu\nu}$  имеют физический смысл. Например коэффициенты  $C_4^{11}$ ,  $C_4^{12}$ ,  $C_4^{13}$  пропорциональны величинам, характеризующим изотропные свойства ( $E^1$ ), двойную ( $E^2$ ) и четверную ( $E^3$ ) анизотропию упругих свойств в плоскости листа из материала с кубической симметрией:

$$\left. \begin{aligned} C_4^{11} &\sim 1/4 [E_{90} + E_0 + 2E_{45}] = E^1; \\ C_4^{12} &\sim [E_{90} - E_0] = E^2; \\ C_4^{13} &\sim 1/4 [E_{90} + E_0 - 2E_{45}] = E^3, \end{aligned} \right\} \quad (107)$$

де  $E_0$ ,  $E_{45}$  и  $E_{90}$  — значения модуля упругости в плоскости листа под соответствующими углами к НП. Экстраполяция  $E^1$  на  $C_4^{11} = 0$  дает значение  $E$  для изотропного состояния [111].

Исходя из ФРО, может быть предсказана также анизотропия пластичности текстурованного материала. Среднее значение фактора Тейлора  $M(q)$ , определяющего пластические свойства материала, связано с ФРО следующим соотношением:

$$M(q) = \iiint M(q\varphi_1 \Phi\varphi_2) f(\varphi_1 \Phi\varphi_2) \sin \Phi d\varphi_1 d\Phi d\varphi_2, \quad (108)$$

где  $q$  — относительное сжатие [127].

Расчеты анизотропии пластичности на основе ФРО выполнены для различных г. ц. к. материалов [128] и для стали [115, 125].

Показано, что на пластические свойства, так же как и на упругие, влияет главным образом величина коэффициентов  $C_0$  и  $C_4$  ФРО, откуда можно сделать заключение, что пластические и упругие свойства материалов взаимосвязаны.

Метод ФРО успешно используется и для оценки склонности к фестонообразованию листовой стали при глубокой вытяжке [129].

Основываясь на количественном описании текстуры посредством ФРО, удастся оценить анизотропию ряда физических свойств: магнитной энергии и остаточной индукции поликристаллического ферромагнетика, теплового расширения и др. [114].

Если принять, что материал является гомогенным, то, согласно [17], средняя магнитная энергия текстурованного материала может быть выражена через коэффициенты разложения обратных полюсных фигур  $H_i^\mu$  и коэффициенты анизотропии монокристалла  $a_i$  следующим образом:

$$\bar{E}(\alpha, \beta) = \frac{1}{4\pi} \sum_{l=0}^L \frac{a_l}{K_l^\mu} \sum_{n=1}^N H_l^\mu K_l^\nu(\alpha_i \beta_i). \quad (109)$$

Коэффициенты  $a_i$  находятся в зависимости от констант магнитной анизотропии  $K_4$  и  $K_6$ .

Примером использования ФРО для предсказания магнитных свойств могут служить результаты расчета магнитного момента на основании определения ФРО для трех сплавов системы Fe—Si по данным нейтронографи-

ческого анализа текстуры, которые находятся в хорошем соответствии с измеренными экспериментально [130]. Корреляция данных рентгеновского анализа текстуры с использованием ФРО и магнитной анизотропии рассмотрена в работе [131].

Следует отметить, что вопросы корреляции текстуры, механических и физических свойств материалов находятся еще в стадии разработки.

## 6. ДРУГИЕ ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ФРО

Анализ ФРО, прежде всего, облегчает количественное изучение текстурных переходов в результате деформации и легирования, что позволяет понять механизм самого процесса пластической деформации (см. гл. VII). Применение ФРО также дает возможность более детально проследить за рядом процессов, протекающих в деформированных металлах и сплавах, которые невозможно изучить, не учитывая изменения текстуры. Так, изучение количественных изменений текстуры с помощью ФРО позволило проанализировать роль различных механизмов в процессе сверхпластической деформации, таких как проскальзывание по границам зерен, множественное скольжение и анизотропный диффузионный крип [132].

С помощью ФРО может быть предсказана текстура фазы, возникающей в текстурованной матрице в условиях ориентационного соответствия, которое наиболее просто можно выразить через коэффициенты ФРО [133]. С помощью дополнительной функции определения переориентаций, предложенной в работе [87], также рассчитывают новую ориентировку, возникающую в процессе деформации или рекристаллизации, находящуюся в строгом ориентационном соотношении с имевшейся ранее.

## НЕКОТОРЫЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ ОБРАЗОВАНИЯ ТЕКСТУРЫ И ВЛИЯНИЕ ЕЕ НА СВОЙСТВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

### 1. ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ И ТЕКСТУРООБРАЗОВАНИЕ

Наиболее распространенным видом текстуры металлов и сплавов является текстура пластической деформации, которая осуществляется механизмом скольжения и двойникования.

Скольжение происходит в определенной кристаллографической системе  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ : в плоскостях  $\{hkl\}$ , наиболее густо усаженных атомами, и в направлениях  $\langle uvw \rangle$ , вдоль которых расстояние между атомами минимально.

В плотноупакованных материалах с г.ц.к. решеткой скольжение при комнатной температуре осуществляется в основном в октаэдрических плоскостях  $\{111\}$  вдоль  $\langle 110 \rangle$ , т. е. в одной или нескольких из 12 возможных систем скольжения. В материалах с о.ц.к. решеткой нет плоскостей с высокой плотностью упаковки и скольжение может происходить в 48 возможных системах скольжения в плоскостях  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  или  $\{123\}$ , но в общем направлении  $\langle 111 \rangle$ . В материалах с г.п. решеткой при отношении периодов, большем, чем это характерно для идеальной компактной решетки, т. е. при  $c/a > 1,633$ , скольжение в основном проходит в двух возможных системах скольжения в базисных плоскостях  $\{0001\}$  вдоль  $\langle 120 \rangle$ . Если же  $c/a < 1,633$ , то возрастает роль внебазисного скольжения в призматических  $\{10\bar{1}0\}$  и пирамидальных  $\{10\bar{1}1\}$ ,  $\{11\bar{2}1\}$  плоскостях, что ведет к увеличению числа возможных систем скольжения.

Характер и развитие пластической деформации в металлах и сплавах зависят также от возможности образования в них дефектов упаковки. Дефекты упаковки (ДУ), обусловленные нарушением порядка в укладке слоев атомов, возникают при расщеплении полной дислокации на частичные в плоскости скольжения. Они появляются с тем большей вероятностью, чем ниже энергия (ЭДУ,  $\gamma$ , Дж/м<sup>2</sup>), необходимая для их образования (табл. 6 Приложения). Для металлов и сплавов с г.ц.к. решеткой ЭДУ может меняться в широком диапазоне. Для материалов с о.ц.к. решеткой ЭДУ, как правило, велика. Образованию ДУ способствует анизотропное распределение упругой энергии в решетке. Для металлов с г.ц.к. решеткой при прочих равных условиях ЭДУ тем ниже, чем больше коэффициент анизотропии упругих свойств [134] (табл. 6 Приложения).

Легирование металла с образованием твердого раствора замещения понижает ЭДУ основного компонента. Для материалов с г.ц.к. решеткой это понижение тем значительнее, чем больше концентрация и валентность легирующего элемента и ниже ЭДУ для металла-растворителя.

Наличие ДУ задерживает поперечное скольжение винтовых дислокаций. В результате металлы и сплавы с г.ц.к. решеткой и низкой ЭДУ сильнее упрочняются, чем с более высокой, и поперечное скольжение в них не развивается.

Двойникование связано с нарушением порядка в расположении атомов, в результате которого внутри двойниковой области структура является зеркальным отображением структуры решетки вне этой области. Двойникование происходит в определенной кристаллографической системе  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ , отличающейся в большинстве случаев от системы скольжения, при силах сдвига, превосходящих определенное критическое напряжение двойникования. В чистых, сильнодеформированных при комнатной (и более высокой) температуре металлах с г.ц.к. решеткой и большой ЭДУ (Al, Ni) двойники практически не образуются, однако в сильнолегированных твердых растворах на основе этих металлов вероятность их образования велика. Для большинства материалов с о.ц.к. решеткой двойникование в значительной мере наблюдается только при низкотемпературной деформации при  $(-100) - (-200^\circ \text{C})$ .

Скольжение может происходить в одной или нескольких из возможных систем в зависимости от их ориентации по отношению к осям напряжений. Оно начинается при условии, что касательное скалывающее напряжение ( $\tau$ ) в данной системе скольжения превосходит определенное для данного материала и режима деформации критическое напряжение сдвига  $\tau_{кр}$ .

Для малых степеней и относительно невысоких гомологических<sup>1</sup> температур деформации скольжение начинается в одной, первичной системе, для которой напряжение  $\tau$  раньше всего превзойдет  $\tau_{кр}$ . При повышении температуры или степени деформации в скольжении начинают участвовать новые из возможных систем, т. е. развивается множественное (мультиплетное) скольжение, которое возникает у границ зерен и распространяется постепенно по объему зерен. При этом могут также инициироваться дополнительные системы скольжения, например развиваться неоктаэдрическое скольжение в плоскостях  $\{100\}$  для металлов с г.ц.к. решеткой. Для материалов с малой ЭДУ множественное скольжение облегчается наличием около границ зерен плоских скоплений дислокаций.

При одноосном осесимметричном растяжении в одной системе скольжения, приводящем к аксиальной текстуре, величина  $\tau$  определяется формулой Боаса—Шмида:  $\tau = |\bar{\sigma}| \cos \eta \cos \varphi$ , где  $\bar{\sigma}$  — вектор внешнего напряжения, а  $\eta$  и  $\varphi$  — углы между  $\bar{\sigma}$  и соответственно нормалью к плоскости скольжения ( $hkl$ ) и направлением скольжения  $\langle uvw \rangle$ . Очевидно, что первичной системой скольжения оказывается та, для которой ориентационный фактор ( $\cos \eta \cos \varphi$ ) максимален, т. е. для которой  $\tau$  при меньшем внешнем напряжении  $\bar{\sigma}$  достигает величины  $\tau_{кр}$ .

При дорекристаллизационном нагреве (возврате) деформированного материала снижается концентрация дефектов, перераспределяются дислокации. В некоторых случаях возврат сопровождается полигонизацией — процессом, при котором образуется новая дислокационная структура, представляющая собой совокупность отдельных субзерен (полигонов), отделенных друг от друга малоугловыми границами (до нескольких градусов). Внутри этих субзерен плотность дислокаций меньше, чем в их границах. В ходе возврата эта неравномерность в распределении дислокаций возрастает при общем снижении плотности дислокаций, а углы между субзернами, согласно

<sup>1</sup> Гомологической температурой называют отношение данной температуры к температуре плавления по абсолютной шкале.

большинству литературных данных, уменьшаются. Полигонизация проявляется в тем большей мере, чем значительнее ЭДУ, чище металл, выше температура деформации и ниже ее степень. Высокотемпературная деформация, при которой могут происходить динамический возврат, полигонизация и рекристаллизация, способствует усилению поперечного скольжения дислокаций и в общем случае тем структурным изменениям, которые сопровождают процессы возврата и рекристаллизации.

Одним из важнейших факторов, влияющих на структуру деформированного материала, является величина зерна  $D$ . Для исходной мелкозернистой структуры велика суммарная площадь границ зерен, препятствующих дислокационному скольжению и двойникованию и затрудняющих передачу деформации от зерна к зерну, что ведет к упрочнению материала. Для твердых растворов этот процесс усиливается благодаря возрастанию сил межатомного взаимодействия, сопровождающих легирование. Структурными методами исследования было установлено, что измельчение структуры приводит к уменьшению длины свободного пробега дислокаций, увеличению плотности дефектов, особенно в границах зерен, и способствует более интенсивному протеканию процессов возврата и рекристаллизации при последующем отжиге. В результате уменьшение среднего размера зерна ведет к повышению прочностных и упругих свойств в деформированном состоянии, согласно зависимости Холла—Петча:  $\sigma = \sigma_0 + KD^{-0,5}$  для металлов и  $\sigma = \sigma_0 + KD^{-1}$  для твердых растворов замещения на основе г. ц. к. металлов. Эффект влияния границ зерен усиливается при переходе от больших к малым деформациям, сопровождающих измерение, т. е. по ряду  $\sigma_n \rightarrow \sigma_T \rightarrow \sigma_{упр}$ .

Начиная с нескольких процентов деформации, кристаллиты разбиваются на отдельные фрагменты (субзерна), разориентированные друг относительно друга на углы, зависящие от взаимной ориентировки действующих систем скольжения, внешних напряжений и степени деформации. В нетекстурованном поликристалле зерна расположены хаотично, их ориентация по отношению к внешним силам различна. Поэтому для такого материала характерна высокая неоднородность распределения деформации по объему, приводящая к сильной разориентации соседних фрагментов (субзерен), достигающей нескольких десятков градусов. Для текстурованного состояния углы разориентировки между субструктурными составляющими в общем случае несколько ниже, чем для бестекстурного. Это подтверждается, в частности, данными работ [135, 189].

Общей тенденцией при пластической деформации является стремление направления скольжения вернуться к оси растяжения, характерной для используемой схемы напряженного состояния. Однако даже при относительно простой одноосной деформации растяжения и низком напряжении сразу же вслед за первичной начинает действовать сопряженная к ней система скольжения. В результате в направлении оси растяжения устанавливается новое, отличное от первоначального направление скольжения.

Изменение ориентировки произвольно ориентированного по отношению к направлению растяжения  $\bar{\sigma}$  кристаллита и образующуюся при этом текстуру можно определить с помощью стандартной проекции. Пусть, например, для кристалла с г. ц. к. решеткой выход оси  $\bar{\sigma}$  находится внутри обозначенного на рис. 70 стереографического треугольника. В результате скольжения в первичной систе-

ме (111) (101) ориентация кристалла изменится так, что  $\bar{\sigma}$  приблизится к направлению скольжения. Однако, как только она достигнет границы [001]—[111], то в работу включается сопряженная система ( $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ) [011], ориентированная также благоприятно для скольжения относительно этой границы. В результате такого двойного скольжения  $\bar{\sigma}$  отклонится в направлении [112]. Таким образом, стабильной ориентировкой при растяжении должно быть направление биссектрисы наименьшего возможного угла между направлениями скольжения для первичной и сопряженной систем.

## 2. ТЕКСТУРА ДЕФОРМАЦИИ

**Аксиальная текстура.** Для аксиальной текстуры растяжения ось волокна параллельна направлению поля напряжения. Анализ углов между направлениями скольжения показывает, что осями текстуры для металлов с г. ц. к. решеткой являются  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 100 \rangle$ , причем текстура  $\langle 111 \rangle$  предпочтительнее, так как направле-

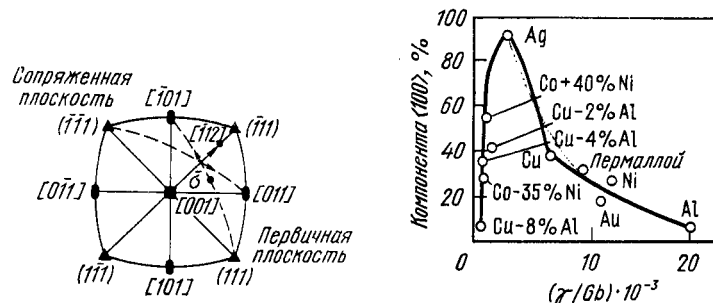


Рис. 70. Схема двойного скольжения при растяжении кристалла с г. ц. к. решеткой

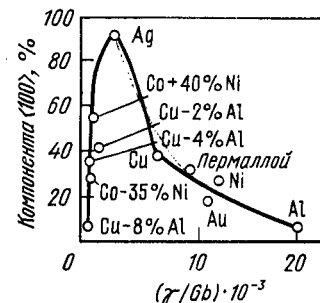


Рис. 71. Кривая зависимости доли компоненты  $\langle 100 \rangle$  от величины  $\gamma/Gb$  для аксиальной текстуры волочения металлов и сплавов с г. ц. к. решеткой [13]

ние  $\langle 111 \rangle$  может составить меньший угол с направлением скольжения, чем  $\langle 100 \rangle$ . Для металлов с о. ц. к. решеткой ориентировкой текстуры оказывается  $\langle 110 \rangle$ , для материалов с г. п. решеткой  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ .

Соотношение между долями компонент  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 100 \rangle$  в материалах с г. ц. к. решеткой определяется значением ЭДУ и возможностью двойникования согласно кривой Хина [13]. На этой кривой (рис. 71) показана зависимость относительного количества кристаллитов с компонентой  $\langle 100 \rangle$  от  $\gamma/Gb$ . При уменьшении ЭДУ до  $\gamma/Gb = 3 \cdot 10^{-3}$  вероятность образования текстуры  $\langle 100 \rangle$

увеличивается, а  $\langle 111 \rangle$  — уменьшается (правая часть кривой). При  $\gamma/Gb$ , меньшем  $3 \cdot 10^{-3}$ , наоборот, доля компоненты  $\langle 100 \rangle$  уменьшается, а  $\langle 111 \rangle$  — возрастает (левая часть кривой).

Предполагается [136, 138, 139], что это может быть связано с конкурирующим влиянием поперечного скольжения и двойникования на формирование текстуры<sup>1</sup>. Поперечное скольжение способствует переходу метастабильной компоненты  $\langle 100 \rangle$  в более стабильную  $\langle 111 \rangle$ , а двойникование (более существенное для материалов с очень малой ЭДУ и проходящее в другой кристаллографической системе, чем скольжение), наоборот, препятствует этому переходу.

Для материалов с о. ц. к. решеткой не установлена четкая связь между компонентами аксиальной текстуры и ЭДУ. У сильнодеформированных материалов с г. п. решеткой, для которых число систем скольжения невелико, базисные плоскости  $\{0001\}$  стремятся установиться параллельно, а гексагональная ось соответственно перпендикулярно оси растяжения. При этом вдоль оси волокна наиболее часто располагается направление  $10\bar{1}0$ . Для средних степеней обжатия эта ось описывает коническую поверхность, а для небольших (ниже 20%) степеней может даже установиться перпендикулярно оси растяжения, так что параллельно оси волокна оказываются направления  $\langle 00.1 \rangle$  [7].

Текстурой сжатия сильнодеформированных г. ц. к. металлов является  $\langle 110 \rangle$ , для о. ц. к.  $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$ , а для г. п. решетки  $\langle 0001 \rangle$  (табл. 7 Приложения).

**Текстура прокатки.** Текстура прокатки металлов и сплавов, помимо типа кристаллической решетки, степени и температуры деформации, в большой мере определяется механизмом пластической деформации и исходным размером зерна.

Влияние кристаллической структуры и механизма деформации. Для металлов и сплавов с г. ц. к. решеткой теоретически показано и экспериментально подтверждено [138, 140—142, 254 и др.], что тип текстуры в большой мере зависит от возможности осуществления при деформации поперечного скольжения

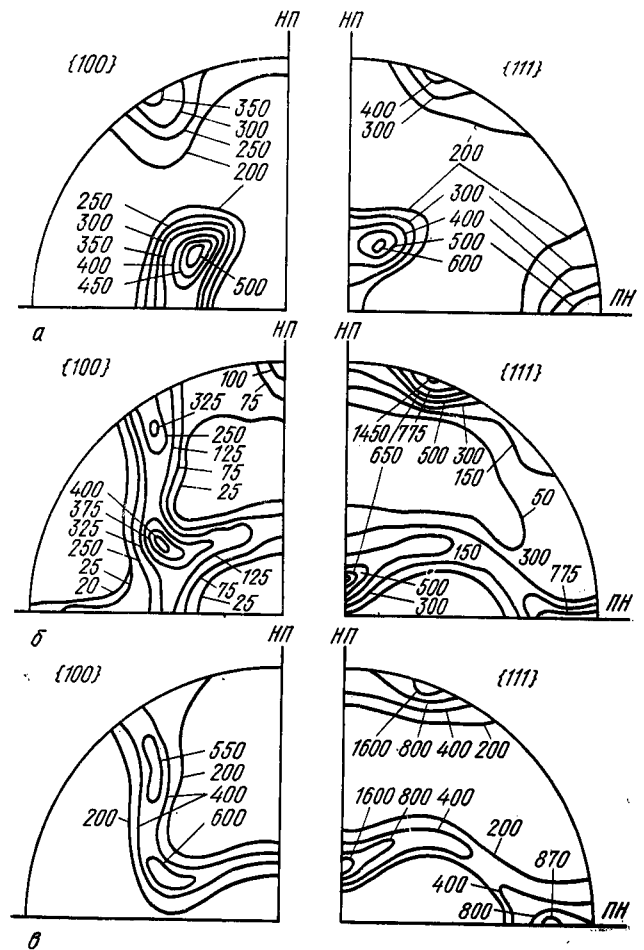


Рис. 72. Полусные фигуры  $\{111\}$  и  $\{100\}$  для холоднокатаных материалов с г. ц. к. решеткой, характеризующихся разной ЭДУ (степень деформации 90—95%) [1]:  
а — латунь, «текстура сплава»; б — медь, «текстура металла»; в — алюминий

дислокаций. Было установлено что для, холоднокатаных со степенями обжатия более 70—80% материалов, для которых скольжение происходит в октаэдрической системе  $\{111\} \langle 110 \rangle$ , характерны три следующих основных типа текстуры:

1. «Текстура латуни» —  $\{110\} \langle 112 \rangle$  («текстура сплава») (рис. 72, а) наблюдается для материалов с

<sup>1</sup> Более подробно причины этого явления рассмотрены, например, в работе [24] (см. также раздел 7 данной главы).

очень низкой ЭДУ [ $\gamma < (30 \div 35) \cdot 10^{-3} \text{ Дж/м}^2$ ;  $\gamma/Gb \leq 3,75 \cdot 10^{-3}$ ], например для серебра, сильнолегированных сплавов на основе меди, сплава Ni — 60%, Co, нержавеющей стали и др. Для них поперечное скольжение дислокаций практически отсутствует (табл. 8 Приложения). Двойникование приводит к появлению компоненты  $\{110\} <100> [141]$ , которая ослабевает и переходит в  $\{110\} <112>$  по мере развития деформации.

2. «Текстура меди» —  $\{135\} <112>^*$  или  $\{146\} <112>$  («текстура металла») (рис. 72, б), характерна для материалов со средним значением ЭДУ [ $\gamma \approx (35 \div 150) \text{ Дж/м}^2$ ;  $\gamma/Gb \approx (6 \div 10) \cdot 10^{-3}$ ] меди, слаболегированных твердых растворов на основе меди, никеля и др. Для этих материалов следует учитывать влияние поперечного скольжения дислокаций, приводящее к дополнительным поворотам решетки.

3. Текстура  $\{112\} <111>$  (рис. 72, в) характерна для материалов с очень высоким значением ЭДУ ( $\gamma > 200 \cdot 10^{-3} \text{ Дж/м}^2$ ;  $\gamma/Gb > 10 \cdot 10^{-3}$ ; для алюминия). В этом случае поперечное скольжение винтовых дислокаций происходит легко.

Основными ориентировками текстуры прокатки материалов с о. ц. к. решеткой (рис. 73) являются:  $\{112\} <110>$ ;  $\{100\} <110>$ ;  $\{111\} <112>$ ;  $\{111\} <110>$  (табл. 9 Приложения). При условии скольжения в плоскостях  $\{110\}$  для них также теоретически установлено [140] изменение текстуры с ростом ЭДУ, соответствующее ряду:  $\{111\} <011> \rightarrow \{100\} <011> \rightarrow \{112\} <110>$ . Примеси внедрения, оказывающие существенное влияние на физические и механические свойства металлов с о. ц. к. решеткой, имеют тенденцию вызывать снижение ЭДУ основного металла и способствовать деформации двойникованием. В работе [24] отмечено, что наличие ДУ и двойников в плоскостях  $\{112\}$ , не приводя к появлению новых компонент текстуры, в то же время меняет соотношение этих компонент: ослабляет  $\{100\} <110>$  и усиливает  $\{111\} <110>$  и  $\{111\} <112>$ .

\*  $1 \text{ эрг/см}^2 = 1 \cdot 10^{-3} \text{ Дж/м}^2$ .

\* В ряде работ по изучению текстуры материалов с г. ц. к. решеткой, например в [143], этот тип текстуры прокатки рассматривается как промежуточный между крайними  $\{110\} <112>$  и  $\{112\} <111>$ . Кроме того, для описания особенностей «текстуры металлов» часто привлекают более сложные ориентировки:  $\{123\} <735>$ , так называемую S-ориентировку и др. [1].

Несмотря на указанную выше зависимость текстуры материалов с о. ц. к. решеткой от ЭДУ, для них практически не удается систематизировать известные экспериментальные данные. Очевидно, это обусловлено возможностью скольжения в различных плоскостях ( $\{110\}$ ,  $\{112\}$ ,  $\{123\}$ ), а также ролью двойникования в отлич-

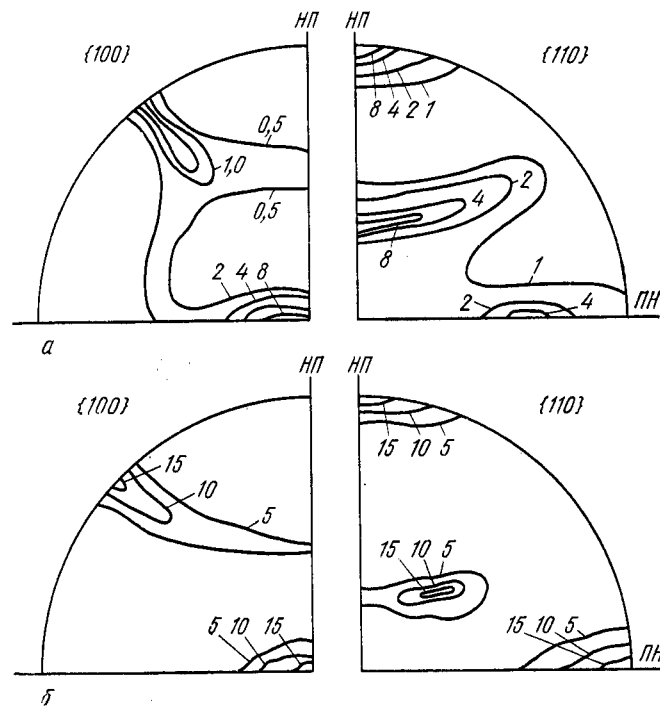


Рис. 73. Полюсные фигуры  $\{110\}$  и  $\{100\}$  для холоднокатанных металлов с о. ц. к. решеткой (степень деформации 70–80%): а — Mo [1]; б — Nb

ной от скольжения в системе ( $\{111\} <112>$ , табл. 9 Приложения).

Для металлов с г. п. решеткой нет строгих теоретических расчетов, обосновывающих образование определенных компонент текстуры, исходя из величины ЭДУ. Общим для этих материалов является ориентация базисной плоскости (0001) параллельно или под некоторым углом (до  $35\text{--}40^\circ$ ) к плоскости прокатки [1, 24, 49, 144, 145 и др.]. Для  $c/a = 1,633$  плоскость (0001) устанавливает-

ся приблизительно параллельно плоскости прокатки; для  $(c/a) > 1,633$  она отклонена от плоскости прокатки поворотом вокруг оси ПН, а для  $c/a < 1,633$  — вокруг оси НП. Угол отклонения  $\{0001\}$  от плоскости прокатки для сопоставимых степеней обжатия тем больше, чем сильнее отличие отношения  $c/a$  от теоретического (табл. 9 Приложения). В результате на ППФ  $\{0002\}$  область сущест-

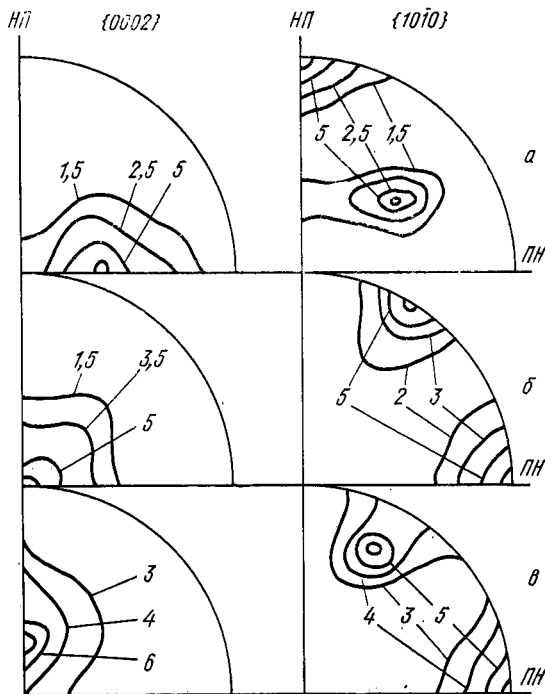


Рис. 74. Полюсные фигуры  $\{0002\}$  и  $\{10\bar{1}0\}$  для холоднокатанных металлов с г. п. решеткой (степень деформации 90%) [144]:

а — Ti— $\alpha$  ( $c/a=1,587$ ); б — Mg ( $c/a=1,623$ ); в — Zn ( $c/a=1,856$ )

ствия нормалей оказывается расположенной (рис. 74) соответственно в центре (для Mg), на оси НП (для Zn, Cd) и на оси НП (для Zr и Ti), а угол отклонения этой области от центра проекции тем больше, чем сильнее отличие  $c/a$  от теоретического.

Факторы, способствующие поперечному скольжению дислокаций в материалах с г. ц. к. решеткой, такие как снижение концентрации легирующих элементов и примесей, увеличение температуры и степени деформации, уменьшение величины зерна, благоприятствуют текстурному переходу в последовательности:  $\{110\} < 112 > + \{110\} < 100 > \rightarrow \{110\} < 112 > \rightarrow \{135\} < 112 > \rightarrow \{112\} < 111 >$ . Эти закономерности изменения текстуры подтверждаются большим числом экспериментальных данных. Следует отметить, что влияние степени деформации на текстуру много меньше, чем температуры деформации или легирования.

*Влияние условий деформации на текстуру металлов и сплавов.* Как правило, чем выше степень обжатия, тем больше интенсивность и меньше рассеяния текстуры. Описанные выше (табл. 8, 9 Приложения) текстуры прокатки развиваются только при достаточно большой степени деформации, которая оказывается тем выше, чем меньше ЭДУ материала, и, согласно данным работы [141], составляет, например, 98; 80 и 60% соответственно для латуни Л68, меди и алюминия.

Формирование текстуры в поликристаллическом материале с г. ц. к. решеткой наблюдается уже при степенях обжатия порядка 5—10% и продолжается до 90% и выше. Отмечено [138], что увеличение степени деформации не меняет характера текстуры прокатки (не ведет к «текстурному переходу»), а только способствует более четкому проявлению того типа текстуры, который присущ данному материалу при рассматриваемых условиях деформации. Рост степени деформации в диапазоне менее 50—70% сопровождается в основном только изменением количественного соотношения ориентировок, которое в разных материалах происходит по-разному.

Для холоднокатанных однофазных сплавов системы Ni—Co с содержанием Co до 67% (т. е. для ЭДУ, меняющейся от  $\sim 250$  до  $(10 \div 15) \cdot 10^{-3}$  Дж/м<sup>2</sup>) и для латуни Л68 [146—148] было показано, что при степенях деформации до 40—50% текстуры сходны и описываются в основном ориентировками  $\{110\} < 112 >$  и  $\{135\} < 112 >$ . Отличием текстуры для сильнолегированных сплавов с г. ц. к. решеткой является наличие двойниковой компоненты  $\{110\} < 100 >$ . Возрастание степени обжатия от 50 до 80% ведет к относительному ослаблению  $\{110\} < 112 >$  и усилению  $\{135\} < 112 >$ .

В сплаве Fe—50% Ni в интервале обжатий  $\epsilon = 11 \div 80\%$  основной ориентировкой является  $\{112\} \langle 111 \rangle$ , но постепенно усиливаются ориентировки, близкие к  $\{110\} \langle 112 \rangle$ , которые становятся преобладающими при  $\epsilon > 80\%$ , а при  $\epsilon > 95 \div 99\%$  вновь ослабевают [45]. Для сплава с более низкой ЭДУ Fe—79% Ni—4% Mo после обжатия более 95% преобладающей остается ориентировка  $\{110\} \langle 112 \rangle$ , наряду с которой наблюдаются  $\{112\} \langle 111 \rangle$  и  $\{110\} \langle 100 \rangle$  [149].

Немонотонное изменение соотношения ориентировок  $\{100\} \langle 110 \rangle$  и  $\{112\} \langle 110 \rangle + \{111\} \langle 110 \rangle$  в стали Fe—3% Si с о. ц. к. решеткой при повышении степени обжатия выше 85% обусловлено в основном чередованием разных систем скольжения [150].

Для материалов с г. п. решеткой повышение степени обжатия при прокатке до 60—80% ведет [1, 144] к увеличению угла отклонения базисной плоскости от плоскости прокатки до значений, приведенных в табл. 9 Приложения. При дальнейшем увеличении степени деформации этот угол существенно не меняется.

Следует отметить, что для малых степеней деформации в относительно большей мере, чем при больших, проявляются промежуточные, нестабильные ориентировки. Анализ развития текстуры в определенным образом ориентированных монокристаллах или отожженных поликристаллических материалах с однокомпонентной текстурой позволяет проследить за переходом малоустойчивых ориентировок в стабильные, характерные для данного материала и условий деформации [200]. Для прокатанных материалов с о. ц. к. решеткой показано, что повышение степени деформации при системе скольжения  $\{112\} \langle 111 \rangle$  способствует переходу через ряд промежуточных ориентировок к стабильной  $\{001\} \langle 110 \rangle$ , которая остается устойчивой при дальнейшей деформации [151]. Например, исходная текстура  $\{110\} \langle uvw \rangle$  меняется согласно ряду:  $\{110\} \langle uvw \rangle \rightarrow \{111\} \langle uvw \rangle \rightarrow \{112\} \langle 110 \rangle \rightarrow \{100\} \langle 110 \rangle$ .

Следует остановиться также на аномальном изменении текстуры при определенных, характерных для каждого материала степенях обжатия, при которых наблюдается явление аномального разупрочнения (ЯАР) [134]. Оно отмечалось для ряда металлов и сплавов с разным типом кристаллической решетки [Al, Ni, Cu, Fe, α,

сплавы Ni с Co (до 60% Co), сталь 08кп\* и др.]. Было показано, что ЯАР связано с существенной аномальной перестройкой дислокационной структуры, при которой возрастает средний размер дислокационных ячеек, плотность дислокаций в них уменьшается, а сами ячейки вытягиваются в определенных кристаллографических направлениях. Это сопровождается резким ослаблением интенсивности текстуры и увеличением ее рассеяния.

Рекристаллизация, проходящая в процессе высокотемпературной деформации может способствовать появлению новых компонент текстуры, отличных от текстуры деформации [152]. Если же при деформации рекристаллизация не происходит, то рост температуры деформации, сопровождающийся развитием множественного скольжения, способствует уменьшению резкости и увеличению рассеяния текстуры. При этом также уменьшается доля двойниковой компоненты, если она имела место при более низкой температуре деформации.

Для материалов с г. ц. к. решеткой повышение температуры деформации может сопровождаться текстурным переходом. Такой переход установлен, например, в работе [153], при повышении температуры прокатки сплава Cu—15% (ат.) Al от  $-196^\circ$  до  $+300^\circ\text{C}$  (рис. 75). Этот переход при сопоставимом увеличении гомологической температуры деформации проявляется тем менее значительно, чем больше ЭДУ [138, 141, 146, 153]. В работе [154] было отмечено, что для спектрально чистой меди с высокой ЭДУ увеличение температуры деформации от  $-196$  до  $+20^\circ\text{C}$  существенно не влияет на текстуру.

Легирование металла с образованием твердого раствора замещения меняет текстуру прокатки основного металла (рис. 76). Для одного и того же металла-растворителя соответствующий текстурный переход происходит при тем более низкой концентрации легирующего элемента, чем относительно круче снижается ЭДУ при легировании.

Можно считать [141], что для материалов с г. ц. к. решеткой существует некоторое критическое значение ЭДУ, зависящее от гомологической температуры дефор-

\* Владимирова С. А. Исследование явления атермического разупрочнения при холодной пластической деформации металлов и сплавов. Автореф. канд. дис. М., 1972.



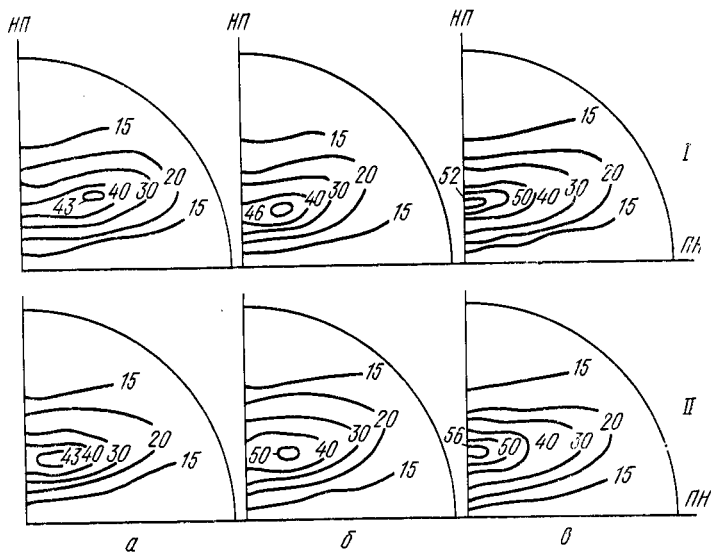


Рис. 75. Полусные фигуры  $\{111\}$  прокатанного при разных температурах ( $t_{\text{деф}}$ ) и отожженного в течение 30 мин сплава  $\text{Cu}+7\% \text{Al}$  (степень деформации 60%) [153] при  $t_{\text{деф}}$ , °C:  
 а — 196; б — 20; в — 270; I — деформированное состояние; II — отожженное состояние.

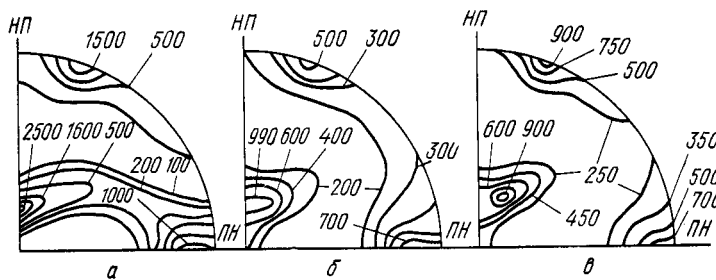


Рис. 76. Влияние легирования на «текстуальный переход» для холоднокатанных однофазных сплавов  $\text{Cu}-\text{Al}$  [1], % Al:  
 а — 0,5; б — 2,5; в — 5,5

мации, которое определяет тип текстуры прокатки. Исходя из большого числа экспериментальных данных, приведенных в литературе, для сильнодеформированных материалов «текстура латуни» характерна для материалов с ЭДУ, равной или ниже  $35 \cdot 10^{-3}$  Дж/м<sup>2</sup> при темпе-

ратуре деформации не выше  $0,25T_{\text{пл}}$ . Для материалов с ЭДУ более  $35 \cdot 10^{-3}$  Дж/м<sup>2</sup> такой тип текстуры проявляется только при температуре менее  $0,2T_{\text{пл}}$ . Напротив, для материалов с очень низкой ЭДУ «текстура латуни» стабильна даже при температуре деформации около  $0,5T_{\text{пл}}$ .

Число экспериментальных работ, посвященных влиянию скорости деформации на текстуру относительно невелико. В работах [148, 155] установлено, что при высокоскоростной деформации металлов и сплавов создается достаточно четкая текстура. Однако определенных ориентировок и рассеяния текстуры, обусловленных возможным изменением характера и числа действующих систем скольжения, не имеется.

*Изменение текстуры при дорекристаллизационном нагреве.* Согласно одним данным [1, 156 и др.], никаких изменений в текстуре деформации при возврате не отмечается. Однако по другим [147, 157—162], при возврате наблюдается некоторое усиление текстуры и уменьшение ее рассеяния, что проявляется тем отчетливее, чем больше ЭДУ. Это отмечалось для многих материалов с разным типом кристаллической решетки ( $\text{Cu}$ ,  $\text{Ni}$ ,  $\text{Fe}_\alpha$ ,  $\text{Zr}_\alpha$ ,  $\text{Ti}_\alpha$ , для кремнистого железа, для сплавов  $\text{Cu}-15\%$  (ат.)  $\text{Al}$ ,  $\text{Cu}-32\% \text{Zn}$ , 12X18H10T и др.).

Установленное изменение текстуры при возврате объяснялось уменьшением углов разориентировки между субзернами при коалесценции (для кремнистого железа [157], а также в результате полигонизации [161—163]. Предполагалось также [160], что при возврате дислокации, скопившиеся у препятствий, благодаря термической активации оказываются способными продолжить свое движение в том же направлении, в котором они двигались при деформации. Т. е. дорекристаллизационный нагрев оказывает в какой-то мере действие, аналогичное повышению степени деформации. Очевидно, что в материалах, в которых поперечное скольжение и перераспределение дислокаций облегчено, эти изменения текстуры проявляются более значительно.

Отмечено [147], что при повышении температуры нагрева холоднокатанных сплавов  $\text{Cu}-15\%$  (ат.)  $\text{Al}$  и  $\text{Cu}-32\% \text{Zn}$  происходит некоторое изменение количества соотношения ориентировок в сторону соответ-

ствующую усилению поперечного скольжения дислокаций: увеличению относительной доли компоненты  $\{135\} \langle 112 \rangle$  по сравнению с  $\{110\} \langle 112 \rangle$ . Однако анализ литературных данных показывает, что при возврате холоднодеформированных материалов с г. ц. к. решеткой текстурный переход не наблюдается.

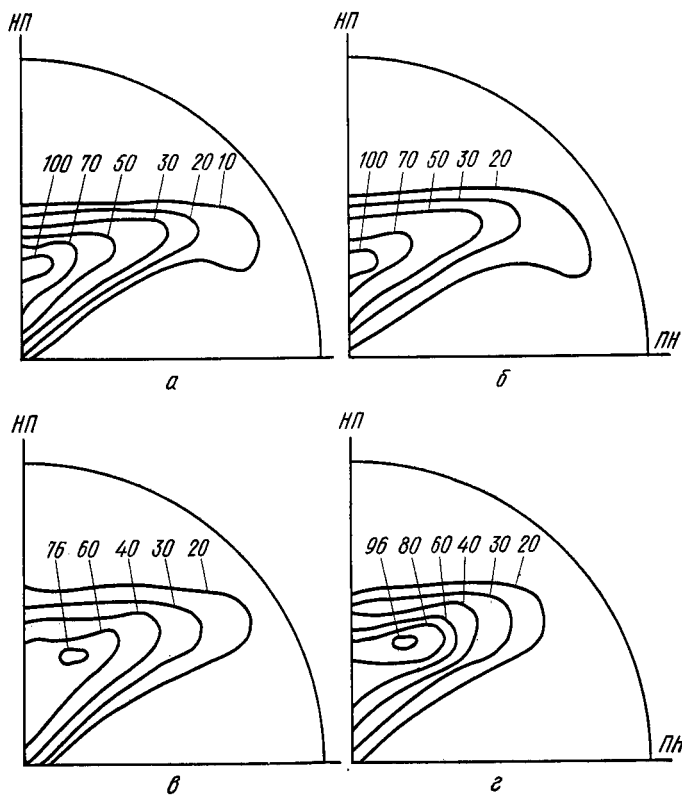


Рис. 77. Полюсные фигуры  $\{111\}$  холоднокатаных никеля (а, б) и сплава Ni—60% Co (в, г) с разной величиной исходного зерна ( $D_0$ ) (степень деформации 80%) [148]  
а, в —  $d_0 = 30$  мкм; б, г —  $d_0 = 100$  мкм

*Зависимость текстуры от величины исходного зерна.*  
При пластической деформации поликристаллического материала зерна деформируются по-разному в зависимости от их ориентировки по отношению к осям внешних напряжений. Существенное влияние на текстуру оказывает

взаимодействие соседних зерен, в большой мере определяемое их исходным размером.

Экспериментально установлено, что текстура прокатки материалов с г. ц. к. решеткой в тем большей мере зависит от исходной структуры, чем меньше ЭДУ и ниже температура деформации. Так, если для холоднокатаных Ni и Cu размер исходного зерна мало влияет на текстуру, то для высоколегированных сплавов Cu—15% (ат.) Al, Cu—32% Zn [147], кобальта [164], 12X18H10T, Ni—(40÷60)% Co, текстура тем сильнее, чем больше средняя величина исходного зерна (рис. 77). Аналогичный результат был получен, например, и в работе [165] для сплава Fe—3% Si с о. ц. к. решеткой и относительно низкой ЭДУ ( $\gamma \approx 40 \cdot 10^{-3}$  Дж/м<sup>2</sup>) [166]. Было высказано предположение [147], что измельчение исходной структуры способствует увеличению суммарной поверхности границ зерен, препятствующих передаче деформации от зерна к зерну и развороту соседних зерен. Это влияние границ зерна особенно существенно при более низкой температуре деформации для материалов, у которых поперечное скольжение дислокаций затруднено.

### 3. ТЕКСТУРА РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Текстура рекристаллизации металлов и сплавов может соответствовать текстуре деформации, отличаясь от нее меньшей интенсивностью и большим рассеянием всех или некоторых из основных ориентировок, либо не совпадать с текстурой деформации, либо быть очень слабой.

Текстура рекристаллизации в большой мере зависит от исходной текстуры деформации, поэтому на нее влияют все те же факторы, что и на последнюю. Дополнительное влияние оказывают режим отжига (температура, время, атмосфера, скорость нагрева и охлаждения), а также легирование малыми примесями и величина исходного зерна [1, 7, 134, 152 и др.]. По мере развития рекристаллизации интенсивность текстуры деформации уменьшается, а рекристаллизации возрастает [143, 152].

*Аксиальная текстура рекристаллизации,* как правило, совпадает с соответствующей текстурой деформации. По мере развития рекристаллизации для материалов с г. ц. к. решеткой, особенно сильнодеформированных, не-

сколько увеличивается относительная доля компоненты  $\langle 100 \rangle$  по сравнению с  $\langle 111 \rangle$  (в тем большей степени, чем чище металл).

Кроме того, для материалов с г. ц. к. решеткой характерна ориентировка  $\langle 211 \rangle$ .

*Текстура рекристаллизации прокатанных металлов и сплавов.* Для о. ц. к. материалов и большинства материалов с г. п. решеткой типы текстуры первичной рекристаллизации и деформации в основном совпадают, а с г. ц. к. — отличаются друг от друга (табл. 8, 9 Приложения). Однако и для о. ц. к. решетки при рекристаллизации отмечается изменение рассеяния текстуры и количественного соотношения ориентировок, присущих текстуре деформации, в результате поворота зерен на угол до  $\pm 15^\circ$  вокруг НН [1, 7 и др.]. Кроме того, например, для кремнистого железа наблюдается новая ориентировка  $\{110\} \langle 100 \rangle$ , не присущая текстуре деформации (более подробно см. ниже).

Отжиг на  $700\text{--}800^\circ\text{C}$  в области вторичной рекристаллизации холоднокатаных с  $\varepsilon = 70\text{--}90\%$  титана и циркония приводит к уменьшению на  $5\text{--}10^\circ$  угла наклона базисной плоскости к плоскости прокатки [1, 144], что соответствует изменению типа текстуры (см. табл. 3). При этом также отмечено некоторое увеличение рассеяния текстуры связанное с поворотом вокруг оси  $[0001]$  на  $\pm 30^\circ$ .

Анализ экспериментальных данных определения текстуры рекристаллизации материалов с г. ц. к. решеткой показал, что «текстура сплава» переходит в основном в «текстуру серебра»  $\{113\} \langle 112 \rangle^*$ , а «текстура металла» — «в кубическую»  $\{100\} \langle 100 \rangle$  (рис. 78). Увеличение степени деформации, ускоряющее рекристаллизацию, способствует более быстрому исчезновению компонент текстуры деформации и усилению текстуры рекристаллизации. Повышение температуры деформации, ведущее к «текстурному переходу» или меняющее соотношение ориентировок текстуры деформации, вызывает соответственное изменение количественного соотношения ориентировок.

*Кубическая текстура первичной рекристаллизации и вторичная рекристаллизация в материалах в г. ц. к. ре-*

\* Кроме того, при этом наблюдаются ориентировки  $\{310\} \langle 100 \rangle$  [167] и  $\{214\} \langle 533 \rangle$  [1];  $\{122\} \langle 212 \rangle$  и  $\{113\} \langle 332 \rangle$  [138].

шеткой. Практически важной особенностью материалов с г. ц. к. решеткой является возникновение четкой «кубической текстуры» рекристаллизации (КТ), так как такая текстура связана с высокой симметрией в пространственном расположении решетки кристаллитов и приводит к сильно выраженной анизотропии физических и механических свойств. Так, для магнитномягких материалов, у которых направление  $\langle 100 \rangle$  является направлением легкого намагничивания (сплав Fe —

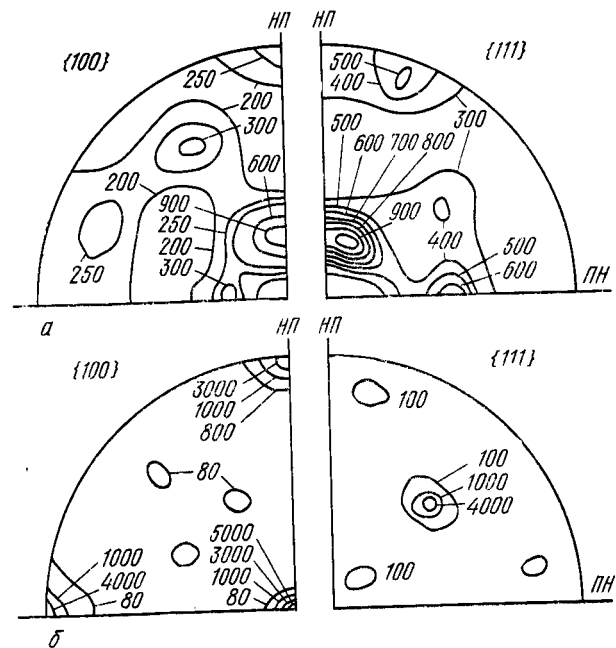


Рис. 78. Полусферические фигуры  $\{111\}$  и  $\{200\}$  рекристаллизованных алюминия (а) и латуни с 32% Zn (б) (степень деформации 80%) [1]

50% Ni; 50 НН<sup>1</sup>), интенсивность КТ определяет уровень магнитных свойств (см. ниже).

Существовало мнение, что интенсивность КТ тем выше, чем больше величина ЭДУ, которое подтверждено экспериментальными данными для сплавов системы

<sup>1</sup> Ленты из этого сплава используются в качестве магнитно-мягкого материала с прямоугольной петлей гистерезиса.

Ni—Co [146] и чистой меди [140]. Легирующая добавка к меди тем больше подавляет КТ и соответственно усиливает  $\{113\} \langle 112 \rangle$ , чем более резко при этом снижается ЭДУ основного металла.

Однако в результате подробного исследования, проведенного на сплавах системы Fe—Ni, установлено, что наиболее интенсивная КТ формируется при содержании около 47—48% Ni. В то же время величина ЭДУ в системе Fe—Ni проходит через минимум при ~40% Ni и для сплавов, содержащих около 50% Ni, составляет всего  $\sim 40 \cdot 10^{-3}$  Дж/м<sup>2</sup> [168]<sup>1</sup>. Максимуму интенсивности КТ соответствует оптимальное количественное соотношение основных ориентировок текстуры деформации:  $\{110\} \langle 112 \rangle$  и  $\{112\} \langle 111 \rangle$  и второстепенной ориентировки  $\{110\} \langle 001 \rangle$ , характеризующей склонность к механическому двойникованию [167]. При легировании сплавов Fe—68% Ni и Fe—80% Ni молибденом, снижающим ЭДУ, наблюдается наличие максимума интенсивности КТ при ~1% Mo, тогда как легирование сплава Fe—50% Ni, обладающего более низкой ЭДУ, всегда приводит к ослаблению КТ [167].

Таким образом, наиболее интенсивная КТ возникает не при максимально высокой ЭДУ, а при ее оптимальном значении, когда наряду с октаэдрическим скольжением при пластической деформации имеет место механическое двойникование, но степень его развития невелика<sup>2</sup>. По-видимому, в некоторых материалах оптимальное значение ЭДУ не достигается. Это в какой-то степени согласуется с точкой зрения относительно роли двойникования в формировании кубической компоненты текстуры растяжения в г. ц. к. металлах [137] и экстремальной зависимостью  $\% \langle 100 \rangle$  от  $\gamma/Gb$  (см. рис. 71).

Установлены следующие основные закономерности влияния технологических факторов на интенсивность КТ в г. ц. к. материалах.

1. Интенсивная КТ рекристаллизации возникает после обжатий более 80%. Зависимость интенсивности КТ от степени деформации при неизменной толщине лент описывается кривой с максимумом, положение которого

<sup>1</sup> Данные относятся к температуре 1100°С, с понижением температуры ЭДУ уменьшается.

<sup>2</sup> Очевидно, микродвойники деформации играют определенную роль в формировании зародышей кубической ориентировки (см. ниже).

зависит от чистоты плавки. Так, для сплава Fe—50% Ni он соответствует степени деформации ~99% для лент толщиной от 5 до 50 мкм, полученных из открытых плавков и 90—95% для лент из вакуумных и еще более чистых плавков (рис. 79). Аналогичную зависимость от сте-

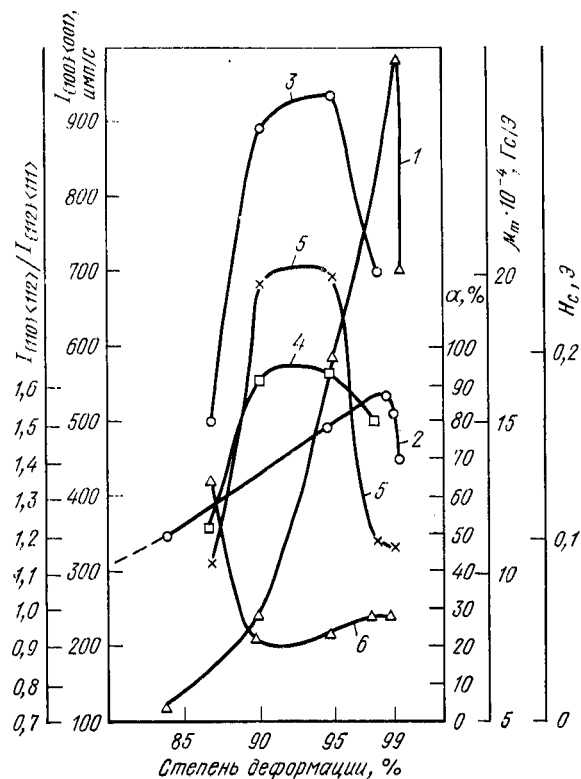


Рис. 79. Изменение интенсивности кубической текстуры рекристаллизации (кривые 1, 3) соотношения интенсивности ориентировок в текстуре деформации  $I_{\{110\} \langle 112 \rangle} / I_{\{112\} \langle 111 \rangle}$  (2) и магнитных свойств: коэффициента прямоугольности  $\alpha$  (4), магнитной проницаемости  $\mu_m$  (5), коэрцитивной силы  $H_c$  (6) в зависимости от степени деформации для лент толщиной 50 мкм из сплава Fe—50% Ni: 1, 2 — открытая плавка; 3—6 — водородно-гелиевая плавка

пени деформации имеет параметр, характеризующий количественное соотношение основных ориентировок текстуры деформации:  $\{110\} \langle 112 \rangle / \{112\} \langle 111 \rangle$  [45].

2. Процесс образования КТ протекает с большой ско-

ростью уже при температурах начала рекристаллизации, поэтому совершенство КТ в большей мере определяется температурой отжига, нежели выдержкой при постоянной температуре. Однако уменьшение скорости нагрева при высокотемпературном отжиге либо остановка несколько выше температуры начала рекристаллизации заметно способствуют усилению КТ.

3. Интенсивность КТ существенно возрастает при уменьшении величины зерна перед прокаткой: установлено, например, что для появления четкой КТ в технической меди со средней исходной величиной зерна 3 мкм необходимо обжатие 95%, а с величиной зерна 0,5 мкм — только 80—85% [1]. Небольшие примеси значительно ослабляют КТ и тем сильнее, чем они более поверхностно активны, неизоформны с основным металлом, хорошо растворимы в нем и интенсивно повышают твердость при легировании [143, 152]. Так, например, присадка к меди фосфора (0,003%) ослабляет КТ, напротив, легирование алюминием (0,2%) и кадмием (0,1%) усиливает КТ.

4. При собирательной рекристаллизации интенсивность КТ возрастает за счет ориентировок, сходных с ориентировками текстуры деформации, и двойниковой ориентировки [167].

5. При высокотемпературном отжиге (для меди ~900°С, для сплава Fe—50% Ni 1150—1250°С), после завершения собирательной рекристаллизации, развивается вторичная рекристаллизация, характеризующаяся аномальным ростом отдельных зерен, ориентировка которых связана с кубической поворотом вокруг  $\langle 100 \rangle \parallel \parallel$  НП на  $\pm 20\text{—}30^\circ$  и близка к  $\{120\} \langle 001 \rangle$  (I тип) либо вокруг  $\langle 111 \rangle$  на углы до  $\pm 40^\circ$  (II тип) [169]. В процессе образования зерен вторичной рекристаллизации большую роль играет двойникование, что видно по микроструктуре. Режим отжига и легирование влияют на преобладание одного из указанных типов ориентацией зерен вторичной рекристаллизации<sup>1</sup>. Даже начальная стадия вторичной рекристаллизации приводит к резкому изменению уровня магнитных свойств сплава 50 НП: максимальная магнитная проницаемость и прямоугольность

<sup>1</sup> Это важно для повышения свойств магнитномягких материалов, поскольку благоприятное воздействие последующего отжига в магнитном поле сильнее при совпадении  $\langle 100 \rangle$  с НП, т.е. при ориентировке I типа.

петли гистерезиса снижаются, а начальная проницаемость растет.

6. С уменьшением толщины лент из сплава Fe—50% Ni (50 НП) до 10—3 мкм происходит резкое ослабление КТ, почти до полного ее уничтожения. Как было показано в работе [45], причина этого нежелательного явления связана с увеличением доли поверхностных слоев в единице объема ленты, обладающих измененной текстурой деформации (усилена ориентировка  $\{112\} \langle 111 \rangle$ ); кроме того, для получения тончайших лент часто используются степень деформации, превышающую оптимальную. Вторичная рекристаллизация в тонких лентах не наблюдается.

7. Кубическая текстура устойчива к деформации. Если отожженный лист снова прокатать, то КТ не разрушается вплоть до обжатий порядка 50—60% [148, 200].

В случае четкой кубической текстуры в г. ц. к. материалах структура в плоскости прокатки характеризуется наличием небольшого числа двойников, когерентные границы которых составляют с направлением прокатки углы, близкие к  $45^\circ$ . Определение процентного количества «45-градусных» двойников может использоваться в качестве метода количественного контроля совершенства кубической текстуры рекристаллизации в г. ц. к. металлах и сплавах [170].

#### 4. ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ТЕКСТУРЫ В СПЛАВАХ Fe—Si

К сплавам системы Fe—Si относятся важные для техники электротехнические стали. Высокие магнитные свойства готовой холоднокатаной трансформаторной стали, содержащей около 3% Si, в первую очередь определяются кристаллографической текстурой, при которой направление легкого намагничивания  $\langle 001 \rangle$  располагается вдоль НП (ребровая текстура  $\{110\} \langle 001 \rangle$ ) либо вдоль НП и ПН (кубическая текстура  $\{100\} \langle 001 \rangle$ ); последняя более благоприятна при использовании в магнитопроводах, работающих в условиях магнитного потока сложной конфигурации, так как обеспечивает более низкие магнитные потери. Указанные виды текстуры возникают на заключительном этапе сложного технологического передела, причем совершенство ориентировок

существенно зависит от многих технологических факторов<sup>1</sup>.

Динамные стали, как правило, имеют меньшее содержание кремния (0,2—2,0%) и отличаются слабой, рассеянной текстурой, формирующейся в результате первичной рекристаллизации, что удовлетворяет требованиям изотропности магнитных свойств в плоскости листа.

В связи с пониженным содержанием кремния в процессе отжига происходит полное или частичное  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение, препятствующее формированию четкой текстуры. Наилучшими магнитными свойствами должен обладать материал с так называемой плоскостной кубической текстурой  $\{100\} \langle uvw \rangle$ , для которой направление вдоль НП не фиксировано. При этом вероятность расположения  $\langle 100 \rangle$  в любом направлении в плоскости прокатки существенно больше, чем в бестекстурном состоянии. Применение критических обжатов ( $\epsilon_{кр} = 8\%$  в сплаве с 3% Si) в сочетании с высокотемпературным отжигом при  $1100^\circ\text{C}$  и последующей двукратной прокаткой по 50—75% обеспечивает после заключительной термообработки при  $1200^\circ\text{C}$  получение 60—80% текстуры  $\{100\} \langle uvw \rangle$  [171]. Однако использование критических обжатов не дает достаточно стабильных результатов, поскольку в производственных условиях определенные малые обжаты трудно выдержать с достаточной точностью и они индивидуальны почти для каждой плавки.

Получение всех видов электротехнической стали включает горячую прокатку, холодную (обычно двукратную) прокатку с промежуточным отжигом и заключительный высокотемпературный отжиг. Различие состоит в степенях деформации, составе фазы-ингибитора, температуре и атмосфере отжига. Наряду с определенным количественным соотношением ориентировок в текстуре деформации наиболее важным фактором для развития ребровой текстуры является торможение нормального роста зерна частицами фазы-ингибитора, тогда как при формировании кубической текстуры наиболее важную роль играет поверхностная энергия, поэтому особое внимание обращается на чистоту металла и его поверхности, состав атмосферы отжига.

Текстура и структура исходного горячекатаного

листа, как правило, неоднородна по толщине. Поверхностные слои металла при горячей прокатке, охлаждаясь от соприкосновения с воздухом и вальками, получают более сильный наклеп, достаточный для протекания рекристаллизации под действием разогрева от горячих внутренних слоев. Поэтому в поверхностных слоях формируется мелкозернистая равноосная структура. Металл внутренних слоев испытывает меньший наклеп, в нем проходит лишь полигонизация и зерно сохраняет

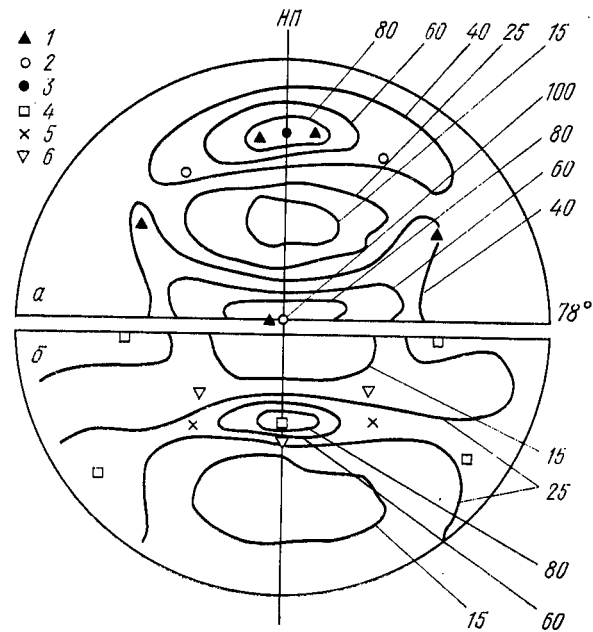


Рис. 80. Полюсные фигуры  $\{110\}$  горячекатаного листа трансформаторной стали:  
 а — поверхность (ориентировки: 1 —  $\{110\} \langle 113 \rangle$ ; 2 —  $\{110\} \langle 001 \rangle$ ;  
 3 — коническая  $\{110\}$ ); б — центральный слой: 4 —  $\{112\} \langle 110 \rangle$ ;  
 5 —  $\{100\} \langle 110 \rangle$ ; 6 —  $\{111\} \langle 112 \rangle$

вытянутую форму [172]. Текстура поверхностного слоя характеризуется преимущественным расположением плоскостей  $\{110\}$  в плоскости прокатки. Текстура имеет сложный характер. Иногда ее описывают обычной ребровой ориентировкой [173,174] либо как  $\{110\} \langle 113 \rangle$

<sup>1</sup> Госс Н. П. Пат. (США), № 3239332, 1966.

[175], но более точно она может быть описана ограниченной аксиальной ориентировкой  $\langle 110 \rangle \parallel \text{HN}$  с рассеиванием вокруг НП и НН и конической ориентировкой с осями  $\langle 110 \rangle$ , отклоненными от НН на  $60^\circ$  в сторону НП; как видно из рис. 80, под углом  $\alpha = 60^\circ$  имеется всего два текстурных максимума вместо четырех при ребровой ориентировке или восьми при  $\{110\}$   $\langle 113 \rangle$ . Текстура центральных слоев сходна с текстурой холодной прокатки, преобладающими являются ориентировки  $\{100\} \langle 110 \rangle$  и  $\{112\}$ ,  $\langle 011 \rangle$ . Сложный характер текстуры поверхностного слоя объясняется наложением теплового поля на поля напряжений, действующих при прокатке, а также влиянием трения. В зависимости от режима горячей прокатки глубина рекристаллизованного слоя и рассеяние ориентировок изменяются.

Согласно [176], эта неоднородность структуры и текстуры сохраняется даже после двукратной холодной прокатки и затрудняет развитие ребровой ориентировки при высокотемпературном отжиге. С другой стороны, имеются данные, указывающие на то, что высокая интенсивность текстуры  $\{110\}$  в приповерхностном слое горячекатаного листа благоприятна для формирования совершенной ребровой текстуры при окончательной обработке. Нормализация горячекатаного листа приводит к увеличению глубины рекристаллизованной зоны, росту зерна и некоторому изменению текстуры [173, 174]. Еще более существенно режим нормализации влияет на количество и дисперсность частиц фазы-ингибитора.

Текстура холодной прокатки описывается набором ориентировок, основными являются:  $\{112\} \langle 110 \rangle$ ,  $\{111\} \langle 112 \rangle$  и  $\{100\} \langle 110 \rangle$  (см. рис. 48, а), при этом сильнее выражено аксиальное рассеяние вокруг НН, чем вокруг НП, в отличие от текстуры горячекатаного листа. С увеличением степени деформации и уменьшением толщины листа от 0,5 до 0,1 мм текстура усиливается за счет ориентировок  $\{100\} \langle 110 \rangle$  и  $\{112\} \langle 110 \rangle$ . Снижение степени деформации и введение промежуточных отжигов усиливают ориентировку  $\{111\} \langle 112 \rangle$  и близкую к ней  $\{111\} \langle 123 \rangle$ , т. е. повышается рассеяние вокруг НН, кроме того, увеличивается количество слабой компоненты  $\{110\} \langle 001 \rangle$  [83].

Текстура первичной рекристаллизации качественно сходна с текстурой деформации, но количественное со-

отношение ориентировок несколько отличается, существенно усиление ориентировки  $\{110\} \langle 001 \rangle$ , хотя она остается слабой<sup>1</sup>.

Для протекания в трансформаторной стали вторичной рекристаллизации с образованием четкой ребровой текстуры необходимо благоприятное соотношение ориентировок в текстуре матрицы: главным образом достаточное число ориентировок  $\{111\} \langle 112 \rangle$  и  $\{110\} \langle 001 \rangle$  [83, 177]. Если же сильное развитие получит ориентировка  $\{112\} \langle 351 \rangle$ , что имеет место при обжатиях порядка 90%, то вторичная рекристаллизация подавляется или проходит неполно (остаются мелкозернистые вкрапления с ориентировкой  $\{112\} \langle 351 \rangle$ ). Но и в тех случаях, когда вторичная рекристаллизация проходит во всем объеме образца отклонение по плоскости и направлению от идеальной ориентировки  $\{110\} \langle 001 \rangle$  находится в прямой зависимости от режима прокатки, а следовательно от текстуры матрицы: снижение степени деформации до 50—60% и введение промежуточных отжигов уменьшают отклонения от идеальной ориентировки.

В работе [178] отмечается, что предельно допустимое обжатие при холодной прокатке, до которого еще формируется ребровая текстура, зависит от индивидуальных особенностей плавки связанных с различным количеством, дисперсностью и составом фазы-ингибитора. Существование предельного обжатия объясняется чрезмерным уменьшением удельного количества фазы-ингибитора на границах зерен по мере их измельчения. Однако колебания состава и наличие мелкодисперсной фазы могут вызвать и некоторые изменения количественного соотношения ориентировок в текстуре деформации. Показано, например, что выделение мелкодисперсных частиц AlN в результате отжига при 500—550°C перед холодной прокаткой влияет на количественное соотношение ориентировок в текстуре первичной рекристаллизации раскисленной алюминием стали.

Известны три способа получения кубической текстуры в трансформаторной стали. Первый, упомянутый выше способ основан на процессе вторичной рекристал-

<sup>1</sup> Проблема формирования текстуры в стали для глубокой вытяжки в значительной мере аналогична рассмотренной для электро-технической стали. Но в данном случае благоприятна текстура первичной рекристаллизации с преобладанием плоскостей  $\{111\}$  в плоскости прокатки.

лизации в строго контролируемой атмосфере, обеспечивающей минимальную поверхностную энергию  $\sigma_{\{100\}}$ .

В этих условиях торможение ямками термического травления границ зерен преодолевается в случае ориентировки зерен  $\{100\}$ , поэтому становится возможным их аномально быстрый рост [179]. Помимо состава атмосферы [180], влияет также содержание кислорода и серы в металле [181]. Текстура матрицы перед вторичной рекристаллизацией должна содержать небольшое количество зерен с точной кубической ориентировкой, выросших на всю толщину металла, рост которых, согласно работе [182], облегчается в присутствии значительной доли ориентировок  $\{112\} \langle 110 \rangle$  и  $\{100\} \langle 110 \rangle$ . Имеются данные о благоприятном влиянии на развитие кубической текстуры легирования марганцем и ванадием<sup>1</sup> [183], частичной или полной замены кремния алюминием<sup>2</sup> [184]. Показано также, что наличие определенного количества дисперсных игольчатых выделений AlN способствует ускоренному росту зерен с точной кубической ориентировкой [185]. Получение кубической текстуры методом вторичной рекристаллизации становится затруднительным в листах толще 0,3 мм.

Второй способ получения кубической текстуры состоит в многократной холодной прокатке и последующем отжиге на первичную рекристаллизацию, причем в качестве исходной заготовки используется лист с ребровой текстурой. Количество зерен с кубической ориентировкой увеличивается после каждой ступени обработки. Наиболее благоприятна трехкратная холодная прокатка с обжатиями 60—70% с промежуточным отжигом в рафинирующей среде при 1100—1300°C и заключительным отжигом в сухом водороде [186]. Наиболее совершенная текстура формируется в ленте толщиной 10 мкм [187].

Третий способ основан на переделе литой заготовки с аксиальной текстурой  $\langle 100 \rangle$ , полученной методом направленной кристаллизации. В результате технологического передела текстура может быть не только сохранена, но и усилена<sup>3</sup> [188]. Совершенство текстуры в готовом листе зависит от ее совершенства в исходной за-

<sup>1</sup> Пат. (США), № 2332951, 1961.

<sup>2</sup> Пат. (Япония), № 7923 и № 16771, 1964.

<sup>3</sup> Пат. (США), № 3164496, 1966.

готовке. Этот способ позволяет получать кубическую текстуру в толстых листах. При втором и третьем способах отпадает необходимость строгого контроля атмосферы отжига и чистоты металла, однако они не дают столь совершенной текстуры, как метод вторичной рекристаллизации.

## 5. ОСОБЕННОСТИ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ И ПРОЦЕССА РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ В ТЕКСТУРОВАННОМ МАТЕРИАЛЕ

Изменение характера дислокационной структуры в г. ц. к. материалах на разных этапах холодной прокатки вплоть до высоких степеней деформации проследжено на сплаве Fe—50% Ni<sup>1</sup> со средней величиной ЭДУ [189].

При прокатке с обжатиями до 40% происходит накопление дислокаций и постепенное формирование ячеистой структуры, состоящей из равноосных ячеек неправильной формы. При этом электронная дифракция дает большое разнообразие ориентировок фольги.

При дальнейшем увеличении степени деформации плотность дислокаций продолжает возрастать, и сначала в отдельных зернах, а при обжатиях более 85—90% по всему объему образца появляются скопления дислокаций высокой плотности, ориентированные в плоскости прокатки приблизительно перпендикулярно направлению прокатки и локализующиеся, по-видимому, в местах выхода пачек скольжения на поверхность ленты; границы исходных зерен разрушаются (рис. 81, а)<sup>2</sup>.

При электронномикроскопическом изучении на этой стадии деформации наблюдаются очень крупные, сильно вытянутые ячейки (0,3—1 мкм шириной и 1—10 мкм длиной), стенки которых состоят из скоплений ячеек малого размера (около 0,02 мкм). Поля внутри крупных ячеек также содержат более мелкие ячейки с малой плотностью дислокаций (рис. 81, б). Ориентировка фольги при этом чаще совпадает с (110), и при смещении на значительное расстояние в любом направлении азимутальный разворот в плоскости (110) не превышает 3—5°.

<sup>1</sup> Сплав является удобным объектом исследования, поскольку для него характерна исключительно интенсивная и острая кубическая текстура первичной рекристаллизации.

<sup>2</sup> Иногда ориентированные скопления дислокаций называют полосами скольжения.



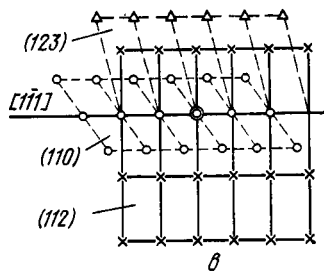
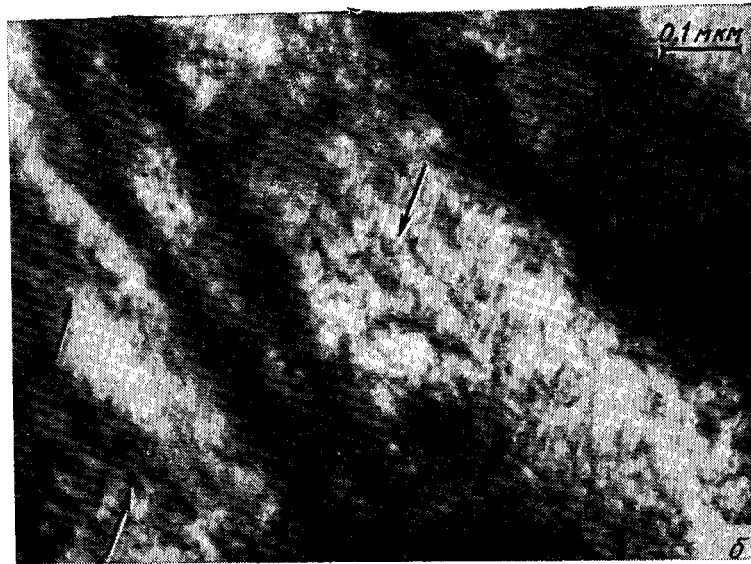
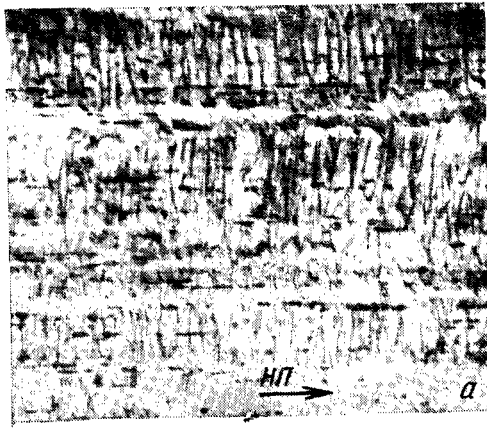


Рис. 81. Структура образцов сплава Fe—50% Ni с ярко выраженной текстурой деформации:  
 а —  $\epsilon=95\%$ ,  $\times 120$ ; б —  $\epsilon=75\%$ ,  $\times 19000$ ;  
 в —  $\epsilon=95\%$ . Дифракционная картина участка фольги

Встречаются также участки значительной протяженности с ориентировками (112) и (123). Переходные полосы, четко разграничивающие области с разной ориентировкой, характерные для о. ц. к. материалов, не обнаружены. Попадая одновременно в участок дифракции, указанные ориентировки дают сопряженную дифракционную картину с общим кристаллографическим направлением [111] (рис. 81, в). Эта ориентационная взаимосвязь, по-видимому, является отображением закономерных поворотов решетки при формировании текстуры. Рентгенографически на этой стадии деформации наблюдается хорошо развитая текстура с основными ориентировками:  $\{110\} \langle 112 \rangle$ ,  $\{112\} \langle 111 \rangle$  и  $\{123\} \langle 735 \rangle$ . Аналогичная ориентированная в ПН в плоскости прокатки дислокационная структура, характеризующаяся очень крупными вытянутыми ячейками, наблюдалась после высоких степеней деформации и в других сплавах с г. ц. к. решеткой (Fe — 79% Ni — 4% Mo, Fe — 40% Co и др.) и о. ц. к. решеткой [190]; можно утверждать, что она является признаком формирования четкой текстуры прокатки.

Обобщение полученных нами результатов приводит к следующей классификации.

Трем типам дислокационной структуры деформированного материала: скопления дислокаций, «равноосная» ячеистая структура, закономерно ориентированная ячеистая структура — соответствуют три вида первичной рекристаллизации: рекристаллизация «на месте», рекристаллизация с образованием зародышей по границам зерен и рекристаллизация с преимущественным образованием зародышей в ориентированных скоплениях дислокаций (рис. 82). Переход от одного вида к другому происходит постепенно, и в некоторых интервалах обжатий в разных участках образца могут наблюдаться два разных вида рекристаллизации.

Рекристаллизация на месте приводит к появлению слабых преимущественных ориентировок при увеличении выдержки, поскольку менее искаженные зерна, рекристаллизующиеся в первую очередь и растущие за счет более искаженных, принадлежат определенной группе ориентировок. Этот процесс, сопровождающийся укрупнением зерна, наиболее ярко проявляется при критических степенях деформации и практически используется в некоторых технологических схемах производства динамной стали [171].

Преобладание зарождения по границам зерен приводит к ослаблению и рассеянию исходной текстуры прокатки. Зародыш на границе зерен формируется из одного или нескольких субзерен путем коалесценции, миграции их границы и образования участка высокоугловой границы, сохраняя ориентировку исходного субзерна, которая может несколько отличаться от ориентировки зерен деформированной матрицы благодаря искажениям ре-

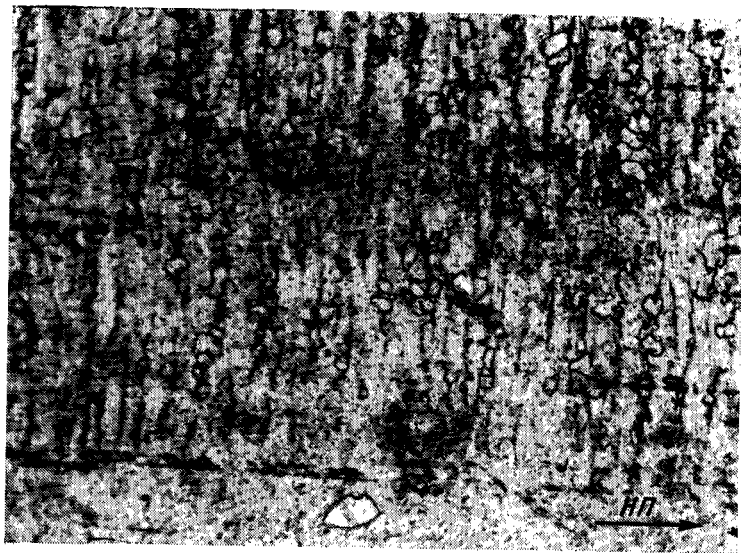


Рис. 82. Микроструктура поверхности ленты сплава Fe—50% Ni после деформации 99% и отжига при 550° С—2 ч.×340

шетки на границе. Замкнутая высокоугловая граница возникает постепенно в результате миграции малоугловой границы в приграничные объемы матричного зерна, характеризующиеся значительным искривлением решетки, что вызывает дополнительное отклонение ориентировки растущего рекристаллизованного зерна от матричного [191].

Наконец, преимущественное образование зародышей в закономерно ориентированных скоплениях дислокаций приводит к возникновению новой четкой текстуры первичной рекристаллизации, например кубической тексту-

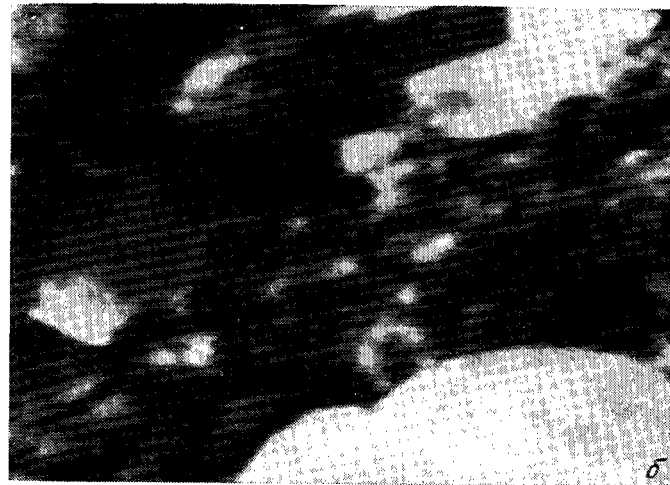
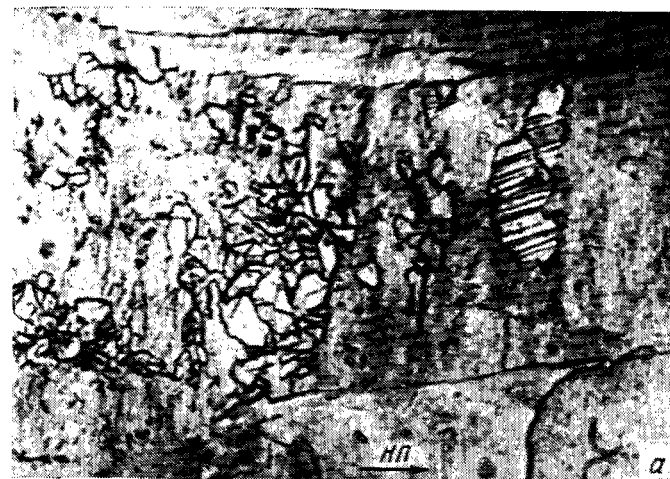


Рис. 83. Начальная стадия рекристаллизации в условиях формирования кубической текстуры:  
а —  $\epsilon=80\%$ , отжиг 560° С—2 ч.×340; б —  $\epsilon=99\%$ , отжиг 560° С—2ч.×25000

ры в г. ц. к. материалах (при обжатиях более 80% в сплаве Fe — 50% Ni).

При этом уже на начальной стадии рекристаллизации отдельные зерна получают размерное преимущество

(рис. 83, а), а рентгенографически обнаруживается четкая кубическая ориентировка, которая быстро усиливается при повышении температуры отжига. Таким образом, наблюдается прямая связь возникновения новой текстуры рекристаллизации с формированием зародышей в закономерно ориентированных дислокационных скоплениях.

Для о. ц. к. материалов формирование дислокационной ячеистой структуры, так же как и для г. ц. к., происходит при развитии деформации множественным скольжением. Чем выше ЭДУ, тем при меньшей степени деформации формируется ячеистая структура. После прокатки с обжатиями 70—80% монокристалла с ориентировкой (001) [100] из сплава Fe — 3% Si обнаружены переходные полосы между участками структуры, имеющими ориентировку основных компонент текстуры деформации. При изучении с помощью электронного микроскопа установлено, что переходная полоса состоит из узких параллельных сегментов, ориентировка которых различается всего на несколько градусов. При пересечении всей переходной полосы суммарная разориентировка соответствует разориентировке между текстурными компонентами [157]. После указанных обжатий зародыши рекристаллизации образуются преимущественно в переходных полосах путем коалесценции субзерен. При этом энергетически оправдана тенденция такого изменения ориентировки субзерен, в результате которой создается подвижная высокоугловая граница, которая мигрирует в матрицу, поэтому ориентировка зародышей, возникших в переходных полосах, оказывается закономерно связанной с ориентировкой матрицы. Так, в случае ориентировки зерна (001) [100] ориентировка зародыша оказалась связанной с ней поворотом на  $\sim 36^\circ$  вокруг общего направления [001].

В поликристаллическом материале Fe — 3% Si после двукратной холодной прокатки с обжатием 50% были обнаружены сильно переориентированные участки в зернах  $\{111\} \langle 112 \rangle$ , имеющие ориентировку  $\{110\} \langle 001 \rangle$ . Структура этих участков характеризовалась вытянутыми скоплениями дислокаций большой плотности. В этих участках в процессе отжига формировались первые зародыши рекристаллизации. Предпочтительными местами образования зародышей ребровой ориентировки являлись также приграничные области в деформированных

зернах  $\{110\} \langle 001 \rangle$ , соседствующих с зернами ориентировки  $\{111\} \langle 112 \rangle$  [177].

Таким образом, ориентировка зародышей и механизм их образования зависят от особенностей дислокационной структуры деформированного материала и от его текстуры, определяющей структуру и подвижность границ. Поэтому, влияя на количественное соотношение зародышей рекристаллизации, формирующихся по границам зерен и в переходных полосах или сильно переориентированных участках структуры, можно до некоторой степени управлять текстурой рекристаллизации. Показано, что увеличение размера зерна перед холодной прокаткой и степени деформации приводит к относительно увеличению числа зародышей, образующихся в переходных полосах [191]. На текстуру рекристаллизации большое влияние оказывает скорость нагрева; при малой скорости нагрева размерное преимущество получают зародыши, имеющие минимальный инкубационный период (формирующиеся в ориентированных дислокационных скоплениях и в переходных полосах), и их ориентировка становится преобладающей в текстуре первичной рекристаллизации. Дополнительная деформация при незавершенной рекристаллизации оказывает противоположное влияние.

## 6. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ О ТЕКСТУРООБРАЗОВАНИИ ПРИ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

*Текстура первичной рекристаллизации.* В целом ряде исследований, выполненных как на монокристаллах, так и на поликристаллических материалах, наблюдалась ориентационная связь текстур рекристаллизации с определенными ориентировками текстур деформации. Для г. ц. к. материалов наиболее часто указываются ориентационные соотношения  $\pm 40$  и  $22^\circ$  при повороте вокруг общего для двух ориентировок направления 111, а для о. ц. к.  $\pm 30^\circ$  — вокруг 110.

Исходя из того, что ориентационная взаимосвязь текстур рекристаллизации и деформации должна быть связана с образованием зародышей и их ростом в сильно деформированной матрице, предложены следующие гипотезы для объяснения механизма текстурообразования.

Бургерс предполагает наличие ориентированного зародышеобразования: наиболее сильно искаженные участки матрицы после возврата играют роль зародышей и их ориентировка предопределяет текстуру рекристаллизации [192]. Согласно предположениям, выдвинутым в работе [193], зародышами первичной рекристаллизации становятся участки деформированной матрицы с наибольшей плотностью краевых дислокаций, ориентированные благоприятно для перераспределения дислокаций с максимальной скоростью и поэтому освобождающиеся от них в первую очередь в процессе отжига. Основным возражением против этой гипотезы является то, что в меди, прокатанной с обжатием до 70% из исходного состояния с кубической ориентировкой, не возникает кубическая текстура рекристаллизации, хотя в текстуре деформации имеется значительный процент кубической ориентировки.

Согласно Беку, зародыши рекристаллизации имеют произвольную ориентировку, но скорость их роста зависит от ориентировки по отношению к деформированной матрице и, следовательно, текстура рекристаллизации определяется ориентировкой зародышей, имеющих максимальную скорость роста [194]. Эта гипотеза подтверждена прямыми экспериментами по ориентационной зависимости скорости роста [195]. Выбор некоторых ориентировок из восьми возможных, обусловленных поворотом на  $\pm 40^\circ \langle 111 \rangle$  (в г. ц. к.) определяется благоприятным для быстрого роста ориентационным соотношением с наибольшим числом ориентировок деформированной матрицы. Развитие таких «компромиссных» ориентировок обеспечивает наиболее быстрое снижение энергии системы. Хорошее совпадение с экспериментом получено Титоровым при графическом построении «компромиссных» ориентировок, однако в некоторых случаях получались и такие ориентировки, которые с точки зрения ориентационных соотношений являются равновероятными, но практически не наблюдаются [196]. Ближе к истине точка зрения, согласно которой возможно сочетание ориентированного зарождения и ориентированного роста.

В ряде работ показано, что полиморфные превращения, связанные с закономерной перестройкой решетки, изменяют тип текстуры рекристаллизации, а многократные неупорядоченные полиморфные превращения разрушают ее. Таким образом, изменяя режимы отжига и состав

сплава, удается управлять текстурой. Это указывает на определенную роль ориентированного образования зародышей.

Разновидностью теории ориентированного зародышеобразования является концепция, согласно которой участки деформированной матрицы еще до того, как становятся зародышами, изменяют свою ориентировку путем «раздвойнивания»<sup>1</sup>. В решетке происходит квазимартенситный сдвиг, приводящий к образованию из двух двойниковых ориентировок  $\{112\} \langle 111 \rangle$  с общей плоскостью (111) одной кубической ориентировки [198]. Однако прямым микроэлектронографическим методом не получено подтверждения протекания этого процесса, возможно потому, что столь малые участки находятся за пределами чувствительности электронной дифракции. Эта гипотеза находится в противоречии с экспериментальными данными, согласно которым ориентировка  $\{112\} \langle 111 \rangle$  является основной в текстуре деформации сплава Fe — 50% Ni до обжатий 75—80%, т. е. как раз тогда, когда КТ рекристаллизации не возникает [45].

Существует представление, согласно которому предпочтительное образование зародышей КТ связано с тем, что работа образования упруго-анизотропного зародыша рекристаллизации минимальна, если направления  $\langle 001 \rangle$  ориентируются в направлении главных напряжений, действующих при прокатке и создающих соответствующее поле упругих напряжений в холоднокатаном металле [199]. Однако оно не объясняет существование оптимальных обжатий, которым соответствует наиболее интенсивная КТ.

Ряд экспериментальных фактов, полученных на г. ц. к. сплаве Fe — 50% Ni, указывает на то, что в формируемой зародышей кубической ориентировки участвует механизм двойнивания [167, 200]. В зародышах и мелких рекристаллизованных зернах, образовавшихся в участках с описанной выше закономерно ориентированной дислокационной структурой, как правило, наблюдалось большое число двойников. Иногда все зерно состояло из тонких двойников (рис. 83, а). Такие зерна оказывались наиболее крупными. При дальнейшем росте зерна боль-

<sup>1</sup> Операция, обратная превращению Роланда, при котором из исходного элемента г. ц. к., решетки формируются два новых, имеющих взаимно двойниковую ориентировку [197].

шая часть двойников постепенно исчезала. При этом рентгенографическим методом на начальной стадии рекристаллизации обнаруживалась наряду с четкой КТ двойниковая ориентировка  $\{122\} \langle 221 \rangle$  и  $\{130\} \langle 001 \rangle$ .

Методом электронной микроскопии наблюдалось, что в образце с оптимальной степенью деформации зародыши рекристаллизации содержали двойники, причем на ранней стадии количественное соотношение частей зародыша, имеющих кубическую и двойниковую ориентировку, было примерно одинаковым. Как можно видеть из рис. 83, б, та часть зародыша, которая имеет двойниковую ориентировку (темная), как бы вырастает из субзерна деформированной матрицы, имеет с ней одинаковую окраску и не отделена высокоугловой границей; часть зародыша с кубической ориентировкой (светлая) отделена от матрицы высокоугловой границей<sup>1</sup>.

Может быть дано следующее объяснение механизма зародышеобразования, приводящего к интенсивной КТ. Двойниковая ориентировка  $\{122\} \langle 221 \rangle$  присутствует в областях рассеяния основной ориентировки текстуры деформации  $\{110\} \langle 112 \rangle$  и, как показывают результаты, полученные на монокристаллах, находится с ней в благоприятном ориентационном соотношении [200]. Двойникование приводит к возникновению кубической ориентировки, а следовательно, и высокоугловой границы, которая имеет большую скорость миграции в деформированную матрицу. Можно предположить, что зародыш увеличивается в размере путем последовательного присоединения слоев решетки с кубической и двойниковой ориентировкой. Такой процесс энергетически наиболее выгоден.

По данным, полученным на прокатанных монокристаллах, можно сделать заключение, что этот процесс облегчается наличием готовых двойниковых границ в деформированной матрице, концентрирующихся в участках с ориентированной дислокационной структурой. Показано, что в результате рекристаллизационного отжига наиболее интенсивная КТ формируется в кристаллах с исходной кубической ориентировкой, деформация которых происходит с участием механического микродвойни-

<sup>1</sup> Аналогичную структуру зародышей наблюдал Боллманн в образцах меди, однако он не обратил на это особого внимания [201].

кования [200]. Небольшое число кубической и близких к ней ориентировок (130) [001] и (120) [001], остающихся в деформированном материале, вероятнее всего, сохраняется в узких двойниковых прослойках, которые могут играть роль зародышей рекристаллизации. Эти представления согласуются с наблюдавшимся изменением кинетики разупрочнения и пониженной энергией активации процесса в условиях зародышеобразования в участках с ориентированной дислокационной структурой [189].

О существенной роли двойников деформации в формировании зародышей рекристаллизации свидетельствуют также результаты, полученные на холоднокатаных монокристаллах о. ц. к. сплава Fe — 3% Si с исходной ориентировкой (110) [001]: обнаружено, что зародыши рекристаллизации в первую очередь появляются на двойниках деформации, а затем уже в полосах деформации [202].

*Текстура вторичной рекристаллизации.* В настоящее время не разработана достаточно строгая теория текстурообразования при вторичной рекристаллизации; имеется лишь ряд научных представлений, объясняющих отдельные стороны этого процесса.

Вторичной рекристаллизацией называют процесс, развивающийся при высокотемпературном отжиге после завершения первичной рекристаллизации и состоящий в аномально ускоренном росте зерен отдельных ориентировок. Зародышами вторичной рекристаллизации являются зерна, уже имеющиеся в материале. В материалах с о. ц. к. решеткой вторичная рекристаллизация, как правило, приводит к сильной однокомпонентной текстуре с малым рассеянием, что обеспечивает высокую анизотропию физических свойств и представляет большой практический интерес.

При этом уменьшение свободной энергии системы реализуется за счет роста зерен определенной ориентировки, способных быстро поглотить зерна всех, имеющихся в текстуре первичной рекристаллизации ориентировок, для чего необходимо наличие благоприятных ориентационных соотношений. Непременным условием вторичной рекристаллизации является торможение нормального роста зерна.

Причинами торможения нормального роста зерна могут явиться: а) острая текстура первичной рекристалли-

зации, при которой отсутствует стимул роста одних зерен за счет других; б) прорастание зерна на всю толщину материала, когда дальнейшему росту препятствуют ямки термического травления, возникающие на границах зерен на поверхности металла; в) наличие большого числа дисперсных включений (не менее  $0,5-2,10^{12}$  частиц/см<sup>3</sup>) фазы, адсорбированных границами зерен. Выделения эффективны, если они растворяются в интервале температур вторичной рекристаллизации. В трансформаторной стали это сульфиды марганца, нитриды алюминия, кремния, ванадия, карбиды титана, ниобия.

При рассмотрении движущих сил роста зерна следует учитывать ряд составляющих.

1. Выигрыш объемной энергии за счет уменьшения упругих искажений решетки [203]. При прочих равных условиях должен происходить более быстрый рост зерен, обладающих менее искаженной решеткой. Этот фактор, по-видимому, является наиболее вероятным в начальный период вторичной рекристаллизации в условиях развития ребровой текстуры в трансформаторной стали. Действительно, обнаружено, что перед началом вторичной рекристаллизации зерна  $\{110\} \langle 001 \rangle$  имеют пониженную плотность дислокаций [152].

2. Выигрыш энергии за счет уменьшения суммарной поверхностной энергии границ при избирательном росте зерна. Этот фактор вступает в действие, как только возникает разноразмерная структура.

3. Зависимость подвижности границ от их строения, связанного с ориентационным соотношением соседствующих зерен, т. е. от текстуры первичной рекристаллизации. Наиболее высокой подвижностью обладают границы, по которым имеется хотя бы частичное сопряжение решеток двух зерен [204]. К таким границам в материалах с г. ц. к. решеткой относятся границы между зернами, ориентировки которых связаны поворотом на 22 или 38° вокруг общего направления  $\langle 111 \rangle$  [205]; соответственно в о. ц. к. решетке условие сопряжения выполняется для границ зерен, разориентированных на 35° вокруг  $\langle 110 \rangle$ . Полагают также, что скорость диффузии примесей вдоль сопряженных границ повышена, поэтому торможение таких границ ослаблено.

Анализ движущих сил избирательного роста, проведенный в работе [206], показал, что рост зерен ребровой ориентировки в сплаве Fe—3% Si приводит к наиболее

быстрому уменьшению свободной энергии вследствие высокой подвижности их границ. Поэтому существенное значение имеет текстура матрицы, в которой развивается вторичная рекристаллизация.

4. Выигрыш поверхностной энергии. Этот фактор влияет после выхода зерна вторичной рекристаллизации на поверхность листа. Экспериментально установлено, что в трансформаторной стали после первичной рекристаллизации повышенное число зерен с ориентировкой  $\{110\} \langle 001 \rangle$  имеется не в поверхностном слое, а на глубине  $\sim 1/8$  толщины листа, поэтому поверхностная энергия не является определяющим фактором в начальный период развития ребровой текстуры.

Состав атмосферы отжига влияет на соотношение величины  $\sigma_{\{110\}}$  и  $\sigma_{\{100\}}$ , что используется при производстве трансформаторной стали с ребровой и кубической текстурой. Так, показано, что в окислительной атмосфере при 1050—1100°C  $\sigma_{\{100\}} < \sigma_{\{112\}} < \sigma_{\{111\}} < \sigma_{\{110\}}$  [207]. Скорость роста зерен  $\{110\}$  (в условиях « $\sigma_{\{110\}}$  — минимально») существенно снижается при увеличении отклонения плоскости  $\{110\}$  от поверхности листа [208]. Это указывает на значительный вклад поверхностной энергии в движущую силу роста зерен вторичной рекристаллизации, после того как они выйдут на поверхность листа. Однако фактор поверхностной энергии контролирует лишь преимущественную ориентировку по плоскости, а ориентировка направления  $[001]$  в НП определяется только текстурой первичной рекристаллизации, т. е. режимом предварительной деформации и отжига<sup>1</sup>.

В ряде работ получены сведения, указывающие на то, что частицы фазы-ингибитора играют не только тормозящую роль, но и влияют на количественное соотношение ориентировок в текстуре первичной рекристаллизации, усиливая ориентировку  $\{111\} \langle 112 \rangle$ , благоприятную для быстрого роста зерен ребровой ориентировки при вторичной рекристаллизации [210, 211]. Кроме того гексагональные частицы нитрида алюминия ко-

<sup>1</sup> Авторы работы [209] указывают на то, что направление  $\langle 001 \rangle$  в зернах вторичной рекристаллизации преимущественно ориентируется в направлении течения металла, но не объясняет это явление. С этих позиций, однако, остается неясной причина влияния степени деформации и ряда других технологических факторов на совершенство текстуры вторичной рекристаллизации.

герентно связаны с решеткой твердого раствора, что оказывает дополнительное ориентирующее воздействие. На этом основано производство трансформаторной стали с малым ( $2-3^\circ$ ) отклонением направления  $\langle 001 \rangle$  от НП [212].

Вторичная рекристаллизация в г. ц. к. материалах развивается в условиях затрудненного роста зерна первичной рекристаллизации, сдерживаемого острой КТ. Поэтому все факторы, способствующие усилению КТ, повышают склонность к вторичной рекристаллизации, а факторы ослабляющие КТ,— тормозят ее. Так, при уменьшении толщины лент сплава Fe—50% Ni до 10 мкм, сопровождающемся резким ослаблением КТ, вторичная рекристаллизация не происходит. Рафинировка плавки, снижение содержания кремния и углерода усиливают КТ и ускоряют вторичную рекристаллизацию. Относительно природы влияния таких элементов, как фосфор и марганец, ускоряющих вторичную рекристаллизацию, пока нет ясности. Можно предположить, что они значительно снижают ЭДУ сплавов и облегчают процесс двойникования, играющий существенную роль при вторичной рекристаллизации.

Текстуробразование при вторичной рекристаллизации в г. ц. к. материалах в отличие от о. ц. к. изучено недостаточно и практически мало используется для регулирования физических свойств.

## 7. НЕКОТОРЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ, ПОЛУЧЕННЫЕ С ПОМОЩЬЮ ФРО И ИХ ТРАКТОВКА

Описанные выше закономерности текстуробразования изучены в основном методом полюсных фигур.

Метод ФРО оказался плодотворным в решении ряда сложных проблем текстуробразования. С его помощью уже проведено значительное число исследований: изучено формирование текстур прокатки г. ц. к. и о. ц. к. материалов при увеличении степени деформации, переход от текстуры меди к текстуре латуни и некоторые другие вопросы. Полученные результаты расширяют сложившиеся ранее представления о характере текстуры и механизме ее формирования в ряде материалов.

Текстура г. ц. к. материалов. По ППФ  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$  и  $\{311\}$  рассчитаны ФРО для электролитической меди технической чистоты прокатанной с обжатиями ( $\epsilon$ )

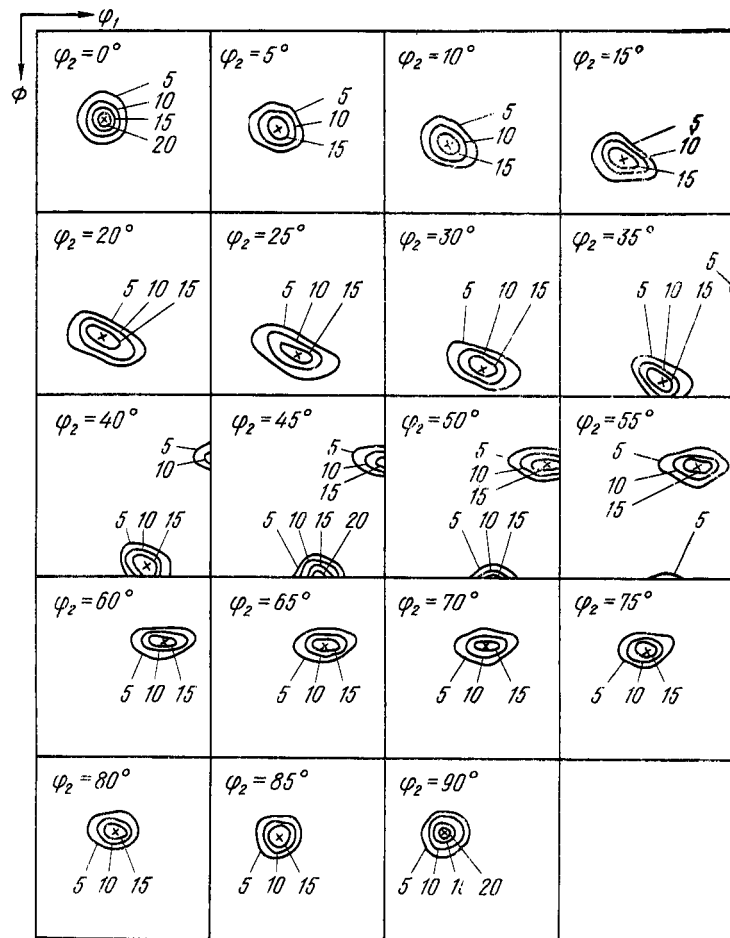


Рис. 84. Сечение ФРО для холоднокатаной меди ( $\epsilon=95\%$ ), шаг  $\varphi_2=5^\circ$

от 30 до 95%. Сечения ФРО с шагом  $\Delta\varphi_2=5^\circ$  для  $\epsilon=95\%$  показаны на рис. 84. Можно видеть, что области высокой плотности ориентировок образуют «непрерывную трубку» в ориентационном пространстве. Если рассматривать только максимальные значения полюсной плотности, то они располагаются на линии, которую называют «скелетной» (рис. 85) [14, 213]. Такой характер текстуры прокатки согласуется с предложенным Вассерманом и Гревен описанием ее посредством ограниченных

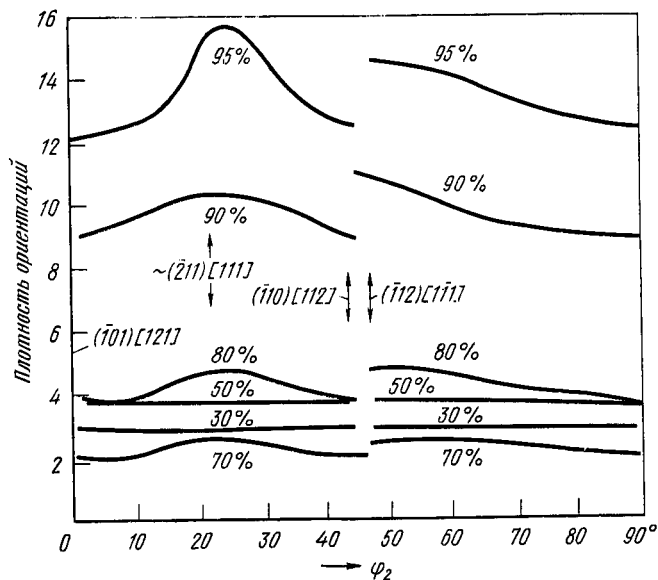


Рис. 85. «Скелетные» линии для холоднокатаной меди ( $\epsilon=30+95\%$ )

аксиальных компонент [1]. При средних степенях деформации разные ориентировки непрерывно переходят одна в другую:  $(011) [2\bar{1}1] - (121) [1\bar{1}1] + 5^\circ - (110) [1\bar{1}2]$ , при высоких обжатиях слабый максимум соответствует  $(121) [1\bar{1}1] + 5^\circ$ . Для перехода к привычным представлениям положение «скелетных» линий часто рассматривают в стереографической проекции.

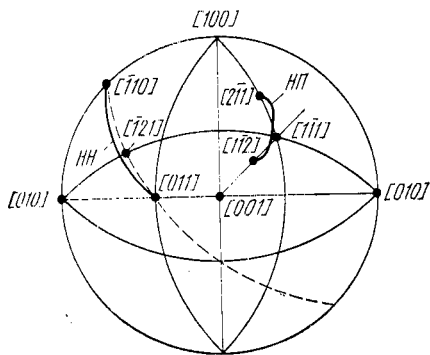


Рис. 86. «Скелетные» линии в стереографической проекции для НП и ПН холоднокатаной меди ( $\epsilon=95\%$ )

В случае холоднокатаной меди (рис. 86) «скелетная» линия для НП проходит вблизи  $[1\bar{1}1]$ , соединяя  $[2\bar{1}1]$  и  $(112)$ . Ориентировка НН изменяется вдоль кривой, близкой к большому кругу, перпендикулярному  $[1\bar{1}1]$ , отклонение от которого вблизи  $(121) [1\bar{1}1]$  составляет  $\sim 5^\circ$ .

При рассмотрении изменения средней плотности в «трубке ориентировок» в зависимости от степени деформации обнаруживается его немонотонный характер: на фоне общего роста наблюдается снижение плотности при  $\epsilon=70 \div 80\%$  (см. рис. 85). Этот эффект, подтвердившийся в ряде работ, объясняется действием механического двойникования, поскольку одновременно отмечает-

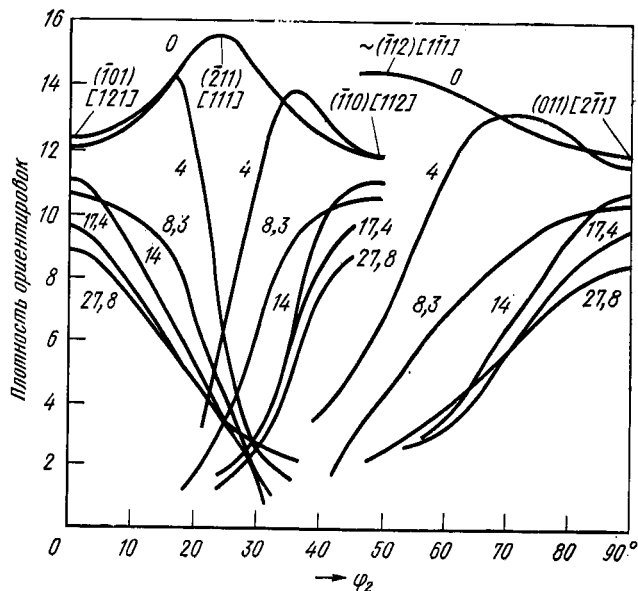


Рис. 87. «Скелетные» линии для холоднокатаной латуни с различным содержанием цинка ( $\epsilon=95\%$ )

ся появление слабых двойниковых ориентировок. При больших обжатиях (более 95%) быстро усиливается ориентировка  $(101) [\bar{1}21]$ , которая становится преобладающей. В поверхностных слоях металла при деформации до 95% усилена компонента  $(001) [110]$ , не принадлежащая «трубке ориентировок». При более высоких обжатиях ее плотность снова убывает. Происхождение «трубки ориентировок» обусловлено действием скольжения в системах  $\{111\} <110>$ ; для объяснения появления ориентировки  $(001) [110]$  требуется привлечение другого механизма деформации.

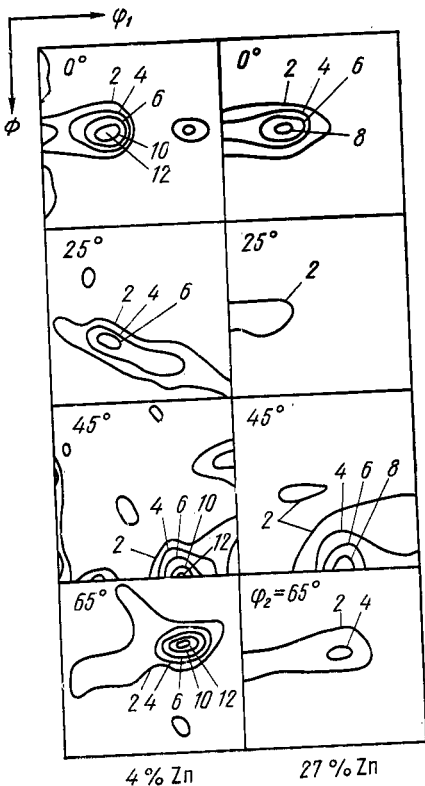


Текстура холоднокатаного никеля также описывается «трубкой ориентировок». Как и для меди, при малых степенях деформации плотность ориентировок вдоль «скелетной» линии примерно постоянна, а при  $\epsilon \approx 80\%$  имеется слабый максимум в районе ориентировки  $(112) [111] + 5^\circ$ . Однако в отличие от меди не наблюдается ослабления плотности ориентировок при средних степенях деформации и появления новых ориентировок.

Найдено также много общего в формировании текстуры прокатки в серебре и меди. Однако существенная роль двойникования в серебре отмечается не только при средних, но и при больших степенях деформации [214].

С помощью анализа ФРО удалось также детализировать текстурный переход медь—латунь. Показано, что увеличение содержания цинка в меди сопровождается постепенным укорочением «трубки ориентировок»

Рис. 88. Некоторые сечения  $\varphi_2$  для латуни, содержащей 4% и 27% Zn ( $\epsilon=95\%$ )



и при 14% (ат.) Zn остается лишь ориентировка латуни  $(110) [\bar{1}\bar{1}2]$  (рис. 87, 88). Одновременно с резким ослаблением ориентировки  $(11\bar{2}) [111]$  появляются слабые ориентировки, близкие к  $(011) [100]$  и  $(011) [1\bar{2}2]$ , находящиеся с ней в двойниковом соотношении. По ППФ о появлении этих ориентировок нельзя судить с достаточной уверенностью, так как они попадают в области рассеяния основной ориентировки. Появление этих ориентировок указывает на то, что текстурный переход медь—

латунь обусловлен механическим двойникованием в соответствии с моделью Вассермана, которое облегчается с понижением ЭДУ вследствие легирования.

Было также установлено, что увеличение степени деформации, приводящее к измельчению двойниковых прослоек, влияет на текстурный переход аналогично увеличению содержания цинка. Зависимость количества двойниковой компоненты  $\sim (011) [100]$  от величины  $\gamma/Gb$  выражается кривой с максимумом, соответствующим содержанию 8% (ат.) Zn, что может быть объяснено следующим образом. При высокой ЭДУ двойники не образуются, с уменьшением ЭДУ частота двойникования увеличивается, а при очень низких значениях ЭДУ число дефектов упаковки возрастает настолько, что двойники измельчаются до микроскопических размеров и их развитие может тормозиться вторичным двойникованием.

На основании анализа ФРО предложена схема, по которой можно судить об изменении характера текстуры в сплавах системы Cu—Zn в зависимости от степени деформации (рис. 89). При деформации более 70% изменение текстуры, согласно схеме, связано с переориентацией скольжением в системах с частичными дислокациями  $\{111\} \langle 112 \rangle$  по модели Ху [215]. Пространственное изображение ФРО для латуни с 27,8% Zn показано на рис. 90. «Скелетные» линии соединяют ориентировки:  $A \sim \{110\} \langle 112 \rangle$ ,  $B \sim \{112\} \langle 111 \rangle$ ,  $C \sim \{011\} \langle 100 \rangle$ ; последняя близка к двойниковой по отношению к B.

Текстура о. ц. к. материалов. Сечения ФРО при  $\varphi_1 = \text{const}^*$  для низкоуглеродистой стали, прокатанной с обжатием 84%, показаны на рис. 91. Область повышенной плотности представляет собой непрерывную «трубку ориентировок» от  $(\bar{1}\bar{1}2) [\bar{1}\bar{1}0]$  до  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1}) [\bar{1}21] + 5^\circ$  (компонента A). Компонента B локализуется вблизи ориентировки  $(001) [110]$  с рассеянием до  $(112) [\bar{1}\bar{1}0]$  в сторону компоненты A [14, 216]. Следовательно, текстура может быть представлена состоящей из двух ограниченных аксиальных компонент, как и текстура г. ц. к., но в отличие от последней главная «трубка ориентировок»

\* Для о. ц. к. материалов обычно не рассматривают сечения  $\varphi_2 = \text{const}$ , как это принято для г. ц. к., поскольку они оказываются параллельными трубке ориентаций о. ц. к. и менее наглядны, чем сечения  $\varphi_1 = \text{const}$ .

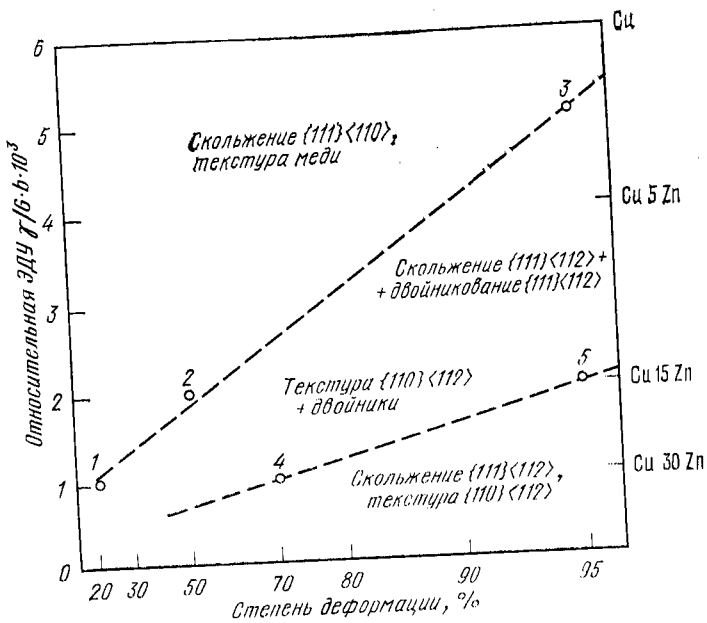


Рис. 89. Изменение механизма деформации в зависимости от параметра ЭДУ и степени деформации в системе Cu—Zn

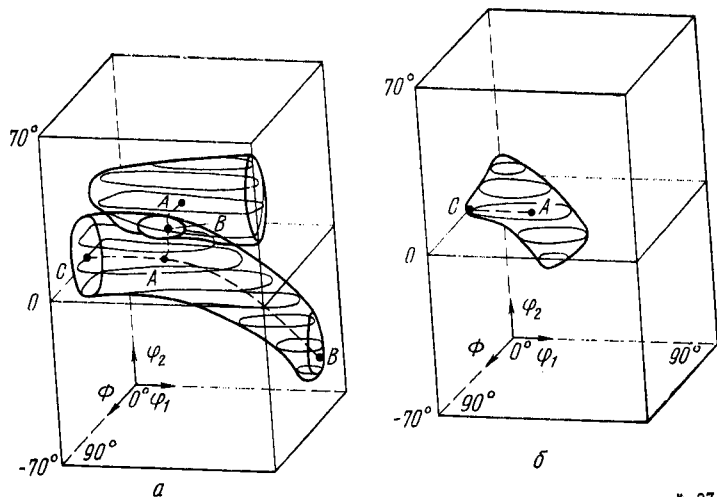


Рис. 90. Пространственное изображение ФРО для латуни, содержащей 27,8% Zn, степень деформации 30% (а) и 95% (б). Проведены плоскости, соответствующие  $1/2$  максимальной полюсной плотности

в ориентационном пространстве направлена не параллельно  $\varphi_1$ , а параллельно  $\varphi_2$ .

В результате отжига при  $600^\circ\text{C}$  «трубка ориентировок» А разделяется на две: С — от  $(\bar{1}\bar{1}1) [\bar{1}10]$  до  $(\bar{1}\bar{1}1) [1\bar{2}1] + 3^\circ$  и D — от  $(\bar{1}\bar{1}3) [\bar{1}10]$  до  $(\bar{1}\bar{1}3) (3\bar{6}1)$ , а компонента В не получает развития. Пространственное изображение ФРО для низкоуглеродистой стали отожженной при  $600^\circ\text{C}$ , показано на рис. 92. «Скелетные» линии для НН и НП холоднокатаного железа в стереографической проекции в первом приближении подобны таковым для г.ц.к., если НП и НН поменять местами, т. е. и из анализа ФРО следует, что текстуры г.ц.к. и о.ц.к. материалов взаимно противоположны, что может быть объяснено с точки зрения теории Тейлора, если принять в качестве единственного механизма деформации чистое скольжение в системах  $\{111\} \langle 110 \rangle$  для г.ц.к. и  $\{110\} \langle 111 \rangle$  для о.ц.к. материалов.

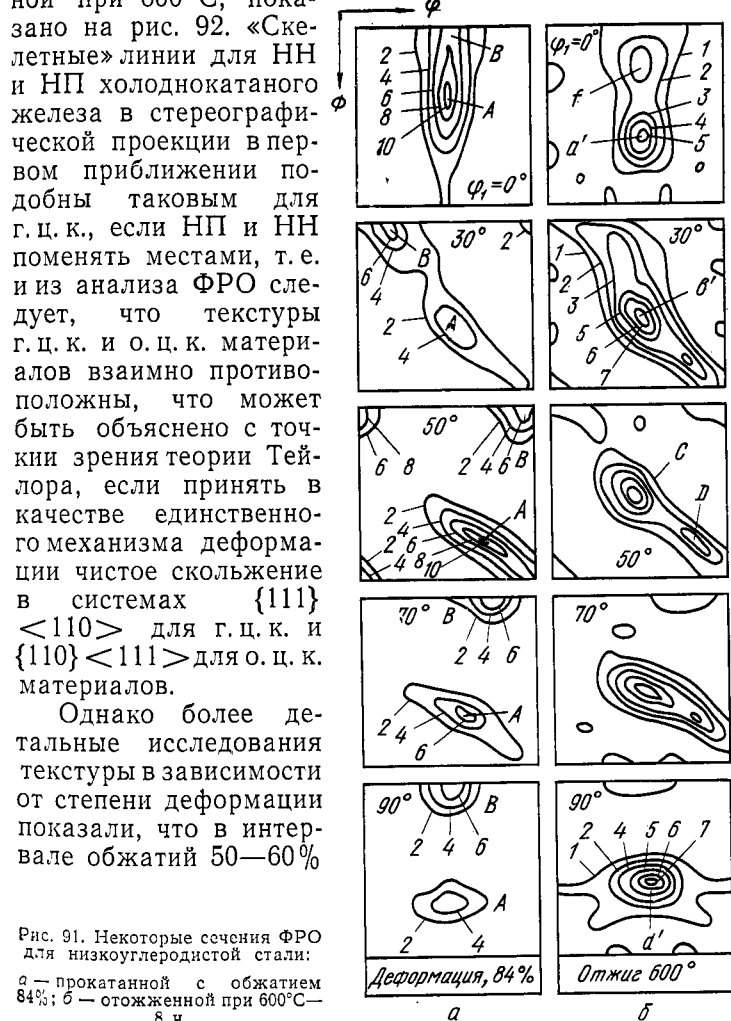


Рис. 91. Некоторые сечения ФРО для низкоуглеродистой стали: а — прокатанной с обжатием 84%; б — отожженной при  $600^\circ\text{C}$ —8 ч

прекращается рост плотности ориентировки  $(\bar{1}\bar{1}1) [1\bar{2}1] + 5^\circ$  в то время как ориентировка  $(\bar{1}\bar{1}2) [1\bar{1}0]$  продолжает усиливаться, одновременно ускоренно усиливается ориентировка  $(010) [101]$ , что объясняется проявлением механического двойникования. Наиболее вероятной системой двойникования в о.ц.к. является  $\{112\} \langle 111 \rangle$ , обратная системе двойникования в г.ц.к. В результате двойникования в системе  $(121) [111]$  ориентировка  $(\bar{1}\bar{1}1) [1\bar{2}1] + 5^\circ$  переходит в  $(010) [101] + 10^\circ$ . Отсюда следует, что текстура прокатки железа формируется в результате  $\{112\} \langle 111 \rangle$  (при  $\epsilon \geq 50\%$ ), т. е. имеется анатат скольжения в системах  $\{110\} \langle 111 \rangle$  и двойнико-

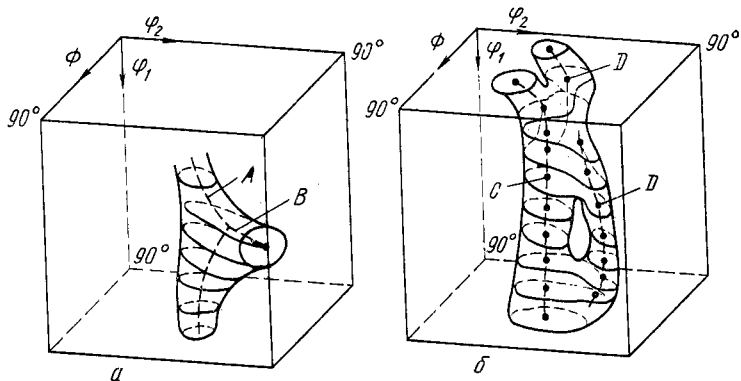


Рис. 92. Пространственное изображение ФРО для низкоуглеродистой стали: а — деформированной на 84%; б — отожженной при  $600^\circ\text{C} - 8 \text{ ч}$

логия механизмов текстурообразования с г.ц.к. материалами. Поэтому теоретически может ожидаться текстурный переход при изменении ЭДУ в о.ц.к., однако экспериментально его пока не наблюдали.

Таким образом анализ ФРО дает более полные сведения о текстурообразовании по сравнению с методом ППФ, в особенности при наличии непрерывного ряда ориентировок, и позволяет проследить за изменением интенсивности слабых двойниковых компонент.

Относительно интерпретации ФРО существует и другая точка зрения, согласно которой трубка ориентаций представляет собой суперпозицию отдельных ориентировок, имеющих гауссовское рассеяние. Теоретически

ФРО, рассчитанные исходя из суперпозиции трех распределений Гаусса на основе ориентировок:  $\{101\} \langle 121 \rangle$ ,  $\{231\} \langle 364 \rangle$  и  $\{112\} \langle 111 \rangle$ , совпадают с полученными из экспериментальных данных для холоднокатаной меди [124]. Практически установить невозможно, какая интерпретация ФРО является более правильной, так как любое непрерывное распределение математически может быть представлено состоящим из отдельных компонент с соответствующим рассеянием. Этот вопрос важен только для теории текстурообразования. Расчеты, основанные на теории Тейлора, указывают на существование непрерывного набора ориентировок [105]

## 8. НЕОДНОРОДНОСТЬ ТЕКСТУРЫ ПО СЕЧЕНИЮ ЛИСТА И ПРОВОЛОКИ

Характеристики текстуры (интенсивность, рассеяние, соотношение ориентировок) обычно изменяются по сечению проволоки или листа. Это в основном обусловлено соответствующей неоднородностью деформации из-за влияния на контактных поверхностях сил трения, действующих со стороны валков, стенок фильеры и т. д., благодаря чему скорость течения металла во внутренних слоях, как правило, больше, чем в наружных. В результате и текстура центральных слоев выражена более отчетливо, и рассеяние ее меньше, чем для наружных. Кроме того, наружные слои часто характеризуются новыми ориентировками, вообще неприсущими текстуре деформации, наличие которых зависит от схемы, температуры и степени деформации. Образование их связано с тем, что из-за сил трения происходит неоднородный поворот осей системы напряжений или даже изменение вида напряженного состояния по сечению образца.

Неоднородность текстуры выражена обычно тем резче, чем меньше степень деформации и толще деформируемый образец. Однако в работе [45] было установлено, что даже для очень тонких (толщиной 50 мкм) лент сплава Fe—50% Ni с г.ц.к. решеткой текстура неоднородна по толщине, причем при переходе от внутренних к наружным слоям ориентировка  $\{110\} \langle 112 \rangle$  ослабевает, а рассеяние увеличивается.

Повышение температуры деформации приводит, как правило, к уменьшению неоднородности текстуры по се-

чению для образцов малой толщины и, наоборот, к ее увеличению для большой. Если же за счет резкого перепада температуры в наружных слоях образуется текстура рекристаллизации, в то время как во внутренних еще сохраняется текстура деформации, то неоднородность текстуры выражена еще более отчетливо.

В материалах с низкосимметричной г. п. решеткой неоднородность текстуры по сечению проволоки проявляется в гораздо большей степени, чем с кубической. Для неревверсивного волочения при переходе от средних к наружным слоям наблюдается значительное (до 15—20°) отклонение гексагональной оси [0001] от направления, перпендикулярного оси проволоки, в сторону действия сил трения. При этом простая аксиальная текстура  $\langle 10.0 \rangle$  переходит в текстуру конусного волокна в поверхностных слоях.

Для наружных слоев проволоки с кубической решеткой также характерно отклонение оси текстуры от оси проволоки в сторону действия силы трения. У материалов г. ц. к. решеткой оно составляет не более 5—10° и выражено более отчетливо для ориентировки  $\langle 111 \rangle$  по сравнению с  $\langle 100 \rangle$ . Для материалов с о. ц. к. решеткой отклонение оси текстуры практически не имеет места, и для них при переходе к наружным слоям отмечается только уменьшение интенсивности и увеличение рассеяния текстуры.

При относительно большом коэффициенте трения (более 0,2), соизмеримом с критической величиной сдвига, поверхностные слои прокатанного металла уже не скользят вдоль валков, а как бы «прилипают» к ним. В результате в этих слоях может возникнуть «текстура» сдвига; плоскости  $\{hkl\}$  теоретически стремятся совпасть с действующей плоскостью скольжения, а направления  $\langle uvw \rangle$  — с действующими направлениями скольжения.

Благодаря силам трения в поверхностных слоях возникает тенденция к повороту уже сориентированных кристаллитов вокруг оси ПН в сторону, противоположную НП, на угол, тем больший, чем выше коэффициент трения и чем дальше поверхностный слой от центрального. Если угол поворота вокруг оси НП достигнет 30—35°, то с помощью стандартных проекций можно теоретически показать, что в наружных слоях возникнет новая текстура, не присущая текстуре центральных слоев

(табл. 7). Соответствующие компоненты в поверхностных слоях прокатанного листа, совпадающие с рассчитанными, были экспериментально установлены в г. ц. к. металлах и сплавах [Ni, Ni—Co (20, 40% CO) Fe—50% Ni сталь 12X18H10T] и для материалов с о. ц. к. решеткой (молибдена, малоуглеродистой стали и др.) [1, 7, 45, 138, 140, 218—219].

Таблица 7

Рассчитанные компоненты текстуры прокатки наружных слоев, возникающей в результате действия сил трения

Решетка	Слой листи	Типы текстуры	
г. ц. к.	Центральные Наружные	$\{112\} \langle 111 \rangle$ $\{100\} \langle 110 \rangle$	$\{135\} \langle 112 \rangle$ $\{111\} \langle 110 \rangle$
о. ц. к.	Центральные Наружные	$\{100\} \langle 110 \rangle$ $\{112\} \langle 111 \rangle$	$\{112\} \langle 110 \rangle$ $\{110\} \langle 112 \rangle$

Продолжение

Решетка	Слой листа	Типы текстуры	
г. ц. к.	Центральные Наружные	$\{110\} \langle 112 \rangle$ $\{123\} \langle 110 \rangle$	$\{110\} \langle 100 \rangle$ $\{111\} \langle 112 \rangle$
о. ц. к.	Центральные Наружные	$\{111\} \langle 110 \rangle$ $\{135\} \langle 112 \rangle$	$\{111\} \langle 112 \rangle$ $\{110\} \langle 100 \rangle$ или $\{112\} \langle 111 \rangle$

Для г. п. металлов  $c/a > 1,633$  плоскости  $\{0001\}$  повернутые для центральных слоев на 25—30° вокруг оси ПН (табл. 9 Приложения), для приповерхностных слоев благодаря влиянию сил трения оказываются установленными приблизительно параллельно плоскости прокатки. Это было подтверждено при изучении текстуры прокатанного цинка. Следует также учесть, что причиной отличия в текстуре центральных и наружных слоев мате-

риала, деформированного при повышенной температуре, может быть химическая неоднородность по его объему, возникающая при нагреве в печи с недостаточно высоким вакуумом. В результате образующаяся при последующем отжиге текстура рекристаллизации центральных и наружных слоев также будет различной.

Неоднородность текстуры по сечению играет большую роль в тонких листах, поскольку доля поверхностных слоев возрастает с уменьшением толщины.

### 9. ТЕКСТУРА, ФОРМИРУЮЩАЯСЯ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ВИДАХ ОБРАБОТКИ

*Текстура, полученная в условиях сверхпластичности.* При обычном статическом нагружении образцы разрушаются с образованием шейки при относительном удлинении не более 50%. В результате так называемой «сверхпластической» деформации для материалов, испытывающих фазовое превращение в процессе деформации, возможно аномально резкое увеличение пластичности, до 1000% и больше при сохранении удовлетворительной прочности и практически без образования шейки. Для однофазных материалов относительное удлинение при этом намного ниже — порядка 100—300%.

Эффект «сверхпластичности» проявляется при определенных, оптимальных температурно-скоростных условиях деформации (в области  $T_{\text{деф}} = 0,4 \div 0,8 T_{\text{пл}}$  при  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \div 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  для материалов с исходной равноосной сверхмелкозернистой структурой  $D_3 = 0,5 \div 5 \text{ мкм.}$ ). При хорошо развитой субзеренной структуре с четкими субграницами оптимальный размер зерен может быть до 8—10 мкм.

Экспериментально установлено, что основным механизмом в условиях сверхпластичности является зернограничное скольжение, связанное со взаимным разворотом зерен на большие углы, а при больших деформациях — и с взаимным перемещением соседних зерен. Внутриверенное (дислокационное) скольжение при этом менее существенно. Так как образование кристаллографической текстуры в большей мере обусловлено внутриверенным скольжением, то деформация в условиях сверхпластичности не способствует созданию значительной текстуры в исходном бестекстурном материале. Если же исходный материал текстурирован, то деформация приво-

дит к уменьшению интенсивности и увеличению рассеяния текстуры [220—223]. Это установлено, например, при растяжении для обеих фаз в двухфазных сплавах  $\text{Zn—22\% Al}$  и  $\text{Cu—41\% Zn}$  [222] и для прокатанной однофазной стали 12X18H10T.

Если материал имеет исходную текстуру, а температура деформации относительно высока, то может наблюдаться появление новой ориентировки. Такая ориентировка  $\{113\} \langle 112 \rangle$ , соответствующая текстуре рекристаллизации, отмечалась для  $\alpha$ -фазы сплава  $\text{Cu—41\% Zn}$  после деформации растяжением на 80% при 600°С в режиме сверхпластичности (в исходном прокатанном состоянии  $\alpha$ -фаза с г. ц. к. решеткой характеризуется основной текстурой  $\{110\} \langle 112 \rangle$ , а  $\beta$ -фаза с о. ц. к.  $\{100\} \langle 110 \rangle$ ). При дальнейшем удлинении образца до 300—400% при той же температуре ориентировка  $\{113\}, \langle 112 \rangle$ , так же как и исходная, ослабевает [222]. То, что новая ориентировка, получающаяся при деформации в условиях сверхпластичности, связана с текстурой рекристаллизации (с текстурой роста), а не с внутриверенным скольжением, было подтверждено, например, в работе [223] на исходном текстурованном сплаве  $\text{Zn—22\% Al}$ , деформированном при 250°С.

*Текстура, возникающая при различных видах деформации.* Изменение схемы напряженного состояния при деформации влечет за собой изменение типа текстуры, как это следует из теоретического рассмотрения симметрии текстуры (гл. I, раздел 7).

При перекрестной прокатке, заключающейся в том, что лист последовательно прокатывают в двух взаимно перпендикулярных направлениях, образуется текстура, представляющая собой наложение двух текстур обычной прокатки, повернутых друг относительно друга на 90°, т. е. возникает симметрия в расположении кристаллов с осью 4-го порядка, перпендикулярной листу (рис. 93). Поэтому такую схему деформации используют, например, для получения специальной упругой или магнитной анизотропии, соответствующей текстуре, при которой вдоль НН направлена ось  $\langle 001 \rangle$  (например, кубической текстуре). Однако, несмотря на указанные преимущества, этот метод не имеет широкого применения в производстве, так как не позволяет получить материал в рулонах.

Текстура холоднокатаных труб зависит от соотно-

шения изменения толщины стенок к изменению диаметра трубы [1]. Если при деформации в основном утоняются стенки, а диаметр меняется мало и равномерно, то образуется цилиндрическая текстура, обозначаемая так же, как и текстура прокатки. Это правомерно, поскольку при цилиндрической текстуре наряду с осью текстуры, параллельной образующей трубы, имеются преимущественно расположенные кристаллографические плоскости, па-

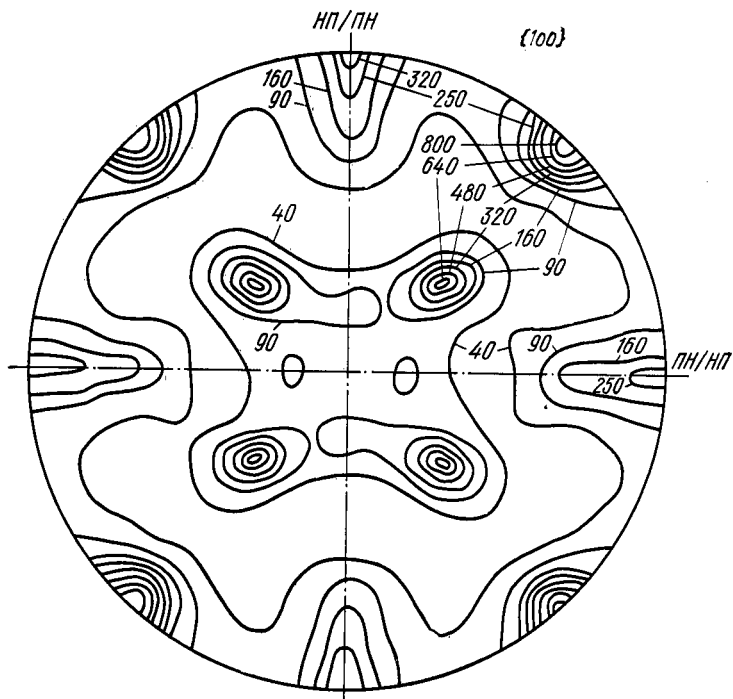


Рис. 93. Полюсная фигура  $\{100\}$  меди после перекрестной прокатки (степень деформации 96%) [1]

раллельные этой образующей. Поэтому разрезанная вдоль образующей и развернутая труба сходна с листом. Если же толщина стенки и диаметр трубы уменьшаются в равной мере, то возникает текстура, близкая к аксиальной, для которой ось волокна параллельна образующей трубы. В обоих случаях текстура является характерной для анализируемого материала трубы. Так, например, для холоднотянутых тонкостенных труб из стали

12X18H10T рентгенографически установлена<sup>1</sup> текстура прокатки  $\{135\} \langle 112 \rangle + \{110\} \langle 100 \rangle + \{110\} \langle 112 \rangle$  и текстура растяжения  $\langle 111 \rangle$ . В общем случае текстура прокатки получается при отношении изменения толщины стенки к диаметру трубы больше 2,5, а аксиальная — меньше двух.

Наряду с прокаткой и волочением нашли применение такие процессы деформации, как экструдирование и плющение проволоки. О текстуре, развивающейся в процессе экструдирования, известно очень мало. В средних слоях материала с г. ц. к. решеткой текстура совпадает с текстурой волочения  $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$ , тогда как в наружных слоях преобладают ориентировки конического типа. На интенсивность и количественное соотношение ориентировок в центральных слоях наряду со степенью деформации в значительной степени влияют специфические параметры экструзии: «угол захвата» (угол конической части фильеры) и скорость экструзии.

Текстура ленты, полученной плющением проволоки, зависит от соотношения степени деформации при волочении и последующем плющении, однако в большей мере наследуется исходная текстура проволоки. Так, основной компонентой текстуры плющенной ленты толщиной 10 мкм из сплава Fe—50% Ni является ориентировка  $\{112\} \langle 111 \rangle$  независимо от диаметра исходной проволоки (0,5—0,05 мм) [239], тогда как для текстуры холоднокатаной ленты той же толщины — ориентировка  $\{110\} \langle 112 \rangle$ .

**Текстура кристаллизации.** В слитке обычно имеется значительная по размеру зона столбчатых кристаллов, продольные оси которых перпендикулярны стенкам изложницы. Рост столбчатых кристаллов обусловлен направленным отводом тепла к стенкам. Иногда зона столбчатых кристаллов занимает практически весь объем слитка (транскристаллизация), что имеет место, например, при непрерывной разливке с охлаждаемым кристаллизатором.

Направленный рост кристаллов приводит к появлению как механической, так и кристаллографической текстуры аксиального типа. Вдоль оси столбчатых кристал-

<sup>1</sup> Истомина Э. С. Влияние структуры и текстуры на механические свойства аустенитной стали при линейном и плоском напряженном состоянии. Автореф. канд. дис. Киев, 1974.

лов располагается направление наиболее быстрого роста. Для металлов с кубической решеткой — это  $\langle 100 \rangle$ , а с г. п.  $\langle 210 \rangle$  для Mg и  $\langle 00.1 \rangle$  — для Cd и Zn. Наличие аксиальных текстур с указанными ориентировками (табл. 7 Приложения) было подтверждено рентгенографически [1,7 26].

При «направленной кристаллизации» создают условия отвода тепла в направлении оси слитка, что позволяет получить слиток с аксиальной текстурой, например для материалов с кубической решеткой  $\langle 100 \rangle$ . Наличие текстуры в литой заготовке (если ее не разрушают ковкой) оказывает влияние на формирование текстуры прокатки. На использовании текстуры кристаллизации основан один из методов получения кубической текстуры в листах трансформаторной стали [188].

*Текстура осажденных слоев.* Слои металла, полученные в результате электролитического осаждения на катоде или на подложке, внесенной в атмосферу паров металла в вакууме, обычно характеризуются аксиальной текстурой. Ось текстуры, если слои осаждаются на аморфном материале, как правило, параллельны направлению тока либо потоку частиц соответственно способу осаждения. Текстура осажденных слоев влияет на термоэлектрические, магнитные и другие физические свойства и на технологические характеристики.

Экспериментальные данные о текстуре осажденных слоев весьма разноречивы, что связано с большим числом факторов, влияющих на ее получение. Например, для электроосаждения это: материал и качество поверхности катода, его положение во время осаждения, толщина осажденного слоя, плотность тока, температура и концентрация электролита, значение pH [1,7, 25].

Общие закономерности образования текстурованных слоев на аморфной подложке состоят в том, что на самых ранних стадиях электроосаждения плоскости  $\{hkl\}$ , наиболее плотно упакованные атомами, располагаются параллельно плоскости катода. Характерны [1,25] следующие аксиальные текстуры:  $\langle 110 \rangle$  для металлов с г. ц. к.,  $\langle 111 \rangle$  — с о. ц. к. и  $\langle 00.1 \rangle$  — с г. п. решеткой (табл. 7 Приложения). При вакуумном осаждении паров на аморфной подложке возникают текстуры:  $\langle 111 \rangle$  (реже  $\langle 110 \rangle$ ) для металлов с г. ц. к.,  $\langle 00.1 \rangle$  с г. п. и очень слабая текстура — для металлов с о. ц. к. решеткой. На более поздних стадиях осаждения тексту-

ра может измениться. Если осаждение в электролите или в атмосфере паров металлов производится на текстурованный катод или подложку, то текстура осажденного слоя, кроме указанных выше факторов, зависит от текстуры подложки.

*Текстура порошковых материалов.* При свободной засыпке в прессформу порошка, представляющего собой смесь неравноосных частиц, может образоваться так называемая «текстура укладки» [73]. Это обусловлено тем, что частицы некоторых материалов после дробления частично ограничены плоскостями скола и при падении в прессформу укладываются друг к другу преимущественно этими плоскостями. В результате создается текстура, близкая к аксиальной, ось которой перпендикулярна соответствующим плоскостям скола и параллельна оси прессформы. Такая текстура проявляется тем сильнее, чем больше неравноосность частиц, что свойственно крупнозернистым и хрупким материалам, дробление которых связано с хрупким разрушением. В работе [73] было установлено, что для материалов с кубической решеткой (теллуридов свинца и олова) осями текстуры «укладки» являются  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 110 \rangle$ , а для графита с гексагональной решеткой  $\langle 00.1 \rangle$ .

Холодное прессование с небольшими степенями обжатия порошка, свободно засыпанного в прессформу, способствует лучшей укладке частиц, что приводит к усилению текстуры, особенно на поверхности, примыкающей к пуансону. При горячем прессовании исходная текстура, как правило, ослабляется или же заменяется новой, специфической текстурой рекристаллизации.

## 10. ВЛИЯНИЕ ТЕКСТУРЫ НА СВОЙСТВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

*Анизотропия физических и механических свойств.* Анизотропия свойств пластически деформированных металлов и сплавов обусловлена тремя типами текстуры: «механической», «дислокационной» и кристаллографической.

«Механическая текстура»<sup>1</sup> связана с тем, что при значительной деформации зерна, нематаллические вклю-

<sup>1</sup> Термин «механическая текстура» часто используется в литературе, например в [1, 4, 7, 225].

чения, расслоения и другие элементы структуры принимают вытянутую форму (строчечность, волокнистость) вдоль основного направления течения металла. Анализ неравноосности зерен подтверждает, что при этом каждое зерно деформируется так же, как и весь образец в целом. Например, в результате прокатки зерна сплющиваются в направлении, перпендикулярном плоскости листа, и вытягиваются вдоль НП, а ширина их в плоскости прокатки меняется незначительно.

Механическая текстура приводит к анизотропии механических свойств в плоскости листа. При испытании на растяжение она проявляется в основном на конечном участке кривой напряжение — деформация. Механическую текстуру трудно рассчитать теоретически, поэтому при ее описании, как правило, ограничиваются экспериментальными данными.

«Дислокационная текстура» вызвана анизотропным распределением дислокаций, получающимся благодаря их ориентированному перераспределению в процессе деформации. Отмечено [24], что для прокатанных с большими степенями обжатия о. ц. к. металлов с большой ЭДУ (Mo, W) наблюдается не только вытянутость зерен, но и ячеек дислокационной структуры вдоль НП. Если же деформация при повышенной температуре сопровождается полигонизацией, то эти вытянутые ячейки дополнительно разбиваются на более мелкие области, также параллельные направлению НП. Кроме того, например, для сплава Fe—50% Ni с г. ц. к. решеткой [189] и для Fe—3% Si с о. ц. к. решеткой наблюдаются скопления дислокаций, вытянутые вдоль ПН.

Дислокационная текстура в основном влияет на анизотропию сопротивления малым пластическим деформациям (предела упругости, предела текучести) [160, 225—227], приводит к появлению ориентированных напряжений и к эффекту Баушингера.

Кристаллографическая текстура поликристаллического материала обусловлена анизотропным распределением ориентировок и зависит от типа кристаллической решетки и анизотропии данного свойства соответствующих кристаллов.

В нетекстурованном поликристаллическом материале, представляющем собой конгломерат большого числа статистически равновероятно расположенных кристаллитов, анизотропия свойств не проявляется. Текстурован-

ный материал с закономерным расположением кристаллитов характеризуется анизотропией свойств, которая тем значительнее, чем больше степень деформации, ниже симметрия решетки и больше коэффициент анизотропии данного свойства соответствующего монокристалла. Очевидно, что если в текстурованном поликристалле меняется кристаллографическая текстура, например в результате рекристаллизации, то это ведет к изменению анизотропии свойств<sup>1</sup>. Если же текстурованный материал характеризуется несколькими ориентировками, оказывающими противоположное действие на анизотропию данного свойства, то в итоге может проявиться статистическая квазиизотропность свойств для поликристалла.

Небольшие легирующие добавки и примеси незначительно меняют анизотропию механических и упругих свойств за счет кристаллографической текстуры для холоднодеформированного состояния. В значительно большей степени они влияют на текстуру горячедеформированного или отожженного состояния, если для него характерна текстура рекристаллизации, отличная от текстуры деформации.

Кристаллографическая текстура в отличие от механической оказывает влияние в основном на начальный участок кривой напряжение — деформация. Влияние механической и кристаллографической текстуры может быть разделено экспериментально, например, исходя из того, что при увеличении от 0 до 90° угла между направлением вырезки образца и осью волокна для аксиальной текстуры (или с направлением НП в плоскости листа для текстуры прокатки) прочностные свойства за счет механической текстуры должны монотонно возрастать, а пластические — снижаться. Кристаллографическая текстура, связанная с ориентационной зависимостью свойств, нарушает эту монотонность.

Относительное влияние механической текстуры тем больше, чем выше степень деформации и чем меньше анизотропия данного свойства для соответствующего монокристалла. Например, для прокатанного поликристаллического вольфрама, для которого кристаллографическая текстура практически отсутствует, анизотропия  $E$ , связана, очевидно, с механической текстурой [159].

<sup>1</sup> Связь анизотропии свойств с кристаллографической текстурой подробно рассмотрена в работах [1, 228].



Ниже приводятся экспериментальные данные по анизотропии различных механических и физических свойств для поликристаллических материалов с разным типом кристаллической решетки.

Анизотропия модуля упругости ( $E$ ) определяется в основном кристаллографической текстурой. Ее изучению посвящено большое число теоретических и экспериментальных исследований. Теоретический расчет анизотропии  $E$  в плоскости прокатанного листа для деформированной и рекристаллизованной меди, исходя из данных о кристаллографической текстуре, был сделан Веертом. Предполагалось, что анизотропия  $E$  зависит от количества материала с данной ориентировкой и что текстура деформации меди описывается в равных долях компонентами  $\{110\} \langle 112 \rangle$  и  $\{112\} \langle 111 \rangle$ , текстура рекристаллизации  $\{100\} \langle 100 \rangle$ . Полученная теоретически модулеграмма (рис. 94) оказалась хорошо совпадающей с экспериментальной. Аналогичное соответствие установлено и для прокатанного железа с текстурой  $\{100\} \langle 110 \rangle + \{112\} \langle 110 \rangle$ .

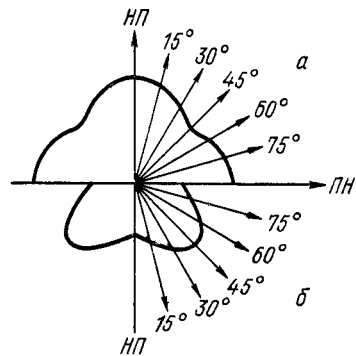


Рис. 94. Анизотропия модуля упругости в плоскости листа меди по данным Веерта:

а — прокатанное состояние; б — рекристаллизованное состояние

Характер анизотропии  $E$  (табл. 6 Приложения) для холоднокатаных с большими степенями обжатия металлов и сплавов определяется [229] коэффициентом анизотропии модуля упругости соответствующих кристаллов. Для всех материалов с г. ц. к. решеткой ( $E_{111} > E_{110} > E_{100}$ ) коэффициент  $A^*$  больше единицы, соответственно и анизотропия  $E$  в плоскости листа однотипна:  $E_{90} > E_{45} > E_0$ \*\*. Для гексагональных материалов не наблюдается однотипная зависимость  $E$  от направления

в листе в силу различия значений  $A$  и многообразия текстуры, обусловленного разным участием механизмов базисного, призматического скольжения и двойникования в процессе деформации. Для металлов и сплавов о. ц. к. решеткой установлен разный характер анизотропии  $E$ , обусловленный различием в анизотропии  $E$  для монокристаллов: для молибдена и ниобия  $E_{100} > E_{110} > E_{111}$   $A < 1$ , в то время, как для железа и его сплавов  $E_{111} > E_{110} > E_{100}$  и  $A > 1$ . В результате и анизотропия  $E$  для прокатанного листа в первом случае будет  $E_{45} > E_0 > E_{90}$ , а во втором  $E_{45} < E_0 < E_{90}$ . Степень анизотропии  $E$  для поликристаллов приблизительно соответствует величине  $A$ . Так, для меди и ее сплавов анизотропия  $E$  гораздо выше, чем для никеля, а в ниобии больше, чем в Мо. Для алюминия и особенно вольфрама коэффициент анизотропии  $A$  близок к единице.

Анизотропия предела упругости<sup>1</sup>  $\sigma_{упр}^0$  (сопротивления малым пластическим деформациям) не связана однозначно с кристаллографической, а обусловлена в основном дислокационной текстурой [160, 226, 227 и др.]. Для прокатанных со степенями обжатия более 20% металлов и сплавов с разным типом кристаллической решетки (г. ц. к., о. ц. к., г. п.) и разной ЭДУ наблюдается однотипная анизотропия предела упругости  $\sigma_{90} > \sigma_{45} > \sigma_0$  в плоскости листа, в то время как кристаллографическая текстура для них различна. Связь анизотропии  $\sigma_{упр}$  в основном с «дислокационной текстурой» подтверждается также тем, что дополнительная, небольшая (на 8%) поперечная прокатка алюминиевой бронзы, не влияя практически на кристаллографическую и «механическую текстуру», изменяет в то же время характер анизотропии  $\sigma_{упр}$  на противоположный по отношению к первоначальному.

Степень анизотропии  $\sigma_{упр}$  в деформированном состоянии тем выше, чем меньше склонность дислокаций к поперечному скольжению (ниже температура деформации, меньше ЭДУ) [160]. В результате для материалов с г. ц. к. решеткой анизотропия  $\sigma_{упр}$  при прочих сопоставимых параметрах (степени деформации и гомологической температуры прокатки) выражена в большей мере, чем

\* Для изотропного кристалла  $A=1$ . Чем выше степень анизотропии, тем больше отличие коэффициента  $A$  от единицы.

\*\* Углы 0, 45 и 90° измеряются между НП и направлением вырезки образцов, в котором определяется данная характеристика материала.

<sup>1</sup> Значение  $\sigma_{упр}$  на плоских образцах определялось путем продольного изгиба по методу Рахштада и Штремеля, как величина, пропорциональная модулю упругости.

с о. ц. к.\* и г. п. решетками. Поэтому и легирование твердого раствора с г. ц. к. решеткой, снижающее ЭДУ, способствует увеличению анизотропии  $\sigma_{\text{упр}}$  (табл. 6 Приложения).

Анизотропия прочностных свойств определяется в основном механической, а в некоторых случаях и дислокационной структурой. Для большинства прокатанных материалов с разным типом кристаллической решетки  $\sigma_{\text{T}}$  и  $\sigma_{\text{в}}$  имеют максимальные значения под углом  $90^\circ$  к НП в плоскости листа  $\sigma_{90} > \sigma_{45} > \sigma_0$  [17, 225]. При аксиаль-

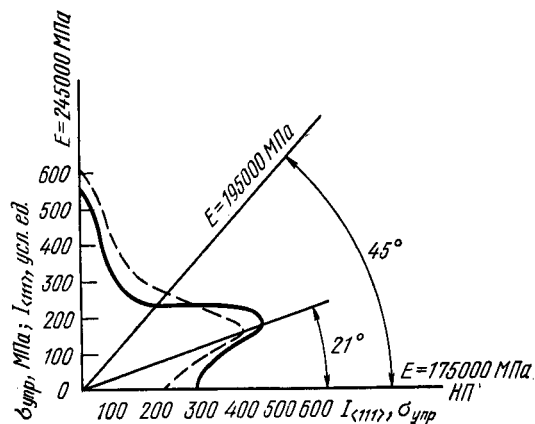


Рис. 95. Распределение направлений  $\{111\}$  (сплошные линии) и зависимость  $\sigma_{\text{упр}}$  от направления (пунктирные линии) в листе высоколегированного сплава на основе Fe—40% Co ( $\epsilon=90\%$ , толщина 0,05 мм). Указаны значения модуля упругости в трех направлениях

ной текстуре для материалов с г. ц. к. решеткой  $\sigma_{\text{T}}$  и  $\sigma_{\text{в}}$  максимальны в поперечном направлении к оси волокна, а с о. ц. к. — минимальны. Для материалов с г. ц. к. решеткой анизотропия  $\sigma_{\text{T}}$  выше после деформации сжатием, чем растяжением, однако для магниевых сплавов (г. п. решетка) зависимость обратная.

На рис. 95 показано распределение в плоскости листа направлений  $\langle 111 \rangle$ , для которых модуль упругости

\* Большая степень анизотропии  $\sigma_{\text{упр}}$  в вольфраме по сравнению с молибденом, несмотря на приблизительно одинаковые для них значения ЭДУ, может быть связана с сильной волокнистостью, т. е. с механической текстурой вольфрама [158, 159].

монокристалла максимален, и значений  $E$  и  $\sigma_{\text{упр}}$  для сложнолегированного, прокатанного на 90% сплава Fe—40% Co. Имеется хорошее соответствие распределения направлений  $\langle 111 \rangle$  и значений упругих свойств. При возрастании степени деформации от 90 до 94% эта связь нарушается. При этом наблюдается резкое усиление текстуры; интенсивность  $\langle 111 \rangle$  под углом  $20^\circ$  к НП выше, чем под  $90^\circ$  к НП, однако более высокое значение модуля упругости получено для образца, вырезанного под углом  $90^\circ$  к НП. Очевидно, на величину модуля упругости оказывает влияние дополнительный фактор, которым может быть ориентированное распределение дислокаций, описанное выше.

Для прокатанных листов молибдена, вольфрама и хрома с о. ц. к. решеткой характерно развитие так назы-

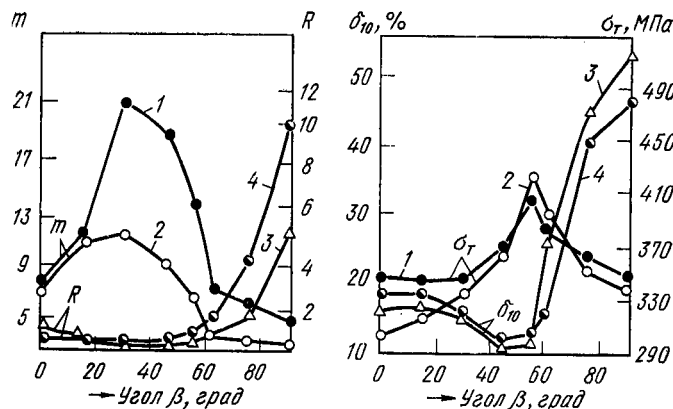


Рис. 96. Анизотропия механических свойств в листе трансформаторной стали с ребровой текстурой [224] при толщине листа 0,5 мм (1,3) и 1,0 мм (2,4):  $m$  — число перегибов;  $R$  — коэффициент нормальной пластической анизотропии

ваемой «45 град. хрупкости», соответствующей максимальному значению температуры хладноломкости для образцов, вырезанных под углом  $45^\circ$  к НП в плоскости листа. Предполагалось [224], что это связано в основном с кристаллографической текстурой  $\{100\} \langle 110 \rangle$ , характерной для этих металлов, при которой под углом  $45^\circ$  к НП устанавливаются плоскости скола  $\{100\}$ .

Листовая трансформаторная сталь с ребровой текстурой характеризуется высокой анизотропией механических свойств в плоскости листа (рис. 96). При изменении

угла отклонения от НП до  $55^\circ$  наблюдается увеличение прочностных и снижение пластических свойств. В интервале от  $55^\circ$  до  $90^\circ$  резко возрастает пластичность, а прочность снижается. Для листов толщиной 0,5 мм, обладающих более острой текстурой по сравнению с листами толщиной 1,0 мм, анизотропия свойств выражена сильнее [230].

Анизотропия удельного электросопротивления  $\rho$  определяется в основном кристаллографической и дислокационной текстурой. Для г. п. кристаллов анизотропия  $\rho$  существенна и достигает для магния 20% ( $\rho_{\langle 10.0 \rangle} > \rho_{\langle 00.1 \rangle}$ ). Для кубических она практически отсутствует. Экспериментальные данные, однако, показывают, что для некоторых прокатанных материалов с г. ц. к. решеткой  $\rho$  анизотропно в плоскости листа [231, 232]. Для никеля  $\rho_{90} > \rho_0$ , причем степень анизотропии, достигает 4%. Для алюминиевой бронзы  $\rho_{90} < \rho_0$ , степень анизотропии  $\rho$  тем выше, чем меньше температура деформации (для температуры деформации—196, 20 и  $300^\circ\text{C}$  она составляла соответственно 4,2 и 0%). В работе [232] было сделано предположение, что указанная анизотропия обусловлена дислокационной текстурой, приводящей к анизотропному распределению электронов на полных и расщепленных дислокациях в плоскостях скольжения.

Влияние текстуры  $\{100\} \langle 001 \rangle$  на магнитные свойства г. ц. к. материалов отчетливо видно на примере сплава 50НП (Fe—50% Ni), для которого  $\langle 001 \rangle$  является направлением легкого намагничивания. Чем выше интенсивность кубической текстуры, тем выше прямоугольность петли гистерезиса и магнитная проницаемость и тем ниже коэрцитивная сила.

Считали, что для свойств классического пермаллоя 79НМ кристаллографическая текстура не играет никакой роли, поскольку константа магнитной кристаллической анизотропии при этом составе близка к нулю. Однако  $K_1 = 0$  получается только при определенной скорости охлаждения; на практике же часто имеет место отклонение от оптимальных скорости охлаждения и состава. В этих условиях и в особенности при намеренном отходе от составов, для которых в системе Fe—Ni—Mo  $K_1 = 0$  (указанных в [233]), кристаллографическая тек-

стура может играть определенную роль. Показано, что текстура рекристаллизации сплавов типа 79НМ наряду с кубической содержит ориентировки, близкие к ориентировкам текстуры деформации, для которых вблизи НП располагаются направления  $\langle 111 \rangle$ . В том случае, если  $K_1 > 0$ , полезна кубическая текстура. Например, по данным [234], для сплава с 81,3 % Ni и 6% Mo при оптимальной скорости охлаждения и наличии кубической текстуры магнитная проницаемость сердечника  $\mu_m = 1,5 \text{ Тл} \cdot \text{м/А}$  против 0,88 Тл·м/А в отсутствие текстуры. Если же  $K_1 < 0$ , то благоприятно усиление ориентировок с  $\langle 111 \rangle$  в НП и ослабление КТ.

Для трансформаторной стали уровень магнитных свойств непосредственно определяется совершенством ребровой (или кубической) текстуры, при которой расположение направления легкого намагничивания  $\langle 001 \rangle$  в НП создает условия для формирования благоприятной магнитной текстуры. Увеличение отклонения плоскостей  $\{110\}$  или  $\{100\}$  от плоскости прокатки и направлений  $\langle 001 \rangle$  от НП приводит к снижению величины магнитной индукции и увеличению магнитных потерь. Однако уменьшение угла рассеяния текстуры ниже критической величины ( $3\text{--}4^\circ$ ) вызывает чрезмерное укрупнение магнитных доменов и некоторое возрастание потерь [235, 236].

Листовая трансформаторная сталь с ребровой текстурой отличается высокой анизотропией магнитных свойств в плоскости листа, поскольку в НП располагается направление легкого намагничивания  $\langle 001 \rangle$ , а под углом  $\sim 55^\circ$  к нему — направление  $\langle 111 \rangle$ , в котором намагничивание затруднено и соответственно индукция минимальна, а потери максимальны. Для стали с кубической текстурой анизотропия магнитных свойств в плоскости листа выражена значительно слабее, так как и в НП и в ПН лежит направление  $\langle 001 \rangle$ , а направление  $\langle 111 \rangle$  не лежит в плоскости прокатки.

Как было показано выше, механические и физические свойства деформированных и отожженных листовых материалов во многом определяются кристаллографической текстурой. В связи с этим введено [237 и др.] понятие «текстурного упрочнения» как упрочнения путем создания определенной кристаллографической текстуры, благодаря которой материал не может в дальнейшем легко деформироваться в определенном направлении.

<sup>1</sup> Степень анизотропии  $\rho$  оценивалась как отношение  $(\rho_{\text{max}} - \rho_{\text{min}}) / \rho_{\text{max}}$ .

Если направлением затрудненной деформации является нормаль к плоскости листа, то «текстурное упрочнение» используется, в частности, для материала, который служит для изготовления сосудов высокого давления. Способность материала к глубокой вытяжке и штамповке также определяется анизотропией механических свойств не только в плоскости листа, но и в объеме, включая направление нормали к плоскости прокатки. Пластические свойства листового материала, связанные с сопротивлением к утонению, могут характеризоваться показателем нормальной пластической анизотропии  $R$  (штампруемости) [136, 237, 238 и др.]:

$$R = d\epsilon_2/d\epsilon_3, \quad (110)$$

где  $d\epsilon_2$  и  $d\epsilon_3$  — относительная деформация соответственно по ширине и толщине листа.

Значение  $R$ , мало зависящее от величины деформации, является чувствительной характеристикой анизотропии свойств и может быть определено для плоского образца при испытании на растяжение. Для прокатанного листа, среднее значение  $R_{cp}$  находят по формуле

$$R_{cp} = (R_0 + R_{90} + 2R_{45})/4. \quad (111)$$

Для полностью изотропного материала  $R=1$ , для текстурованного  $R \neq 1$ . «Текстурное упрочнение» характеризуется значением  $R$ , большим единицы. Чем больше величина  $R$ , тем выше способность листа к вытяжке.

Наиболее сильно «текстурное упрочнение» и связанная с ним анизотропия свойств проявляется для металлов и сплавов с г. п. решеткой, характеризующихся небольшим числом систем скольжения. Для этих материалов утонение очень мало и значение  $R$  достигает четырех и более единиц. Для материалов с кубической решеткой, характеризующихся большим числом систем скольжения, различным образом ориентированных относительно оси растяжения, величина  $R$  не превосходит двух-трех единиц, причем она несколько больше для материалов с о. ц. к. решеткой по сравнению с г. ц. к. Так, например, для мягкой стали с о. ц. к. решеткой  $R=2$ , а для стали 12X18H10T с г. ц. к. решеткой  $R=1,2$  [237].

Значение  $R$  зависит также от конкретной текстуры. Для прокатанного материала с кубической решеткой максимальное значение  $R$  и наилучшая штампуемость соответствуют текстуре  $\{111\} \langle uvw \rangle$ , среднее  $\{112\}$ .

$\langle 110 \rangle$ , а минимальное  $\{100\} \langle uvw \rangle$ . Для г. п. решетки (Ti, Zr) максимальное  $R$  отвечает текстуре  $\{0001\} \langle uv.w \rangle$ , для малоуглеродистой стали типа 08кп с о. ц. к. решеткой, используемой для автолиста, оно соответствует текстуре  $\{111\} \langle 110 \rangle + \{111\} \langle 112 \rangle$ . Таким образом, если имеется возможность подобрать предварительный режим деформации и термообработки, приводящий к определенной текстуре, то это может в ряде случаев обеспечить более высокие технологические свойства материала при последующей пластической деформации.

В современной технике в качестве конструкционных материалов широко применяются сплавы титана, отличающиеся относительной легкостью при высокой прочности и коррозионной стойкости. Текстурное упрочнение изделий и анизотропия механических свойств промышленных сплавов титана определяются интенсивностью и типом текстуры г. п.  $\alpha$ -фазы. Величина текстурного упрочнения при двухосном растяжении пропорциональна доле базисной текстуры (0001) [10.0] в плоскости главных напряжений. Повышенное сопротивление ударному разрушению обеспечивается при развитии в плоскости листа призматической ориентировки ( $hki0$ )\*.

При холодной прокатке низколегированных  $\alpha$ -сплавов титана формируется отклоненная базисная текстура: (0001)  $\pm \phi$  НН—ПН [10.0] + рассеянная (0001) [10.0]. С увеличением деформации усиливается первая из них, что связано со склонностью к механическому двойникованию. С увеличением содержания легирующих элементов (Al, Sn) появляется ориентировка (0001)  $\pm \phi$  НН—НП [10.0] и усиливается базисная вследствие повышения роли базисного скольжения и подавления процесса двойникования. Для усиления базисной текстуры г. п.  $\alpha$ -сплавов титана предлагается ограничивать степень обжатия при температурах существования  $\beta$ -фазы и усиливать ее в области  $\alpha$ -фазы [145, 240]. Развитие призматической текстуры сжатия г. п.  $\alpha$ -фазы связано с ориентированным фазовым превращением  $\beta \rightarrow \alpha$  при охлаждении под нагрузкой.

*Влияние исходной ориентировки на свойства прокатанных материалов.* Деформационное упрочнение про-

\* Бецофен С. Я. Исследование анизотропии механических свойств и текстурного упрочнения промышленных сплавов. Автореф. канд. дис. М., 1977.

катанных металлов с о. ц. к. решеткой зависит от их исходной текстуры. Исследования листов молибдена, прокатанных из монокристаллов с различной ориентировкой (или из предварительно рекристаллизованного поликристаллического материала с однокомпонентной текстурой), показали различные физические и механические свойства. Было установлено [224, 241 и др.], что монокристаллы молибдена с исходной ориентировкой  $\{111\} \langle 112 \rangle$ , прокатанные на 60—70%, характеризуются большим физическим упрочнением, накопленной энергией и упрочнением, но разрушаются значительно быстрее, чем с ориентировкой  $\{100\} \langle 110 \rangle$ . Соответственно при последующем отжиге процесс возврата идет быстрее и температура начала первичной рекристаллизации в листах с текстурой  $\{111\} \langle 112 \rangle$  и  $\{112\} \langle 110 \rangle$  ниже, чем с ориентировкой  $\{100\} \langle 110 \rangle$ , т. е. кристаллы  $\{100\} \langle 110 \rangle$ , несмотря на большую степень деформации, упрочняются незначительно и являются термически более устойчивыми, чем с ориентировкой  $\{111\} \langle 112 \rangle$ . Возможно, поэтому, как было показано выше, листы с исходной ориентировкой  $\{100\} \langle 110 \rangle$  являются неблагоприятными для глубокой вытяжки.

Полученные результаты, по мнению авторов, могут быть связаны с тем, что при прокатке кристаллов  $\{111\} \langle 112 \rangle$  деформация развивается «турбулентно», что вызывает образование дислокационной ячеистой структуры. Такая структура способствует неоднородности деформации, образованию при последующем отжиге высокоугловых границ и развитию процесса рекристаллизации. Для кристаллов  $\{100\} \langle 110 \rangle$  деформация при прокатке развивается «ламинарно». При последующем отжиге облегчено перераспределение дислокаций, приводящее к образованию устойчивых малоугловых границ и созданию полигональной структуры, задерживающей последующую рекристаллизацию [152, 218, 242].

Эта зависимость структуры от исходной ориентировки может быть причиной резкой структурной неоднородности по сечению горячекатаных и отожженных листов технического молибдена, приводящей к их низким механическим характеристикам [218]. Экспериментально было показано, что в тонких поверхностных слоях прокатанных листов сплавов молибдена ЦМ-2А и ЦМ-6 преобладает компонент  $\{100\} \langle 110 \rangle$ , а в центральных  $\{111\} \langle 112 \rangle$  и  $\{111\} \langle 110 \rangle$ . В результате при пос-

тедеформационном отжиге в наружных слоях образуется зона затрудненной рекристаллизации за счет прошедшей в них полигонизации. В то же время центральные слои характеризуются сильно развитой рекристаллизованной структурой [218]. Кроме того, для прокатанных молибденовых сплавов была установлена корреляция между полюсной плотностью зерен с ориентировкой  $\{111\} \langle uvw \rangle$  и содержанием углерода по толщине листа<sup>1</sup>. Это объяснялось более высокой растворимостью углерода в зернах с указанной ориентировкой, характеризующихся повышенной энергией деформационных искажений, по сравнению с иначе ориентированными.

В кристаллах Fe—3% Si с исходной ориентировкой  $\{110\} \langle 001 \rangle$  и  $\{110\} \langle 110 \rangle$ , несмотря на сходную текстуру деформации, формируется различная текстура первичной рекристаллизации:  $\{110\} \langle 001 \rangle$  и  $\{111\} \langle 112 \rangle$  соответственно. Это объясняется различием дислокационной структуры и искажений решетки [243].

## 11. ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ АНАЛИЗА ТЕКСТУРЫ В МЕТАЛЛОФИЗИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

*Определение энергии дефектов упаковки в материалах с г. ц. к. решеткой.* Метод определения ЭДУ из текстурных характеристик для материалов с г. ц. к. решеткой был предложен в работе [136] и заключается в анализе положения текстурных максимумов на ППФ с помощью заранее построенного калибровочного графика. Это график представляет собой зависимость величины ЭДУ от положения текстурного максимума на ППФ, причем в качестве реперных точек используются данные по величине ЭДУ, полученные другими методами для данной серии образцов. Так, например, для холоднокатаной на 90% меди текстурный максимум на ППФ  $\{111\}$  находится на оси НП, а для сплава с 15% (ат.) Al — отклонения от НП на 30° (см. рис. 75). Очевидно, что построив ППФ  $\{111\}$  для какого-либо однофазного сплава Cu—Al и определив сдвиг текстурного максимума от НП, можно с помощью калибровочного графика приблизительно определить величину ЭДУ для него.

Метод определения ЭДУ из данных о текстуре достаточно прост, не слишком трудоемок и обладает статистической достоверностью, так как при анализе текстуры определяются усредненные данные по объему материала. Кроме того, он годится и для больших значений ЭДУ, что выгодно отличает его, например, от электронномикроскопического метода определения ЭДУ через радиус кривизны у стыков тройных дислокационных узлов, который годится только для материалов с ЭДУ, меньшей  $\sim 35 \cdot 10^{-3}$  дж/м<sup>2</sup>. Этот метод удобен также,

<sup>1</sup> Сенчикин А. П. Исследование структурной неоднородности и расслоения листов молибденовых сплавов. Автореф. канд. дис. М., 1977.

например, для систематического изучения влияния легирования на большом числе образцов. Недостатком рассматриваемого метода определения ЭДУ с помощью ППФ является, в частности, отсутствие учета влияния двойникования, что приводит к нарушению линейной зависимости положения текстурного максимума от ЭДУ. Особенно это существенно для сильнолегированных твердых растворов, для которых роль деформации двойникованием — велика.

*Определение характера ориентационного соотношения при аллотропическом превращении.* При аллотропическом превращении в твердом состоянии новая фаза образуется в кристаллической форме, причем исходные и новые кристаллы закономерно связаны друг с другом определенным ориентационным соотношением. Отсюда следует, что если матричная фаза текстурована, то следует ожидать определенной текстуры и для образующейся фазы. И, обратно, зная соотношение текстур для обеих фаз, часто оказывается возможным судить о характере ориентационного соотношения между ними.

Ориентационные соотношения фаз при аллотропическом превращении в основном определяются в результате сложного рентгеновского или электронномикроскопического структурного анализа монокристаллов. Поэтому решение этого вопроса для конкретного обработанного по определенному технологическому режиму поликристаллического материала путем относительно простого рентгенографического анализа текстуры представляет значительный интерес<sup>1</sup>. Существенное ускорение расчетов, а главным образом уточнение результатов, может быть получено с помощью анализа ФРО [217].

При мартенситном превращении сплавов на основе железа установлены следующие основные ориентационные соотношения между (г.ц.к.) и (о.ц.к.) фазами: а) Курдюмова—Закса  $\{111\}_\gamma \parallel \{110\}_\alpha$ ;  $\langle 110 \rangle_\gamma \parallel \langle 111 \rangle_\alpha$  — с 24 возможными ориентационными вариантами; Нишиямы  $\{111\}_\gamma \parallel \{110\}_\alpha$ ;  $\langle 112 \rangle_\gamma \parallel \langle 110 \rangle_\alpha$  (или  $\langle 110 \rangle_\gamma \parallel \langle 100 \rangle_\alpha$ ) — с 12 возможными вариантами [244, 245].

Известно, что бездиффузионное мартенситное превращение происходит в основном путем образования: «мартенсита закалки», возникающего при резком охлаждении закаленной стали до температуры ниже мартенситной точки, что характерно для средне- и высокоуглеродистых сталей; «мартенсита деформации», получающегося при деформации при комнатной или пониженной температуре сплавов Fe—27+34% Ni, нержавеющей сталей типа 18-8, сталей с высоким содержанием марганца и некоторых других, для которых мартенситная точка при обычной закалке значительно ниже 20°С. Из данных об изменении текстуры при мартенситном превращении [1, 80, 246—247 и др.] следует, что для углеродистых сталей с 0,5—1,4% С более характерно соотношение Курдюмова—Закса, в то время как для сплавов Fe—Ni и стали типа 18-8 — соотношение Нишиямы. Для  $\alpha$ -железа в противоположность сплавам ориентационная связь между фазами выражена менее отчетливо.

Для аксиальной текстуры проволоки из сплавов Fe—Ni и стали типа 18-8 установлено [1], что текстура  $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle_\gamma$ -фазы в результате мартенситного превращения переходит в сложную тек-

стуру  $\alpha$ -фазы, основными компонентами которой являются  $\langle 120 \rangle + \langle 110 \rangle$ , причем приближительная закономерность преобразования соответствует переходу  $\langle 111 \rangle_\gamma \rightarrow \langle 120 \rangle_\alpha$ , а  $\langle 100 \rangle_\gamma \rightarrow \langle 110 \rangle_\alpha$ .

При сжатии прутка из стали 18-8  $\langle 110 \rangle_\gamma \rightarrow \langle 100 \rangle_\alpha + \langle 111 \rangle_\alpha$ .

Если при нагреве мартенсита возможно обратное  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение, то, как правило, восстанавливается исходная текстура, характерная для  $\gamma$ -фазы, однако более рассеянная по сравнению с первоначальной. Предполагается [1], что это связано с тем, что по сравнению с прямым  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращением обратное является в значительной степени диффузионным.

*Установление температуры начала первичной рекристаллизации.* Анализ изменения текстуры при отжиге деформированного материала может оказаться полезным для определения температуры начала первичной рекристаллизации ( $t_p^H$ ) пересыщенных твердых растворов и гетерофазных сплавов, матрица которых имеет г.ц.к. решетку [10].

Мелкодисперсные выделения и фазовый наклеп, сопровождающие распад пересыщенного твердого раствора, а также измельчение частиц дисперсных фаз в гетерофазных сплавах приводит к размытию интерференций, что затрудняет рентгенографическое определение начала рекристаллизации. Значения  $t_p^H$ , определенные по появлению первых точечных рефлексов на сплошных линиях рентгенограммы (или по всплескам, зубцам на дифракционных кривых), оказываются значительно выше, чем для чистых металлов и однофазных твердых растворов (0,55—0,70 $T_{пл}$  вместо 0,3—0,4 $T_{пл}$  при часовом отжиге). Фиксация с помощью фотографического или дифрактометрического анализа стадии значительного увеличения рассеяния текстуры деформации при переходе от нее к текстуре рекристаллизации (или появления соответствующих компонент) позволяет выявить существенно более низкие значения  $t_p^H$  для этих материалов.

*Нахождение параметров роста рекристаллизованных зерен различной ориентировки.* При изучении процесса формирования текстуры рекристаллизации значительный интерес представляет определение ориентировки первых рекристаллизованных зерен, а также числа и размеров зерен различной ориентировки на разных стадиях отжига.

Если в методе наклона сильно ограничить первичный пучок и использовать узкую щель счетчика, то удастся зарегистрировать отражения от отдельных зерен, следовательно попадающих в отражающее положение при изменении углов  $\alpha$  и  $\beta$ . В работе [248] использовали щели 0,1 и 0,5 мм, ограничивающие первичный пучок (облучаемая поверхность образца около 3 мм<sup>2</sup>). При этом чувствительность регистрирующей аппаратуры должна быть максимально увеличена (предел измерения 1—4·10<sup>3</sup> имп/с, постоянная времени интенсиметра 1 с.). Повышение разрешающей способности метода достигается применением узкой щели счетчика (0,5 мм при высоте 2 мм) и малой скорости поворота образца по углам  $\beta$  (3—6 град/мин). При таких условиях съемки на дифрактометрической кривой отчетливо разрешаются отражения от зерен диаметром 6 мкм. Достаточно для статистической обработки число данных получают съемкой двух-трех участков образца. При обеспечении повторной точной установки образца в держателе можно проследить за развитием процесса рекристаллизации в облучаемом объеме образцов, сопоставляя результаты последовательных отжигов.

<sup>1</sup> Изменения характера текстуры при аллотропических превращениях и методы определения возникающих при этом ориентационных соотношений фаз подробно рассмотрены в работах [24, 228].

Ориентировки отдельных зерен наносят на одну стереографическую проекцию, что позволяет проанализировать очередность возникновения зерен различной ориентировки и определить инкубационный период. Поскольку интегральная интенсивность рефлексов пропорциональна размерам кристаллитов, то имеется возможность их определения. Для этого необходима предварительная нормировка исправленных на дефокусировку значений интенсивности путем их сопоставления с металлографически определенным размером зерен на разных стадиях рекристаллизации.

По изменениям интенсивности и числа отражений, попадающих в разные области ППФ, можно оценить скорость зарождения и роста зерен различной ориентировки.

## ПРИЛОЖЕНИЯ

Таблица 1

Углы  $\rho$  между плоскостями  $\{h_1k_1l_1\}$  и  $\{h_2k_2l_2\}$  для кристалла с кубической решеткой

$\{h_1k_1l_1\}$	$\{h_2k_2l_2\}$	Углы $\rho$	
100	100	0°(2)*; 90°(4)	
	110	45°(8); 90°(4)	
	111	54°44'(8)	
	210	26°35'(8); 63°26'(8); 90°(8)	
	211	35°16'(8); 65°54'(16)	
	221	48°11'(16); 70°32'(8)	
	310	18°27'(8); 71°33'(8); 90°(8)	
	311	25°14'(8); 72°27'(16)	
	321	36°42'(16); 57°42'(16); 74°30'(16)	
	110	110	0°(2); 60°(8); 90°(2)
111		35°16'(4); 90°(4)	
210		18°26'(4); 50°26'(8); 71°34'(12)	
211		30°11'(8); 54°44'(4); 73°13'(8); 90°(4)	
221		19°26'(4); 45°(8); 76°22'(8); 90°(4)	
310		26°40'(4); 47°52'(8); 63°26'(4); 77°05'(8)	
311		31°29'(8); 64°47'(12); 90°(4)	
321		19°06'(8); 40°54'(8); 55°27'(8); 67°48'(8); 79°07'(6)	
111		111	0°(2); 70°32'(6)
		210	39°14'(12); 75°2'(12)
	211	19°28'(6); 61°52'(12); 90°(6)	
	221	15°48'(6); 54°44'(6); 78°54'(12)	
	310	43°06'(12); 68°40'(12)	
	311	29°30'(6); 58°30'(12); 79°58'(6)	
	321	22°12'(12); 51°54'(12); 72°02'(12); 90°(12)	
	210	210	0°(2); 36°52'(6); 53°8'(2); 66°25'(8); 78°28'(4); 90°(2)
211		24°06'(4); 43°05'(4); 56°47'(8); 79°29'(4); 90°(4)	
221		26°34'(4); 41°49'(4); 53°24'(4); 63°26'(4); 72°39'(4); 90°(4)	
310		8°08'(2); 31°57'(4); 45°(4); 64°54'(4); 73°90'(4); 81°52'(6)	
311		19°17'(4); 47°36'(8); 66°08'(4); 82°14'(8)	
321		17°01'(4); 33°12'(8); 53°18'(12); 61°27'(8); 69°00'(4); 83°08'(8)	
211		211	0°(2); 33°33'(4); 48°11'(4); 60°(4); 70°32'(2); 80°24'(8)
		221	17°43'(4); 35°16'(2); 47°07'(4); 65°54'(4); 74°12'(6); 82°12'(4)
	310	25°12'(4); 49°18'(8); 58°54'(4); 75°03'(4); 82°26'(4)	
	311	10°02'(2); 42°24'(8); 60°30'(6); 75°46'(4); 90°00'(4)	
	321	10°54'(4); 29°12'(4); 40°12'(8); 49°07'(4); 56°57'(4); 70°54'(12)	

\* В скобках указан множитель повторяемости ( $M_{hkl}$ ) для плоскостей  $\{h_1k_1l_1\}$ , составляющих угол  $\rho$  с плоскостью  $\{h_2k_2l_2\}$ .

Значение оптимальной толщины  $d_{\text{ТОПН}}$ , мм, образца для съемки «на просвет» (для  $\mu d/\cos \phi = 0,90 \div 1,10$  при  $\alpha = 0^\circ$  и для  $\mu d/\cos \phi = 0,77 \div 0,94$  при  $\alpha = 20 \div 40^\circ$ )

Металл	Z	$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	Излучение						
			Cr	Fe	Co	Cu	Mo		
Ti	22	4,54	$\mu$	—*	—	—	—	925	110
Al	13	2,70	$d$	—	—	—	—	0,08—0,12	0,07—0,10
			$\mu$	400	250	290	130	14	
Fe	26	7,87	$d$	0,02—0,08	0,03—0,05	0,03—0,06	0,05—0,09	0,5—0,09	0,275
			$\mu$	906	674	467	—	275	
Cu	29	8,96	$d$	0,006—0,012	0,008—0,016	0,015—0,022	—	0,025—0,037	0,448
			$\mu$	1380	887	718	475	448	
Mo	42	10,2	$d$	0,005—0,008	0,008—0,012	0,010—0,015	0,016—0,025	0,015—0,025	0,204
			$\mu$	2400	3060	2470	1660	204	
W	74	19,3	$d$	0,001—0,002	0,002—0,004	0,003—0,005	0,005—0,07	0,03—0,06	0,2030
			$\mu$	8700	6170	4970	3300	2030	
			$d$	0,001	0,001	0,002	0,003	0,004—0,005	

\* Значения  $\mu$  и  $d$  не приводятся, так как при съемке указанного металла на данном излучении возбуждается сильное вторичное характеристическое излучение K-серии от образца приводящее к резкому возрастанию фона рентгенограммы (или дифракционной кривой).

Таблица 3

Значение толщины  $d_{\text{ТОЛСТ}}$ , мм, образца для съемки «на отражение» ( $d_{\text{ТОЛСТ}} = \sin \phi \ln 0,01/2\mu$ ) при  $\phi = 20$  и  $40^\circ$

Металл	Z	Излучение											
		Cr, $\lambda K_\alpha = 0,2291$		Fe, $\lambda K_\alpha = 0,1938$		Co, $\lambda K_\alpha = 0,1791$		Cu, $\lambda K_\alpha = 0,1542$		Mo, $\lambda K_\alpha = 0,0711$			
		20°	40°	20°	40°	20°	40°	20°	40°	20°	40°		
Al	13	0,020	—	0,031	—	0,40	—	0,080	—	0,060	0,012	0,56	1,12
Ti	22	—	0,040	—	0,062	—	—	—	0,008	0,017	0,07	0,14	—

Продолжение табл. 3

Металл	Z	Излучение									
		Cr, $\lambda K_\alpha = 0,2291$		Fe, $\lambda K_\alpha = 0,1938$		Co, $\lambda K_\alpha = 0,1791$		Cu, $\lambda K_\alpha = 0,1542$		Mo, $\lambda K_\alpha = 0,0711$	
		20°	40°	20°	40°	20°	40°	20°	40°	20°	40°
Fe	26	0,009	0,017	0,012	0,023	0,017	0,034	—	—	0,038	0,057
Cu	29	0,006	0,011	0,009	0,018	0,011	0,022	0,013	0,027	0,018	0,036
Mo	42	0,002	0,004	0,0025	0,005	0,003	0,006	0,005	0,009	0,010	0,016
W	74	0,001	0,002	0,001	0,002	0,002	0,003	0,003	0,005	0,004	0,008

\*  $1 A = 0,1$  нм.

Таблица 4

Поправка на поглощение ( $I_0/I_\alpha$ ) для метода на просвет (в области «отрицательных» углов  $\alpha$ )

$\mu d$	$\mu d$	$\phi$ , град	$I_0/I_\alpha$ при $\alpha$ , град						
			0	10	20	30	40	50	60
0,30	1,20	20	1,00	1,07	1,18	1,34	1,67	2,42	5,88
		30	1,00	1,12	1,31	1,65	2,46	5,55	—
		40	1,00	1,19	1,53	2,32	5,20	—	—
0,35	1,05	20	1,00	1,07	1,17	1,30	1,58	2,22	5,05
		30	1,00	1,12	1,29	1,59	2,29	4,94	—
		40	1,00	1,19	1,49	2,21	4,78	—	—
0,40	0,92	20	1,00	1,07	1,15	1,27	1,49	2,02	4,22
		30	1,00	1,11	1,27	1,53	2,12	4,36	—
		40	1,00	1,18	1,46	2,09	4,36	—	—
0,45	0,87	20	1,00	1,06	1,14	1,24	1,42	1,86	3,57
		30	1,00	1,10	1,26	1,49	1,99	3,90	—
		40	1,00	1,17	1,43	2,00	4,00	—	—
0,50	0,69	20	1,00	1,06	1,13	1,22	1,36	1,70	3,12
		30	1,00	1,10	1,24	1,44	1,86	3,45	—
		40	1,00	1,17	1,41	1,90	3,62	—	—



Таблица 5  
Углы Эйлера, град, для ориентировок, описывающих текстуру прокатанных материалов

$hkl$	$uvw$	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
<i>Г. ц. к. материалы</i>				
Главные ориентировки				
0 1 1	$2 \bar{1} 1$	35,3	45,0	0,0
1 1 0	$1 \bar{1} 2$	54,7	90,0	45,0
1 0 1	$1 \bar{2} 1$	35,3	45,0	90,0
1 3 2	$6 \bar{4} 3$	27,0	57,7	18,4
2 3 1	$3 \bar{4} 6$	52,9	74,5	33,7
2 1 3	$\bar{3} \bar{6} 4$	59,0	36,7	63,4
1 2 1	$1 \bar{1} 1$	39,2	65,9	26,6
1 1 2	$\bar{1} \bar{1} 1$	90,0	35,3	45,0
Двойники к ориентировке $\{011\} \langle 211 \rangle$				
1 4 1	$7 \bar{2} 1$	8,1	76,4	14,0
1 4 1	$1 \bar{2} 7$	78,6	76,4	14,0
1 1 4	$\bar{1} \bar{7} 2$	54,7	19,5	45,0
0 1 1	$2 \bar{5} 5$	74,22	45,0	0,0
1 1 0	$5 \bar{5} 2$	15,8	90,0	45,0
1 0 1	$\bar{5} \bar{2} 5$	74,2	45,0	90,0
Двойники к ориентировке $\{112\} \langle 111 \rangle$				
5 5 2	$\bar{1} \bar{1} 5$	90,0	74,2	45,0
5 2 5	$1 \bar{5} 1$	15,2	47,1	68,2
1 7 2	$5 \bar{1} 1$	11,5	74,2	8,1
2 7 1	$1 \bar{1} 5$	76,2	82,2	16,0
2 1 7	$\bar{1} \bar{5} 1$	39,2	17,7	63,4
Ориентировки текстур отжига				
0 0 1	1 0 0	0	0	0
0 0 1	$\bar{1} 0 0$	90	0	90
0 0 1	$0 \bar{1} 0$	От 0 до 90	0	От 90 при $\varphi_1=0$ до 0 при $\varphi_1=90$ } $\varphi_1 + \varphi_2 = 90$
1 0 0	0 0 1	90	90	90
1 0 0	$0 \bar{1} 0$	0	90	90
0 1 0	0 0 1	90	90	0
0 1 0	1 0 0	0	90	0

$hkl$	$uvw$	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$
0 1 0	0 0 1	90	90	0
0 1 0	1 0 0	0	90	0
1 1 3	$\bar{1} \bar{2} 1$	75	25	45
1 3 1	$1 \bar{1} 2$	60	72	18
Двойники к $\{001\} \langle 100 \rangle$				
1 2 2	$2 \bar{2} 1$	26,6	48,2	26,6
2 2 1	$1 \bar{2} 2$	45,0	70,0	45,0
2 1 2	$\bar{1} \bar{2} 2$	63,4	48,2	63,4
О. ц. к. материалы				
0 0 1	$1 \bar{1} 0$	От 0 до 45	0	От 45 при $\varphi_1=0$ до 0° при $\varphi_1=45$
0 0 1	$\bar{1} \bar{1} 0$	» 45 » 90	0	От 90 при $\varphi_1=45$ до 45 при $\varphi_1=90$
0 1 0	1 0 1	45	90	0
1 0 0	$0 \bar{1} 1$	45	90	90
1 1 1	$\bar{1} \bar{1} 2$	90	55	45
1 1 1	$1 \bar{2} 1$	30	55	45
1 1 2	$1 \bar{1} 0$	0	35	45
2 1 1	$0 \bar{1} 1$	51	66	63
Ориентировки текстур отжига				
0 1 1	1 0 0	0	45	0
1 1 0	0 0 1	90	90	45
1 0 1	$0 \bar{1} 0$	0	45	90
0 0 1	1 0 0	0	0	0
0 0 1	$\bar{1} 0 0$	90	0	90
0 0 1	$0 \bar{1} 0$	От 0 до 90	0	От 90 при $\varphi_1=0$ до 0 при $\varphi_1=90$
1 0 0	0 0 1	90	90	90
1 0 0	$0 \bar{1} 0$	0	90	90
0 1 0	0 0 1	90	90	0
0 1 0	1 0 0	0	90	0

Таблица 6  
Анизотропия свойств и энергия дефектов упаковки некоторых металлов и сплавов\*1

Материал	$\gamma \cdot 10^3$ , Дж/м <sup>2</sup>	$\frac{\gamma}{Gb} \cdot 10^3$	$10^3$ МПа		A*2
			(E <sub>111</sub> ) <sub>max</sub>	(E <sub>100</sub> ) <sub>min</sub>	
<i>Г. ц. к. решетка</i>					
Al	200	20	0,77	0,64	1,22
Ni	290±50	12	0,83	0,67	2,45
Cu	60±40	6,0	2,10	0,68	3,22
12X18H10T,	13—15	1,0	—	—	—
Л68	10—15	1,0	—	—	—
BrA7	2—4	0,2	—	—	—

Продолжение

Материал	$\gamma \cdot 10^3$ Дж/м <sup>2</sup>	$10^3$ МПа			A
		E <sub>111</sub>	E <sub>110</sub>	E <sub>100</sub>	
<i>О. ц. к. решетка</i>					
W	300	3,8	2,87	3,87	1,00
Mo	300	2,55	3,60	2,74	0,89
Cr	300	—	—	—	0,71
Nb	30	0,81	1,50	0,91	0,51
Ta	110	2,18	1,47	1,94	1,58
V	110	—	—	—	0,79
Fe	140	2,83	1,32	2,17	2,40
Fe—3% Si	40	2,95	1,18	2,00	2,90

\*1 Таблица составлена на основании данных, приведенных в работах [1, 7, 134, 144, 150, 225, 226, 229, 231, 250—252].

\*2 Для кубической решетки  $A=2C_{44}/(C_{11}-C_{12})$ .

Таблица 7  
Основные компоненты аксиальных текстур металлов и сплавов [1, 7, 23—25 и др.]

Решетка	Схема текстурообразования				
	волочение, растяжение	сжатие	прессование	литье	электроосажденные
$\epsilon \geq 60 \div 70\%$					
<i>Холодная деформация</i>					
Г. ц. к.	$\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$
О. ц. к.	$\langle 110 \rangle$	$\langle 110 \rangle + \langle 100 \rangle$	—	$\langle 100 \rangle$	$\langle 111 \rangle$
Г. п.	$\langle 10,0 \rangle$	—	$\langle 10,0 \rangle$	$\langle 00,1 \rangle$	$\langle 00,1 \rangle$
<i>Горячая деформация</i>					
Г. ц. к.	$\langle 100 \rangle$	—	$\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$	—	—
О. ц. к.	$\langle 110 \rangle$	—	$\langle 110 \rangle$	—	—
Г. п.	$\langle 10,0 \rangle$	—	$\langle 10,0 \rangle + \langle 11,0 \rangle$	—	—

Таблица 8

Текстуры прокатки и рекристаллизации металлов и сплавов с г. ц. к. решеткой (основные системы: скольжения {111} <110>; двойникования {111} <112>;  $\gamma$ -деформация {135} <112>;  $\epsilon$ -деформация {112} <111>;  $\epsilon$ -деформация {110} <112>;  $\epsilon$ -деформация {110} <100>)

Материал	Энергия дефектов упаковки $\gamma$ , $10^3$ Дж/м <sup>2</sup>	Текстура		Дополнительная	основная	Дополнительная
		деформация	рекристаллизация			
Al Ni	Высокая (>150)	{112} <111>	{135} <112>	{135} <112>	{100} <100>	—
		{135} <112>	{112} <111>	{112} <111>	{100} <100>	{113} <112>
		{112} <111>	{110} <112>	{110} <112>	{100} <100>	{113} <112>
Cu, Cu—2,5% Al, Cu—<10% Zn, Ni—10÷20% Cr, Ni—20÷35% Co	Средняя (50—100)	{112} <111>	{135} <112>	{135} <112>	{100} <100>	—
		{135} <112>	{112} <111>	{112} <111>	{100} <100>	{113} <112>
		{112} <111>	{110} <112>	{110} <112>	{100} <100>	{113} <112>
Cu—0,1÷0,4% P; Cu—1÷2% Ge; Cu—2÷4% Al; Cu—5÷7% Zn; Cu—20÷50% Ni; Ni—40÷50% Co; Ni—50% Fe	Средняя (30—50)	{112} <111>	{135} <112>	{135} <112>	{100} <100>	—
		{135} <112>	{112} <111>	{112} <111>	{100} <100>	{113} <112>
		{112} <111>	{110} <112>	{110} <112>	{100} <100>	{113} <112>
Ag, Au, Cu—>2% P; Cu—3÷4% Ge; Cu—>7% Al; Cu—>10% Zn; Ni—>55% Co; 12X18H10T	Низкая (<30)	{112} <111>	{135} <112>	{135} <112>	{100} <100>	—
		{135} <112>	{112} <111>	{112} <111>	{100} <100>	{113} <112>
		{112} <111>	{110} <112>	{110} <112>	{100} <100>	{113} <112>

\* Основные и дополнительные ориентировки приведены по усредненным данным работ [1, 7, 134, 139, 140 и др.].

Материал	Система скольжения	Система двойникования		Текстура	
		основная	дополнительная		
Fe $\alpha$	$\{110\} \langle 111 \rangle$ $\{112\} \langle 111 \rangle$ $\{123\} \langle 111 \rangle$	$\{111\} \langle 112 \rangle$	$\{112\} \langle 110 \rangle +$ $\{100\} \langle 110 \rangle$	$\{111\} \langle 110 \rangle$	
	$\{110\} \langle 111 \rangle$ $\{112\} \langle 111 \rangle$	$\{111\} \langle 112 \rangle$	$\{112\} \langle 110 \rangle +$ $\{100\} \langle 110 \rangle$	$\{111\} \langle 110 \rangle +$ $\{110\} \langle 110 \rangle$	
Cr, Mo, W**	$\{112\} \langle 111 \rangle$ $\{110\} \langle 111 \rangle$	$\{111\} \langle 112 \rangle$	$\{100\} \langle 110 \rangle +$ $\{111\} \langle 110 \rangle$	$\{112\} \langle 110 \rangle$	
Nb, Ta					
Zr $\alpha$ , Ti $\alpha$ (c/a=1,59)	$\{1010\} \langle 12,0 \rangle$ $\{1011\} \langle 12,0 \rangle$	$\{1012\} \langle 10,1 \rangle$ $\{1121\} \langle 10,1 \rangle$ $\{1122\} \langle 10,1 \rangle$	$\{1214\} \langle 12,0 \rangle$		
Mg (c/a=1,624)	$\{0001\} \langle 12,0 \rangle$ $\{1011\} \langle 12,0 \rangle$	$\{1122\} \langle 10,0 \rangle$	$\{0001\} \langle 12,0 \rangle$		
Zn (c/a=1,856)	$\{0001\} \langle 12,0 \rangle$	$\{1122\} \langle 10,1 \rangle$	$\{1015\} \langle 01,0 \rangle$		
Cd (c/a=1,866)	$\{0001\} \langle 12,0 \rangle$	$\{1122\} \langle 10,1 \rangle$	$\{1014\} \langle 01,0 \rangle$		

О. ц. к. решетка

Г. п. решетка

\* Основные и дополнительные ориентировки приведены по данным работ [1, 7, 144, 145, 147, 158, 159, 225 и др.].  
\*\* Температура деформации вольфрама составляла 500–700°С.

Таблица 10

Углы  $\rho$  между плоскостями  $(h_1k_1i_1l_1)$  и  $(h_2k_2i_2l_2)$  для кристаллов с г. п. решеткой

$(h_1k_1i_1l_1)$	$(h_2k_2i_2l_2)$	Be	Tl $\alpha$	Zr $\alpha$	Mg	Zn	Cd	
		Значение c/a						
		1,585	1,587	1,589	1,623	1,856	1,886	
0001	10 $\bar{1}$ 0	90°00'	90°00'	90°00'	90°00'	90°00'	90°00'	
	11 $\bar{2}$ 0	90°00'	90°00'	90°00'	90°00'	90°00'	90°00'	
	10 $\bar{1}$ 1	61°21'	61°22'	61°27'	61°54'	65°00'	65°21'	
	10 $\bar{1}$ 2	42°27'	42°30'	42°33'	43°09'	47°00'	47°27'	
	11 $\bar{2}$ 2	57°52'	57°48'	57°48'	58°24'	61°42'	62°06'	
	10 $\bar{1}$ 3	31°22'	31°24'	31°27'	32°00'	35°33'	36°00'	
	10 $\bar{1}$ 4	24°24'	24°36'	24°39'	25°06'	28°12'	28°33'	
	11 $\bar{2}$ 4	38°24'	38°27'	38°30'	33°06'	42°54'	43°18'	
	10 $\bar{1}$ 5	20°06'	20°09'	20°09'	20°33'	23°12'	23°30'	
	10 $\bar{1}$ 6	16°57'	17°00'	17°00'	17°21'	19°39'	19°57'	
	11 $\bar{2}$ 6	27°57'	27°54'	27°54'	28°24'	31°45'	32°09'	
	10 $\bar{1}$ 0	10 $\bar{1}$ 0	60°00'	60°00'	60°00'	60°00'	60°00'	60°00'
		11 $\bar{2}$ 0	30°00'	30°00'	30°00'	30°00'	30°00'	30°00'

Таблица 11

Формулы для вычисления поправки (K) на поглощение для разных методов дифрактометрического анализа текстуры

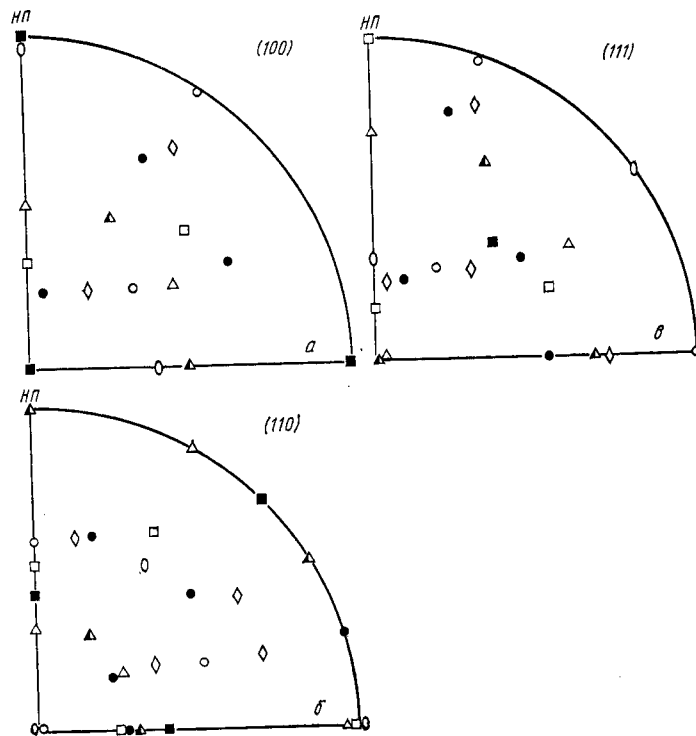
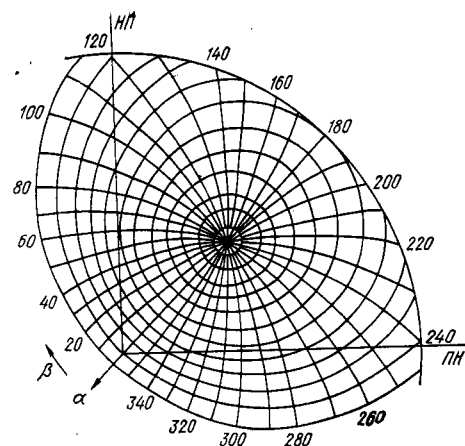
Метод	Толщина образца	$K=(I_0/I_\alpha)_{\text{ЭТ}}$
Наклона	«Тонкий»	$\frac{1 - \exp(-2\mu d/\sin \vartheta)}{1 - \exp(-2\mu d/\sin \vartheta \cos \alpha)}$
	«Толстый»	1
Поворота	«Тонкий»	$\frac{1}{2} \left\{ 1 + \frac{\sin(\vartheta \mp  \alpha )}{\sin(\vartheta \pm  \alpha )} \right\} [1 - \exp(-2\mu d/\sin \vartheta)]$
	«Толстый»	$1 - \exp \left\{ -\mu d \left[ \frac{1}{\sin(\vartheta \mp  \alpha )} + \frac{1}{\sin(\vartheta \pm  \alpha )} \right] \right\}$
На просвет	«Тонкий»	$\frac{\mu d \left\{ \exp(-\mu d/\cos \vartheta) \left[ \frac{\sin( \alpha  \mp \vartheta)}{\sin( \alpha  \pm \vartheta)} - 1 \right] \right\}}{\cos \vartheta \left\{ \exp[-\mu d/\sin( \alpha  \pm \vartheta)] - \exp[-\mu d/\sin( \alpha  \mp \vartheta)] \right\}}$

Таблица 12

Значения  $A_{hkl}$  для о. ц. к. и г. п. материалов (излучение  $\text{Cu-K}\alpha$ ) для ГЦК  
(излучение  $\text{Mo-K}\alpha$ )

Г. п.				О. ц. к.		Г. ц. к.			
$\{hkl\}$	$A_{hkl}$	$\{hkl\}$	$A_{hkl}$	$\{hkl\}$	$A_{hkl}$	$\{hkl\}$	$A_{hkl}$	$\{hkl\}$	$A_{hkl}$
$10\bar{1}0$	0,044	$10\bar{1}4$	0,040	100	0,052	111	0,024	533	0,065
$000\bar{1}$	0,018	$20\bar{2}3$	0,053	110	0,126	200	0,044	640	0,061
$10\bar{1}1$	0,051	$12\bar{3}0$	0,041	111	0,074	220	0,039	642	0,104
$10\bar{1}2$	0,061	$11\bar{2}4$	0,098	211	0,109	311	0,044	733	0,025
$11\bar{2}0$	0,032	$12\bar{3}2$	0,098	310	0,270	331	0,078	842	0,038
$10\bar{1}3$	0,046	$10\bar{1}5$	0,064	321	0,370	420	0,043	664	0,073
$11\bar{2}2$	0,045	$12\bar{3}3$	0,097			422	0,026	931	0,115
$20\bar{2}1$	0,053	$30\bar{3}2$	0,033			531	0,079	953	0,044
						620	0,044	1042	0,053

Рис. 1. Сетка для построения прямой полюсной фигуры при съемке эквинаклонного образца



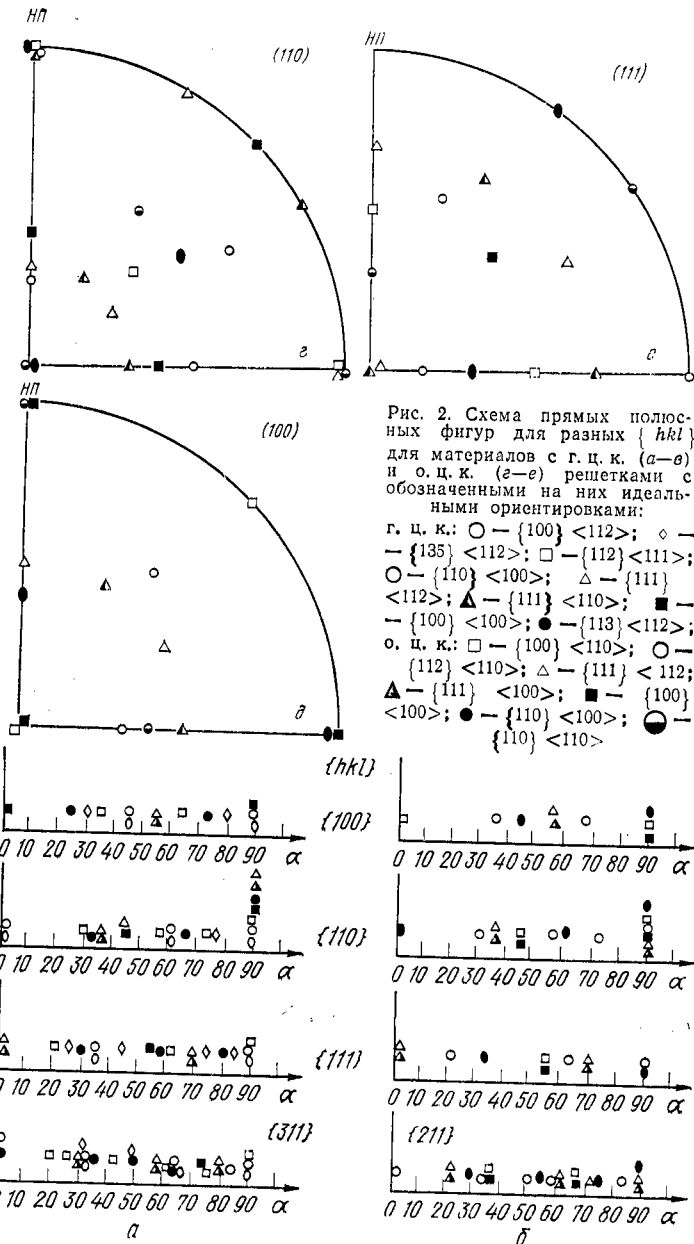


Рис. 2. Схема прямых полюсных фигур для разных  $\{hkl\}$  для материалов с г.ц.к. (а-б) и о.ц.к. (в-г) решетками с обозначенными на них идеальными ориентировками:  
 г. ц. к.:  $\circ - \{100\} \langle 112 \rangle$ ;  $\diamond - \{135\} \langle 112 \rangle$ ;  $\square - \{112\} \langle 111 \rangle$ ;  $\bigcirc - \{110\} \langle 100 \rangle$ ;  $\triangle - \{111\} \langle 112 \rangle$ ;  $\blacktriangle - \{111\} \langle 110 \rangle$ ;  $\blacksquare - \{100\} \langle 100 \rangle$ ;  $\bullet - \{113\} \langle 112 \rangle$ ;  
 о. ц. к.:  $\square - \{100\} \langle 110 \rangle$ ;  $\bigcirc - \{112\} \langle 110 \rangle$ ;  $\triangle - \{111\} \langle 112 \rangle$ ;  
 $\blacktriangle - \{111\} \langle 100 \rangle$ ;  $\blacksquare - \{100\} \langle 100 \rangle$ ;  $\bullet - \{110\} \langle 100 \rangle$ ;  $\bigcirc - \{110\} \langle 110 \rangle$

Рис. 3. Углы  $\alpha$  для характерных ориентировок текстуры прокатки и рекристаллизации металлов и сплавов с г.ц.к. и о.ц.к. решетками (обозначения те же, что на рис. 3)

1. Вассерман Г., Гревен И. Текстуры металлических материалов. М.: Металлургия, 1969. 654 с., ил.
2. Скаков Ю. А. — Заводская лаборатория. 1956, т. 22, № 7, с. 806—809.
3. Таока Таоами, Огаса Кадзую и. е. — J. Japan Inst. Metals, 1966, v. 30, № 9, p. 820—826.
4. Schläfer U. — Kristall Technik, 1968, Bd 3, № 3, S. 467—471.
5. Larson L., Picklesimer M. — Trans. Metall Soc. AIME, 1966, v. 236, № 8, p. 1104—1106.
6. Dann C. G. — Trans. AIME, 1966, v. 236, № 6, p. 947—948.
7. Кудрявцев И. П. Текстуры в металлах и сплавах. М.: Металлургия, 1965. 292 с., ил.
8. Брюханов А. А., Барковская З. А., Брюханов А. Е. — Металловедение и термическая обработка металлов, 1966, № 6, с. 29—41.
9. Alers G., Liu J. — Trans. AIME, 1966, v. 236 № 4, p. 82—495.
10. Горелик С. С., Распорцев Л. Н., Скаков Ю. А. Рентгенографический и электроннооптический анализ. М.: Металлургия, 1970. 368 с., ил.
11. Haessner F., Jakubowski U., Wilkens M. — Acta Metall., 1966, v. 14, № 3, p. 454—457.
12. Sheimins S. — J. Appl. Phys., 1965, v. 36, № 10, p. 3267—3268.
13. Tobisch J., Betzl P. — Exp. Technik Physik, 1969, Bd 17, S. 391—394.
14. Kleinstück K., Tobisch J., Betzl E. и. а. — Kristall Technik, 1976, Bd 11, № 4, S. 409—429.
15. Harris G. B. — Phil. Mag., 1952, v. 43, p. 113—125.
16. Виглин А. С. — Физика твердого тела, 1960, т. 2, № 10, с. 2463—2476.
17. Bunge H. J. Mathematische Methoden der Texturanalyse, Akademie-Verlag, Berlin, 1969, 330 S.
18. Roe R. J. — J. Appl. Phys., 1965, v. 36, № 6, p. 2024—2031; 1967, v. 37, p. 2069—2073.
19. Roe R. J., Krigbaum W. — J. Chem. Phys., 1964, v. 40, p. 2608—2611.
20. Bunge H. J., Haessner F. — J. Appl. Phys., 1969, v. 39, № 12, p. 5503—07.
21. Талашкевич И. П., Александров К. С. — Физика металлов и металловедение, 1962, т. 14, с. 801—804; 1964, т. 17, с. 237—241; 1964, т. 18, с. 142—146; 1965, т. 20, с. 270—275.
22. Шубников А. В. — Успехи физических наук, 1956, т. 4, с. 591—596.
23. Смирнов В. С., Дурнев В. Д. Текстурирование металлов при прокатке. М.: Металлургия, 1971. 254 с., ил.
24. Теория образования текстур в металлах и сплавах./Под ред. Н. В. Агеева. М.: Наука, 1979. 343 с., ил.
25. Кочергин С. М., Леонтьев А. В. Образование текстур при электрокристаллизации металлов. М.: Металлургия, 1974. 184 с., ил.
26. Тейлор А. Рентгеновская металлография. М.: Металлургия, 1965. 663 с., ил.
27. Бородкина М. М. — Заводская лаборатория, 1960, т. 26, № 4, с. 491—494.
28. Schulz L. G. — J. Appl. Phys., 1949, v. 20, № 11, p. 1030—1036.

29. *Field M., Merchant M.* — J. Appl. Phys., 1949, v. 20, № 8, p. 741—745.
30. *Decker B., Asp E., Harker D.* — J. Appl. Phys., 1948, v. 19, № 4, p. 388—392.
31. *Elias J. A., Heckler A.* — Trans. AIME, 1967, v. 239, № 8, p. 1237—1246.
32. *Хейкер Д. М., Зевин Л. С.* Рентгеновская дифрактометрия. М.: Физматгиз, 1963, 380 с., ил.
33. *Bunge H. J.* — Exp. Technik d. Physik, 1962, Bd 10, № 5, S. 338—342.
34. *Русаков А. А.* Рентгенография металлов. М.: Атомиздат, 1977. 479 с., ил.
35. *Chernok W.* — Metallkunde, 1955, Bd 46, № 5, S. 311—319.
36. *Lange H., Schmidt K. H.* Theoretische und experimentelle Untersuchung der Strahlengeometrie bei Texturgoniometern. Westdeutscher Verlag. Köln u. Opladen, 1961. 119 S.
37. *Bragg R. H., Packer C. M.* — J. Appl. Phys., 1964, v. 35, № 3, p. 1322—1325.
38. *Holt P. A., Wingar J. E.* — J. Appl. Phys., 1977, v. 48, № 8, p. 3557—3559.
39. *Wilson D., Bainbridge D. W.* — Metal Trans., 1971, v. 2, № 10, p. 2925—2929.
40. *Tenckhoff E.* — J. Appl. Phys., 1970, v. 41, № 10, p. 3944—3948.
41. *Segmüller A.* — J. Appl. Phys., 1972, v. 43, № 6, p. 2907—2910.
42. *Grewen J., Segmüller A., Wassermann G.* — Archiv f. d. Eisenhüttenw., 1958, Bd 29, № 2, S. 115—124.
43. *Лайнер Д. И., Радишевский А. И.* — Заводская лаборатория, 1970, т. 36, № 2, с. 183—187.
44. *Спектор Э. Н.* — Заводская лаборатория, 1970, т. 36, № 8, с. 959—961.
45. *Бородкина М. М., Громов Н. П.* — Физика металлов и металловедение, 1958, т. 6, № 5, с. 819—824; 1959, т. 8, № 5 с. 761—769.
46. *Müller M. H., Chernock W. P., Beck P. A.* — Trans. AIME, 1958, v. 212, № 1, p. 39—42.
47. *Horta B., Roberts W. T., Wilson O. V.* — Trans. AIME, 1969, v. 245, p. 2525—2529.
48. *Morris P. R.* — J. Appl. Phys., 1959, v. 30, № 2, p. 595—599; 1966, v. 37, № 1, p. 359—364.
49. *Агеев Н. В., Бабарько А. А., Бецофен С. Я.* — Изв. АН СССР. Металлы, 1974, № 1, с. 94—103.
50. *Williams D., Eppelsheimer D. S.* — Rev. Scient. Instrum., 1952, v. 23, № 5, p. 229—231.
51. *Schwartz M.* — J. Appl. Phys., 1955, v. 26, p. 1507—1513.
52. *Chernok W. P., Mueller M.* — Rev. Scient. Instrum., 1953, v. 24, p. 925—928.
53. *Бородкина М. М.* — Заводская лаборатория, 1958, т. 24, № 5, с. 633—639.
54. *Попченко В. И., Федосов Н. М., Поганов В. И.* — Заводская лаборатория, 1965, т. 31, № 9, с. 1150—1151.
55. *Ahborn H., Wassermann G.* — Z. Metallkunde, 1962, Bd 53, S. 422—426.
56. *Möller H., Stäblein H.* — Arch. f. d. Eisenhüttenw., 1958, Bd 29, № 5, S. 377—390.
57. *Holden A. N.* — Rev. Scient. Instrum., 1953, v. 24, № 1, p. 10—12.
58. *Neff H.* — Z. Metallkunde, 1956, Bd 47, № 10, S. 646—649.
59. *Grewen S., Sauer D., Wahl H. P.* — Z. Metallkunde, 1970, Bd 61, № 6, S. 430—433.
60. *Mueller M. H., Knott W.* — Rev. Scient. Instrum., 1954, v. 25, p. 1115—1118.
61. *Jetter L. K., Borie B. S.* — J. Appl. Phys., 1953, v. 24, № 5, p. 532—535.
62. *Norton J. T.* — J. Appl. Phys., 1948, v. 19, p. 1176—1178.
63. *Mayr M.* — Materialprüfung, 1976, Bd 18, № 4, S. 123—126.
64. *Geister A. H.* — Rev. Scient. Instrum., 1954, v. 25, № 9, p. 727—732.
65. *Chirer E. G.* — J. Scient. Instrum., 1967, v. 44, № 3, p. 225—227.
66. *Eihorn R. M.* — Rev. Scient. Instrum., 1965, v. 36, № 7, p. 997—1000.
67. *Baro R., Ruer D.* — J. Phys. E. Scient. Instrum., 1970, v. 3, № 3, p. 541—543.
68. *Wagerdristel A., Ebel H. u. a.* — Materialprüfung, 1970, Bd 12, № 10, S. 337—341.
69. *Бородкина М. М., Ведерников Ю. Н., Евграфов А. А.* и др. — Аппаратура и методы рентгеновского анализа. Л.: Машиностроение, 1974, вып. 14, с. 108—119; 1974, вып. 15, с. 3—13; 1977, вып. 18, с. 123—131.
70. *Бородкина М. М., Евграфов А. А., Комяк Н. И.* — Заводская лаборатория, 1975, т. 41, № 6, с. 697—700.
71. *Szpunar J., Ojanen M., Laine E.* — Z. Metallkunde, 1974, Bd 65, № 3, S. 221—226.
72. *Gerward L., Lehn S., Christianen G.* — Texture of Crystalline Solids, 1976, v. 1, № 2, p. 95—111.
73. *Kelly P. M., Wetson K. G.* — Nuclear Mater., 1972, v. 44, № 1, p. 71—78.
74. *Лидоренко Н. С., Каган А. С., Чижик С. П. и др.* — Порошковая металлургия, 1969, № 10, с. 82—87.
75. *Каган А. С., Поляк В. Г., Шильштейн С. Ш.* — Журнал технической физики, 1959, т. 29, № 9, с. 1142—1145.
76. *Северденко В. П., Зега В. Н.* — Изв. АН БССР. Физико-технич. серия, 1975, № 3, с. 15—19.
77. *Каган А. С., Сноидов В. М., Ковальский А. Е.* — Техническая физика, 1967, т. 37, с. 98—105.
78. *Займовский В. А., Лемберский Г. Я., Самедов О. В.* и др. — Заводская лаборатория, 1974, № 6, с. 689—692.
79. *Горелик С. С., Спектор Э. Н.* — Физика металлов и металловедение, 1961, т. 12, вып. 2, с. 269—276.
80. *Каган А. С., Сорокин И. П.* — Физика металлов и металловедение, 1965, т. 19, № 6, с. 889—893.
81. *Totou I., Schläfer D., Küttner K.* — Kristall. Technik, 1977, Bd 12, № 7, S. 709—715.
82. *Бородкина М. М., Орехова Т. С.* — Заводская лаборатория, 1976, т. 42, № 4, с. 435—437.
83. *Бородкина М. М., Кабанцев Н. А., Чусова Г. Ф.* Электротехнические стали. М.: Металлургия, 1968, (ЦНИИЧМ). Вып. 68, с. 5—10.
84. *Хаютин С. Г.* — Заводская лаборатория, 1976, т. 42, № 8, с. 954—955; 1975, т. 41, № 7, с. 801—803.
85. *Dunn G.* — J. Appl. Phys., 1954, v. 25, № 2, p. 233—236.
86. *Бородкина М. М.* — Заводская лаборатория, 1962, т. 28, № 6, с. 688—694.
87. *Surgent C. M.* — Scripta Met., 1974, v. 8, № 9, p. 821—824.

88. Воробьев Г. М., Борисов Л. П. — Изв. вуз. Физика, 1967, № 8, с. 163—167.
89. Воробьев Г. М., Борисов Л. П. — Заводская лаборатория, 1966, т. 32, № 11, с. 1368—1370.
90. Бородкина М. М., Песин В. С., — Заводская лаборатория, 1971, т. 37, № 9, с. 1105—1107.
91. Сидоров В. А., Соколов Б. К., Губернаторов В. В. и др. — Изв. АН СССР. Серия физическая, 1979, т. 43, № 7, с. 1404—1406.
92. Love G. P. — Trans. AIME, 1968, v. 242, № 4, p. 746—747.
93. Montgomery G. L. — Trans. AIME, 1968, v. 242, № 5, p. 762—768.
94. Wagendristel A., Scheider W. u. a. — Naturforschung, 1970, Bd 259, № 10, S. 1524—1529.
95. Hung-Chi Chao. — Advances in X-ray Analysis, 1969, v. 12, part 11, p. 391—403.
96. Бородкина М. М., Кабузенко С. Н. — Заводская лаборатория, 1975, т. 41, № 12, с. 1468—1473.
97. Jetter L. K., Mc Hargue C. F. — Williams R. O. — J. Appl. Phys., 1956, v. 27, № 4, p. 368—376.
98. Лайнер Д. И., Радишевский А. И., Комарова И. А. — Заводская лаборатория, 1973, т. 39, № 7, с. 803—806.
99. Лайнер Д. И., Радишевский А. И., Комарова И. А. — Изв. АН СССР. Металлы, 1973, № 4, с. 122—128.
100. Bunge H. J., Enlert J. — Kristall u. Technik, 1968, Bd 3, № 2, S. 313—321.
101. Бородкина М. М., Куртасов С. Ф. — Заводская лаборатория, 1979, № 9, с. 830—835.
102. Куртасов С. Ф. — Заводская лаборатория, 1978, т. 44, № 11, с. 1359—1361; 1979, т. 46, № 1, с. 34—36.
103. Dunn C. G. — J. Appl. Phys., 1959, v. 30, № 4, p. 850—858.
104. Bunge H. J. — Z. Metallkunde, 1977, Bd 68, № 9, S. 571—581.
105. Bunge H. J. — Kristall u. Technik, 1968, Bd 3, S. 439—443; 1970, Bd 5, № 2, S. 145—148; 1970, Bd 5, № 9, S. 1051—1071; 1974, Bd 9, № 8, S. 939—941.
106. Wagoner F., Esling C., Baro R. — Textur. of Cryst. Solids, 1977, v. 2, № 4, p. 225—241.
107. Pospiech J., Jura J. — Kristall. Technik, 1975, Bd 10, № 7, S. 783—787.
108. Jura J., Pospiech J., Bunge H. J. — Texture, 1974, № 3, p. 201—207.
109. Jura J., Pospiech J., Bunge H. J. — Metallurgy, 1976, № 24, p. 111—176.
110. Bergmann H. W., Kern R. — J. Appl. Cryst., 1976, v. 9, № 3, p. 254—256.
111. Williams R. O. — Trans. AIME, 1968, v. 242, № 1, p. 105—109.
112. Pertwitz H., Lücke K., Pitsch W. — Acta Metal., 1969, v. 17, p. 1183—1191.
113. Stott D. E., Penelle R. a. o. — Proceedings of 4-th International Conf. on Texture, Cambridge, 1975, p. 1—11. Metals Society.
114. Davies G. J., Goodwill D. J., Kallend J. S. — J. Appl. Cryst., 1971, v. 4, № 1, p. 67—70; № 2, p. 193—196.
115. Bunge H. J. u. a. — Phyl. Stat. sol., 1969, v. 31, № 1, p. 565—569; 1969, v. 26, № 1, p. 167—172; 1970 (a), № 1, p. 135—140.
116. Morris P. R. — «Adv. in X-ray analysis», 1974, v. 18, p. 514—519.
117. Pospiech J., Jura J. — Z. Metallk., 1974, Bd 65, № 4, S. 324—330.
118. Jura J., Pospiech J. — Texture of Cryst. Solids, 1978, v. 3, № 1, p. 1—25.

119. Imhof J. — Z. Metallkunde, 1977, Bd 68, № 1, S. 38—43.
120. Ruer D., Baro R. — Adv. in X-ray analysis, 1977, v. 20, p. 187—290.
121. Bunge H. J. — Texture of Cryst. Solids, 1977, v. 2, № 3, p. 169—174.
122. Clement A., Duran G. — J. Appl. Cryst., 1975, v. 8, № 6, p. 589—594.
123. Davies G. J., Goodwill D. J., Kallend J. S. — Metall. Trans., 1972, v. 3, № 6, p. 1627—1631.
124. Pospich J., Lücke K. — Acta Metall., 1975, v. 23, № 8, p. 997—1007.
125. Svensson N. L., Williamson H. M. — Met. Technology, 1974, № 11, p. 477—482.
126. Haddington D. S., Davies G. J. — J. Inst. Met., 1969, v. 97, № 5, p. 155—159.
127. Szpunar J. — Atomic Energy Rev., 1976, v. 142, № 3, p. 199—259.
128. Bunge H. J., Roberts W. T. — J. Appl. Cryst., 1969, v. 2, № 2, p. 116—120.
129. Davies G. J., Goodwill D. J., Kallend J. S. — Texture, 1974, v. 1, № 1, p. 173—176.
130. Szpunar J., Ojanen M. — Trans. AIME, 6A, 1975, № 3, p. 561—568.
131. Hutchinson W. B., Swift J. G. — Texture, 1972, v. 1, № 1, p. 117—120.
132. Melton K. N., Edington J. W. a. c. — Acta Metall., 1974, v. 22, № 2, p. 165—168; № 7, p. 665—670.
133. Davies G. J., Kallend J. S., Morris P. R. — Acta Metall., 1976, v. 24, № 2, p. 159—172; № 4, p. 361—370.
134. Вишняков Я. Д. Современные методы исследования структуры деформированных кристаллов. М.: Metallургия, 1975. 479 с., ил.
135. Гиндин И. А., Лазарева М. Б. — Физика металлов и металловедение, 1967, т. 24, № 2, с. 347—351.
136. Бекофен В. Процессы деформации. М.: Metallургия, 1977. 287 с., ил.
137. English A. T., Chin G. J. — Acta Metall., 1965, v. 13, p. 1013—1018.
138. Вишняков Я. Д. Дефекты упаковки в кристаллической структуре. М.: Metallургия, 1970. 216 с., ил.
139. Smallman R. E., Green D. — Acta Metall., 1964, v. 12, № 2, p. 145—155.
140. Dillamore I. J., Roberts W. T. — Acta Metall., 1964, v. 12, p. 281—293.
141. Dillamore I. J. — Metall. Trans., 1970, v. 1, № 9, p. 2463—2471.
142. Dillamore I. J., Smallman R. E., Roberts W. T. — «Phil. Mag.», 1964, v. 9, № 99, p. 517—526.
143. Лайнер Д. И., Крупникова-Перлина Е. И. — Физика металлов и металловедение, 1960, т. 9, № 4, с. 542—544.
144. Брюханов А. А., Иванов В. С., Мороз И. А. и др. — Изв. вуз. Цветная металлургия, 1976, № 3, с. 106—111.
145. Агеев Н. В., Бабарэко А. А., Рубина Е. Б. и др. — Изв. АН СССР. Металлы, 1973, № 5, с. 150—159; 1975, № 2, с. 81—90; 1976, № 6, с. 122—126.
146. Барсуков В. Н., Вишняков Я. Д. — Физика и химия обработки материалов, 1969, № 3, с. 96—113.
147. Спектор Э. Н., Горленко Н. П., Семенова Н. М. — Изв. вуз. Цветная металлургия, 1978, № 3, с. 133—137.
148. Мардян М. Г., Спектор Э. Н., Элиштейн Г. Н. — Изв. вуз. Цветная металлургия, 1981, № 1, с. 80—84.

149. *Бородкина М. М., Песин В. С., Старостин Ю. В.* — Изв. АН СССР. Металлы, 1974, № 4, с. 143—146.
150. *Адамеску Р. А., Кудрявцев И. П.* — Физика металлов и металлостроение, 1965, т. 19, № 2, с. 314—318.
151. *Горбачев В. Н., Молотилов Б. В., Соснин В. В.* — Физика металлов и металлостроение, 1970, т. 29, № 5, с. 1030—1035.
152. *Горелик С. С.* Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1978. 568 с., ил.
153. *Спектор Э. Н., Горленко Н. П., Рахштадт А. Г.* и др. — Физика и химия обработки материалов, 1972, № 3, с. 47—50.
154. *Лариков Л. Н., Боримская С. Т., Жолудь В. В.* Металлофизика. Киев: Наукова думка, 1976, вып. 66, с. 14—22.
155. *Эпштейн Г. Н., Кайбышев О. А.* Высококоростная деформация и структура металлов. М.: Металлургия, 1971. 200 с., ил.
156. *Крупникова-Перлина Е. И., Пучков В. И., Рахштадт А. Г.* и др. — Металловедение медных деформируемых сплавов. М.: Металлургия, 1973. Вып. 39, с. 79—81.
157. *Ху Х.* — В кн.: Возврат и рекристаллизация: Пер. с англ. М.: Металлургия, 1966, с. 273—325.
158. *Спектор Э. Н., Горелик С. С., Рахштадт А. Г.* и др. — Физика металлов и металлостроение, 1964, т. 17, № 3, с. 445—452; 1962, т. 19, № 3, с. 424—421.
159. *Горелик С. С., Спектор Э. Н., Долгая Ж. А.* — Изв. вуз. Цветная металлургия, 1966, № 6, с. 127—129; 1967, № 1, с. 103—104.
160. *Спектор Э. Н., Горелик С. С., Рахштадт А. Г.* — Структура и свойства металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1970, вып. 59, с. 81—96.
161. *Братчиков Ю. С., Адамеску Р. А., Мухаев В. В.* и др. — Изв. АН СССР. Металлы, 1977, № 5 с. 174—179.
162. *Марков Ю. Н., Адамеску Р. А.* — Физика металлов и металлостроение, 1971, т. 32, № 5, с. 1007—1013.
163. *Выдрин В. Н., Гольдштейн В. Я., Агеев Л. М.* и др. — Физика металлов и металлостроение, 1976, т. 41, № 3, с. 571—575.
164. *Барсуков В. Н., Зорина Н. А., Украинцева С. Б.* — В кн.: Труды Всесоюзной межвузовской конференции по текстурам и рекристаллизации в металлах и сплавах. Ч. II. Днепропетровский: изд. Днепропетровского металлургического института, 1969, с. 85—93.
165. *Афанасьев С. В., Горбачев В. Н., Молотилов Б. В.* и др. — Физика металлов и металлостроение, 1971, т. 32, вып. 2, с. 385—395.
166. *Griffiths G., Riley J.* — Acta Metall., 1966, v. 14, № 6, p. 755—759.
167. *Бородкина М. М.* — В кн.: Кристаллическая структура и свойства металлических сплавов. М.: Наука, 1979, с. 146—161.
168. *Nutting J.* — J. Iron Steel Inst., 1969, v. 207, p. 872—893.
169. *Бородкина М. М., Орехова Т. С.* — Металловедение и термическая обработка металлов, 1977, № 2, с. 42—46.
170. *Бородкина М. М., Чусова Г. Ф., Юдкевич М. И.* — Металловедение и термическая обработка, 1969, № 5, с. 46—48.
171. *Канаев А. Т., Лившиц Б. Г., Малинина Р. И.* — Изв. вуз. Черная металлургия, 1971, № 11, с. 139—142.
172. *Миронов Л. В., Булат С. И.* — Физика металлов и металлостроение, 1966, т. 22, № 5, с. 744—749.
173. *Пименов Ю. А., Соколов Б. К., Цейтлин А. М., Самоделкина И. В.* — Физика металлов и металлостроение, 1975, т. 40, № 4, с. 778—786.
174. *Zidek A., Sobeska E., Moucka M.* — Kokove Materialy, 1975, v. 13, № 6, p. 705—715.
175. *Миронов Л. В., Булычева З. Н., Бородкина М. М.* и др. — Изв. АН СССР. Физическая серия, 1975, т. 39, № 7, с. 1466—1471.
176. *Гольдштейн В. Я., Пащенко С. В., Петрова Т. А.* — Физика металлов и металлостроение, 1978, т. 46, № 1, с. 132—135.
177. *Бородкина М. М., Самарина Н. М.* и др. — Изв. АН СССР. Физическая серия, 1975, т. 39, № 7, с. 1478—1482.
178. *Миронов Л. В., Ларина Л. Г.* Электротехнические стали. М.: Металлургия, 1968, № 68, с. 56—59.
179. *Mullins W.* — Acta Metall., 1958, v. 6, № 6, p. 414—420.
180. *Kramer J. J.* — J. Metals, 1964, v. 16, № 1, p. 116—120.
181. *Walter J. L., Dann C. G.* — Trans. AIME, 1960, v. 218, № 6, p. 1033—1039.
182. *Taoka T., Foruboyshi E.* — Trans. Steel Inst. Japan, 1966, № 6, p. 290—297.
183. *Кадыкова Г. Н., Соснин В. В.* — Физика металлов и металлостроение, 1961, т. 11, № 3, с. 382—385.
184. *Брашеван Г. А., Бородкина М. М., Владимиров В. П.* и др. — Физика металлов и металлостроение, 1979, т. 48, № 6, с. 1306—1308.
185. *Taguchi S., Sakakura A.* — Acta Metallurg., 1966, v. 14, № 3, p. 405—409.
186. *Казаджан Л. Б., Молотилов Б. В., Соснин В. В.* Прецизионные сплавы. М.: Металлургия, 1969, вып. 71, с. 119—124.
187. *Змичев А. М., Лустратова Л. С., Монахова Н. В., Соснин В. В.* — Изв. АН СССР. Физическая серия, 1975, т. 39, № 7, с. 1456—1462.
188. *Дурнев В. Д., Пищулина Н. А.* — Науч. тр./ЛПИ 1966, № 271, с. 31—36.
189. *Бородкина М. М., Чусова Г. Ф.* — Физика металлов и металлостроение, 1970, т. 30, № 4, с. 90—96; 1974, т. 37, № 6, с. 1244—1249.
190. *Афанасьев С. В., Потемкин В. Ф., Самарина Н. М., Молотилов Б. В.* — Прецизионные сплавы. М.: Металлургия, 1972. № 1, с. 119—132.
191. *Гольдштейн В. Я.* Структура и свойства электротехнических сталей. Свердловск, 1977 (Труды УИФМ АН СССР), вып. 33, с. 33—41.
192. *Burgers W. G., Tedenra T. G.* — Acta Metall., 1951, v. 1, № 2, p. 234—237.
193. *Stobo J. J.* — Acta Metall., 1958, v. 13, № 8, p. 935—936.
194. *Beck P.* — Acta Metall., 1953, v. 1, p. 230—235.
195. *Lucke K.* и др. — Z. Metallkunde, 1956, Bd 47, № 1, S. 57—60, 1970, Bd 61, S. 230—235.
196. *Тигоров Д. Б., Гервасьева И. В.* — Изв. АН СССР. Физическая серия, 1979, т. 43, № 7, с. 1404—1406.
197. *Rowland P.* — J. Inst. Metals, 1954—5, v. 83, № 12, p. 455—459.
198. *Verbrak C. A.* — Acta Metall., 1958, v. 6, p. 580—584.
199. *Stadelmaier H., Brown B.* — Z. Metallkunde, 1956, Bd 47, № 1, S. 1—11.



200. *Бородкина М. М., Белоусова Н. С.* — Физика металлов и металловедение, 1974, т. 37, № 5, с. 1082—1088; 1974, т. 38, № 6, с. 1244—1249.
201. *Vollmann W.* — J. Inst. Metals., 1959, v. 87, № 12, p. 439—443.
202. *Лившиц Б. Г., Новиков В. Ю., Рощина Л. В.* — Физика металлов и металловедение, 1968, т. 26, № 5, с. 865—866.
203. *Люкке К., Штюве Г.* — В кн.: Возврат и рекристаллизация металлов: / Пер. с нем. М.: Металлургия, 1966, с. 157—160.
204. *Ост К., Ратгер Д.* — В кн.: Возврат и рекристаллизация металлов: / Пер. с нем. М.: Металлургия, 1966, с. 123—127.
205. *Kronberg M., Wilson F.* — Trans. AIME, 1949, v. 185, p. 501—505.
206. *Новиков В. Ю., Керн Ф., Баласубраманиан М. С. Н., Шпакиевич Ш.* — Изв. АН СССР. Физическая серия, 1975, т. 39, № 7, с. 1487—1490.
207. *Karnhaler H., Stangler F.* — Acta Metall., 1967, v. 5, № 15, p. 921—923.
208. *Воробьев Г. М., Шмырев И. П.* — Физика металлов и металловедение, 1966, т. 22, № 2, с. 314—316.
209. *Воробьев Г. М., Величко М. Т., Кривуша Л. С.* — Изв. АН СССР. Физическая серия, 1975, т. 39, № 7, с. 1463—1465.
210. *Авраамов Ю. С., Новиков В. Ю., Семенов В. М.* — Физика металлов и металловедение, 1966, т. 22, № 2, с. 273—275.
211. *Авраамов Ю. С., Новиков В. Ю., Семенов В. М.* — Изв. вуз. Черная металлургия, 1966, № 9, с. 120—124.
212. *Тагута С.* — *Нихон Киндзоку Гаккай Кайхо*, 1974, v. 13, № 1, с. 49—57.
213. *Bunge H. J.* In Quantitative Analysis of Textures, Proc. of the international seminar, Cracov, sept., 1971, p. 33—58.
214. *Pospich J., Truszkowski W. u. a.* — In Texture & Properties of Materials, Metall Soc., Cambridge Confer. of Texture, 1975, p. 23—33.
215. *Hu H., Cline R. S., Goodman S. R.* In Recrystall., Grain Grows & Texture, ASM Metals, 1966, p. 295—305.
216. *Schlafer D., Bunge H. J.* — Texture, 1974, v. 1, № 1, p. 157—171.
217. *Schreiter U., Kleinstück K., Tobisch J. u. a.* — Kristall und Technik, 1979, Bd 14, № 5, S. 575—580.
218. *Бажан Л. А., Меженный Ю. О., Сенчикин А. П.* и др. — Изв. вуз. Черная металлургия, 1975, № 11, с. 139—144.
219. *Зуева И. В., Меженный Ю. О., Скаков Ю. А.* — Металловедение и термическая обработка металлов, 1972, № 11, с. 5—8.
220. *Кайбышев О. А.* Пластичность и сверхпластичность металлов. М.: Металлургия, 1975, 279 с., ил.
221. *Тихонов А. С.* Эффект сверхпластичности металлов и сплавов. М.: Наука, 1978. 150 с., ил.
222. *Портной В. К., Новиков И. И., Ефремов Б. Н.* — ДАН СССР, 1976, т. 230, № 5, с. 1142—1144.
223. *Портной В. К., Новиков И. И., Никифорова И. И.* — ДАН СССР, 1979, т. 248, № 4, с. 854—856.
224. *Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А.* Физические основы прочности тугоплавких металлов. Киев: Наукова думка, 1975. 315 с., ил.
225. *Микляев П. Г., Фридман Я. Б.* Анизотропия механических свойств материалов. М.: Металлургия, 1969. 269 с., ил.
226. *Рахштадт А. Г.* Пружинные стали и сплавы. М.: Металлургия, 1971. 496 с., ил.
227. *Панин В. Е., Дударев Е. Ф., Бушнев Л. С.* Структура и механические свойства твердых растворов замещения. М.: Металлургия, 1971. 205 с., ил.
228. *Бабарко А. А.* — В кн.: Металловедение и термическая обработка. Серия «Итоги науки и техники». М.: ВИНТИ, 1980, № 13, с. 79—148.
229. *Спектор Э. Н., Горелик С. С., Рахштадт А. Г.* — Изв. вуз. Цветная металлургия, 1971, № 4, с. 132—134.
230. *Ершова Л. П., Губчевский В. П., Немкина Э. Д.* и др. — Изв. АН СССР. Физическая серия, 1975, т. 39, № 7, с. 1519—1522.
231. *Горленко Н. П., Рахштадт А. Г., Спектор Э. Н.* и др. — Физика металлов и металловедение, 1971, т. 32, № 5, с. 1091—1097.
232. *Пучков Б. И., Рахштадт А. Г., Рогельберг И. Л.* — Физика металлов и металловедение, 1963, т. 16, № 5, с. 781—786.
233. *Пузей И. М., Мологиллов Б. В.* Прецизионные сплавы. М.: Металлургия, 1960, вып. 23, с. 150—160.
234. *Odami J.* — J. Appl Physics, 1964, v. 35, № 3, p. 865—869.
235. *Дружинин В. В., Прасова Т. И., Чистяков В. К.* и др. — Изв. АН СССР. Физическая серия, 1970, т. 34, № 2, с. 226—229.
236. *Дружинин В. В.* Магнитные свойства электротехнической стали. М.: Энергия, 1974. 222 с., ил.
237. *Хоникомб Р.* Пластическая деформация металлов: Пер. с англ. М.: Мир, 1972. 403 с., ил.
238. *Полухин П. И., Зауольников Д. Н.* Качество листа и режимы непрерывной прокатки. Алма-Ата: Наука, 1974, 399 с., ил.
239. *Громов Н. П., Смирнова А. Г., Бородкина М. М.* — Сталь, 1963, № 11, с. 1049—1053.
240. *Бабарко А. А., Белоусова Н. С., Ильин А. А.* и др. — Металлы, 1979, № 3, с. 147—155.
241. *Евстюхин А. И., Перлович Ю. А.* — В кн.: Металлургия и металловедение чистых металлов. М.: Атомиздат, 1973, с. 27—43.
242. *Гольдштейн В. Я.* — Физика металлов и металловедение, 1977, т. 43, № 5, с. 1008—1010.
243. *Авраамов Ю. С., Мологиллов Б. В., Науманн Г., Самарина Н. М.* — Электротехнические стали. М.: Металлургия, 1968, № 68, с. 11—15.
244. *Уманский Я. С., Скаков Ю. А.* Физика металлов. М.: Атомиздат, 1978. 352 с., ил.
245. *Курдюмов Г. В., Утевский Л. М., Этин Р. И.* Превращения в железе и стали. М.: Наука, 1977. 288 с., ил.
246. *Dickson M., Stratton R.* — J. Appl. Cryst., 1972, № 5, p. 107—116.
247. *Горелик С. С., Спектор Я. И., Спектор Э. Н.* — Физика металлов и металловедение, 1964, т. 17, с. 474—476, вып. 3.
248. *Гольдштейн В. Я.* — Заводская лаборатория, 1973, т. 39, № 6, с. 707—710.
249. *Edington J., Melton K., Cutler C.* — Proor Mater. Sci., 1976, v. 21, № 2, p. 61—66.
250. *Бернштейн М. Л., Займовский В. А.* Структура и механические свойства металлов. М.: Металлургия, 1970, 472 с., ил.
251. *Chou V. T.* — Acta Metall., 1965, v. 13, № 3, p. 258—262; 1964, 12, № 3, p. 305—308.
252. *Павлов В. А.* Физические основы холодной деформации о. ц. к. металлов. М.: Наука, 1978. 208 с., ил.
253. *Hatherly M., Dillamore I. J.* — J. Australian Inst. Met., 1975, v. 20, № 2, p. 71—84.

ИБ № 1570

**Мария Михайловна Бородкина**  
**Этель Николаевна Спектор**

**РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ  
ТЕКСТУРЫ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ**

Редактор издательства *В. Н. Парцевский*  
Художественный редактор *А. И. Гофштейн*  
Технический редактор *М. И. Воскобойникова*  
Корректоры *В. М. Гріднева, Г. Т. Петрова*  
Обложка художника *Н. Н. Аникушина*

Сдано в набор 20.04.81. Подписано в печать 10.09.81. Т-23535. Формат бумаги 84×108<sup>1</sup>/<sub>32</sub>. Бумага типографская № 1. Гарнитура литературная. Печать высокая. Усл. печ. л. 14,28. Усл. кр.-отт. 14,6. Уч.-изд. л. 15,71. Тираж 2490 экз. Заказ № 746. Цена 85 к. Изд. № 3744

Издательство «Металлургия», 119034, Москва, Г-34,

2-й Обыденский пер., д. 14

Владимирская типография «Союзполиграфпрома» при Государственном комитете СССР по делам издательств, полиграфии и книжной торговли. 600000, г. Владимир, Октябрьский проспект, д. 7