

***Иван Анатольевич Батаев<sup>1\*</sup>, Кемал Исметович Эмурлаев<sup>1</sup>, Евгений Дмитриевич Головин<sup>1</sup>***

<sup>1</sup>Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск, Россия

\**i.bataev@corp.nstu.ru*

## АНАЛИЗ ЭВОЛЮЦИИ СТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДИФРАКЦИИ СИНХРОТРОННОГО РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

В материаловедении для изучения структуры металлов и сплавов часто применяют рентгеноструктурный анализ (РСА). С использованием современных методов профильного анализа, таких как модифицированный метод Вильямсона-Холла и модифицированный метод Уоррена-Авербаха, можно определить размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) и особенности дислокационной структуры образцов. Для достижения высокого качества дифракционных картин необходимо применять специализированные источники синхротронного излучения. В данной работе рассматриваются примеры применения профильного анализа для изучения изменений в микроструктуре материалов в процессе деформационного, теплового и фрикционного воздействий.

Ключевые слова: синхротронное излучение, профильный анализ, микроструктура, трение, деформация, нагрев, дислокации.

***Ivan A. Bataev, Kemal I. Emurlaev, Eugeny D. Golovin***

## CHARACTERIZATION OF MATERIALS STRUCTURE USING SYNCHROTRON X-RAY DIFFRACTION

In materials science, X-ray diffraction analysis (XRD) is often used to study the structure of metals and alloys. Using modern methods of peak profile analysis, such as the modified Williamson-Hall method and the modified Warren-Averbach method, it is possible to determine the size of coherent scattering regions (CSR) and the features of the dislocation structure of samples. To achieve high-quality diffraction patterns, it is necessary to use specialized synchrotron radiation sources. This paper discusses few specific cases when peak profile analysis was used to study changes in the microstructure of materials during deformation, thermal and frictional impacts.

*Key words:* synchrotron radiation, peak profile analysis, microstructure, friction, deformation, heating, dislocations.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) является одним из наиболее мощных инструментов, предназначенных для исследования структуры материалов. Данный метод в значительной степени связан с профильным анализом, который позволяет наиболее точно определить такие параметры

дифракционных максимумов, как их положение, интенсивность и ширину на половине высоты (так называемую полуширину пика). На основании перечисленных параметров с использованием различных моделей возможно охарактеризовать микроструктуру образца. Наиболее часто РСА применяется для оценки размера областей когерентного рассеяния (ОКР), а также микроискажений кристаллической решётки. Для большинства материалов характерно уменьшение размеров ОКР и увеличение микроискажений решётки в результате накопления дефектов кристаллической структуры, в частности повышения плотности дислокаций и формирования границ различного рода. Для оценки размеров ОКР и вычисления микроискажений, в частности, широко используются модели Шеррера, Стокса и Вильямсона-Холла. Более сложные модели, такие, как например, модифицированный метод Вильямсона-Холла и модифицированный метод Уоррена-Авербаха позволяют также оценить плотность дислокаций, их распределение по типу (краевые/винтовые), их распределение в пространстве (хаотическое или равномерное), а также множество других параметров микроструктуры.

Современным подходом к проведению РСА является использование источников синхротронного рентгеновского излучения. Во-первых, такой подход позволяет существенно сократить время проведения эксперимента с нескольких часов до нескольких секунд или даже долей секунды. Таким образом, появляется возможность проведения *in-situ* и *operando* исследований. Во-вторых, оборудование исследовательских станций большинства современных специализированных источников синхротронного излучения обеспечивает высокую монохроматичность пучков. В-третьих, малый размер пучков позволяет существенно локализовать область анализа, что позволяет использовать исследовательскую станцию в режиме сканирующего микроскопа.

В данной работе коротко перечислены некоторые работы коллектива Новосибирского государственного технического университета, связанные с исследованием структуры материалов методами РСА с использованием синхротронной рентгеновской дифракции.

Исследования проводились на нескольких источниках. В частности, в ESRF (линия ID13), в DESY: PETRA III (линия P07), а также на источнике ВЭПП-4 (станция 8-А). На линии ID13 (ESRF) проводились исследования эволюции микроструктуры поверхности в процессе трения. С этой целью была разработана специализированная установка, представленная на рисунке 1. Более подробно ее работа описана в статьях [1-3]. В процессе работы установки поверхностный слой материала подвергался фрикционному воздействию и от него регистрировались дифракционные картины (рисунок 2). Исследования проводились на различных материалах, в частности углеродистых и легированных сталях.

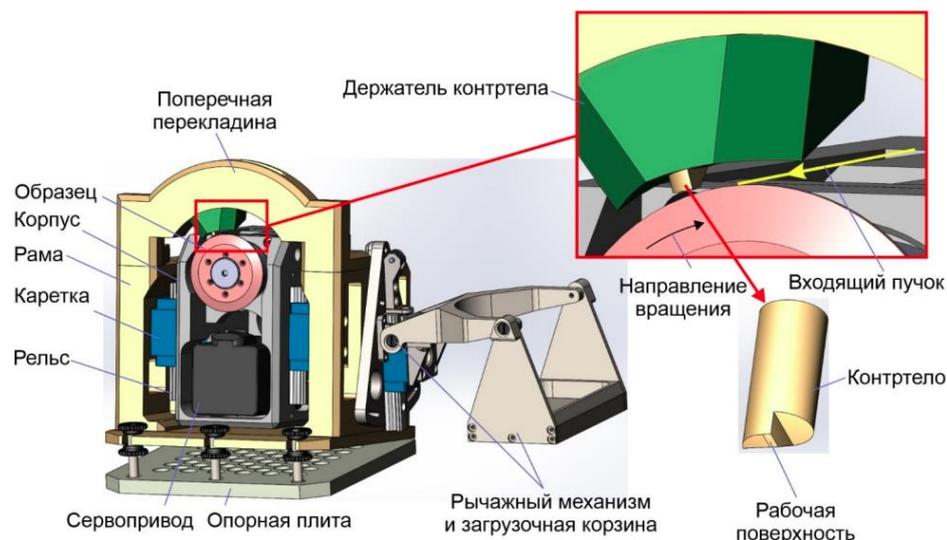


Рис. 1. Экспериментальная установка для проведения испытаний на трение, позволяющая анализировать поверхностный слой образца с использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения

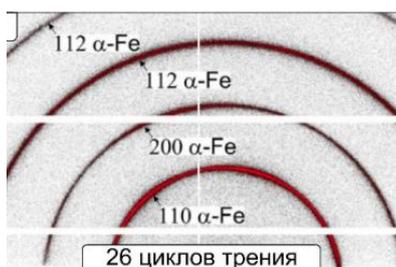


Рис. 2. Типичная дифрактограмма, получаемая в процессе работы установки, представленной на рисунке 1

Работы на линии P07 (PETRA III) и станции 8-A (ВЭПП-4) проводились с использованием имеющегося на данных установках оборудования (печей, машин растяжения/сжатия и т.д.).

Примеры использования современных моделей профильного анализа для оценки параметров микроструктуры представлены на рисунках 3 и 4. Так, на рисунке 3а можно наблюдать, что в процессе фрикционного воздействия полуширина дифракционных пиков быстро увеличивается в течение первых нескольких десятков циклов фрикционного воздействия после чего достигает пороговой величины, вокруг которой происходят последующие колебания. Применение модифицированного метода Вильямсона-Холла позволяет заметить, что в течение большей части эксперимента происходит монотонный рост доли краевых дислокаций и снижение доли винтовых дислокаций.

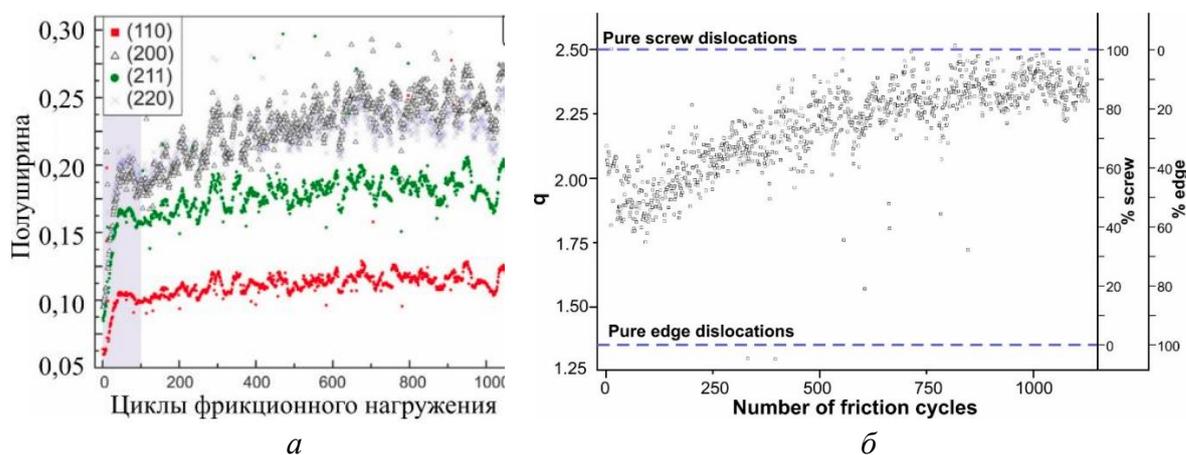


Рис. 3. Примеры использования современных моделей профильного анализа для оценки параметров микроструктуры: *а* – изменение полуширины дифракционных пиков в процессе трения; *б* – изменение соотношения краевых и винтовых дислокаций в процессе трения

На рисунке 4 показано изменение плотности дислокаций в процессе нагрева деформированного титанового сплава ВТ1-0. Из представленной диаграммы следует интересный факт. Начальный момент нагрева деформированного материала сопровождается слабым, однако измеримым увеличением плотности дислокаций. Стоит отметить, что данный факт сложно зафиксировать другими методами. В наших работах такой эффект отмечался как в чистом титане, так и в сплаве Ti-45Nb, а также в других материалах (железо, никель) [4,5]. При дальнейшем повышении температуры (в данном случае выше 600 К) происходит резкое снижение плотности дислокаций, что свидетельствует о протекании процессов полигонизации и рекристаллизации.

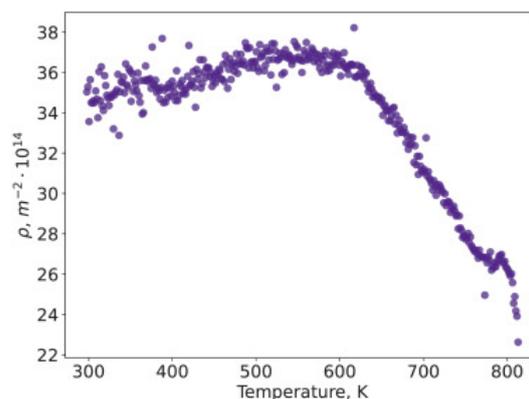


Рис. 4. Изменение плотности дислокаций в процессе нагрева деформированного титанового сплава ВТ1-0

*Работа выполнена в рамках проекта FSUN-2020-0014(2019-0931)) “Исследование метастабильных структур, формируемых на поверхностях и границах раздела материалов при экстремальном внешнем воздействии”.*

## REFERENCES

1. Rosenthal M. Friction-induced phase transformations and evolution of microstructure of austenitic stainless steel observed by operando synchrotron X-ray diffraction / M. Rosenthal [et al.] // *Acta Materialia*. 2022. V. 234. P. 118033.
2. Bataev I. A. A novel operando approach to analyze the structural evolution of metallic materials during friction with application of synchrotron radiation / I. A. Bataev [et al.] // *Acta Materialia*. 2020. V. 196. P. 355–369.
3. Bataev A. A. A novel device for quasi in situ studies of materials microstructure during friction / A. A. Bataev [et al.] // *Materials Performance and Characterization*. 2018. V. 7(3). P. 330-339.
4. Ivanov J. J. Anomalous growth of dislocation density in titanium during recovery / J. J. Ivanov [et al.] // *Materials Today Communications*. 2023. 35. P. 106298
5. Ivanov I. V. Rearrangements of dislocations during continuous heating of deformed  $\beta$ -TiNb alloy observed by in-situ synchrotron X-ray diffraction / I. V. Ivanov [et al.] // *Materials Characterization*. 2020. V. 166. P. 110403