

УДК 620.179.18

ИССЛЕДОВАНИЕ ЗЕРЕННОЙ И ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ НАНОСТРУКТУРНЫХ МЕХАНОСПЛАВЛЕННЫХ УГЛЕРОДИСТЫХ СТАЛЕЙ СМWP-МЕТОДОМ¹

© В. А. Волков, И. А. Елькин, А. А. Чулкина²*Статья поступила 3 февраля 2015 г.*

На примере механосплавленных порошковых сталей ($\text{Fe}_{95,5}\text{C}_{4,5}$, $\text{Fe}_{90,6}\text{Si}_5\text{C}_{4,4}$, $\text{Fe}_{92,5}\text{Cr}_3\text{C}_{4,5}$) сравнивали различные методы анализа рентгеновских дифракционных данных. Показано, что традиционные методы анализа рентгенограмм, такие как, например, метод Вильямсона – Холла, не подходят для исследования структуры наноструктурных сталей. Зеренную и дислокационную структуру этих материалов изучали при помощи полнопрофильного СМWP-метода. Определены средние размеры блоков когерентного рассеяния и их распределение по размерам, а также плотности дислокаций и их характеристики в зависимости от легирования и температуры отжига. В результате отжигов механически сплавленных сталей формируется бимодальная зеренная структура вследствие избирательного роста зерен. Плотность дислокаций и эволюция дислокационной структуры при отжигах находятся в сильной зависимости от типа легирующего элемента.

Ключевые слова: рентгеновская дифракция; дислокационная структура; наноматериалы; стали; размер зерна; микроискажения.

Одна из тенденций современного материаловедения — все более широкое использование наноструктурированных материалов, которые имея даже тот же химический состав, что и крупнокристаллические аналоги, обладают другим комплексом свойств. Изменение свойств во многом связано со значительным увеличением удельной площади межзеренных границ. В отношении механизмов деформации таких материалов можно отметить уменьшение роли дислокационного скольжения и увеличение вкладов двойникования и межзеренного проскальзывания. Это приводит к тому, что известное соотношение Холла – Петча для зависимости прочности от размера зерна, начиная с определенного уровня этого размера (около 40 нм), перестает выполняться [1].

Существует большое количество способов получения наноструктурированных материалов. Это и консолидация порошков, и отжиг аморфных сплавов, напыление пленок и др. [2]. Одни из наиболее пер-

спективных — методы, связанные с интенсивной пластической деформацией (ИПД). К ним, в частности, относятся равноканальное угловое прессование, кручение под высоким давлением в наковальнях Бриджмена, помол в шаровых мельницах. Равноканальным угловым прессованием и его модификациями получают объемные наноструктурированные материалы с уникальным сочетанием прочности и пластичности [3]. Другим хорошо известным методом ИПД — кручением под высоким давлением, получают образцы в виде тонких пластинок. Особая ценность метода заключается в том, что благодаря высокому квазигидростатическому давлению даже для относительно малопластичных материалов удается достигать очень высоких степеней деформирования. Помимо нанокристаллического состояния благодаря пластическому деформированию методами ИПД получают сплавы из смесей чистых компонентов или промежуточных фаз. При этом удается сплавлять компоненты, которые обычными металлургическими способами не сплавляются. Особенно эффективен такой метод деформационного сплавления (механосплавления), как помол в шаровых мельницах [4], при котором сплавы по-

¹ Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 14-03-00044.

² Физико-технический институт УрО РАН, г. Ижевск, Россия; e-mail: volkov@ftiudm.ru

лучают в виде порошков. Размер частиц порошка составляет от единиц до десятков микрон, а размер зерен — от единиц до десятков нанометров. Несмотря на то что наноструктурированным сплавам в виде тонких пластинок или порошков можно найти применение они ценны, прежде всего, как модельные, позволяющие исследовать закономерности формирования наноструктурного состояния в сплавах различных составов.

Материал, полученный методом ИПД, имеет высокую степень дефектности и искажений кристаллической решетки нанозерен, неравновесный характер их границ, что существенным образом сказывается на его диффузионных, физических и механических свойствах [3, 5 – 7].

Применение прямого метода исследования структуры — просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) — для анализа наноматериалов с очень высокой степенью дефектности затруднено. Кроме того, существуют методические сложности при приготовлении образцов для ПЭМ из порошков микронных размеров. Другие методы структурного анализа, такие как, например, Atom-Probe Tomography (APT) и Local Electrode Atom Probe (LEAP), для исследования напряженного состояния материала непригодны [8]. Поэтому совершенствование уже хорошо известных методов анализа тонкой структуры материалов (рентгеноструктурного анализа (РСА) и др.) представляется перспективным.

В настоящее время разработаны новые подходы в РСА-исследованиях дисперсной и искаженной структуры материалов, один из которых — CMWP-метод (Convolutional Multiple Whole Profile fitting method) [9, 10]. Он основан на том, что все микроискажения в поликристаллической структуре можно связать с дислокациями и дислокационно подобными дефектами [11, 12]. С его помощью можно получить данные по блокам когерентного рассеяния и дефектам кристаллического строения, вызывающим уширение дифракционных линий, определять характеристики двойников и дефектов упаковки, анализировать текстурированные образцы. При использовании CMWP-метода, по существу являющегося развитием классического метода Уоррена – Авербаха, надо помнить, что им определяются характеристики эффективных дислокаций, которые приводили бы к тем же искажениям кристаллической решетки, что и настоящие дислокации. Из [3, 8, 13 – 15] следует, что CMWP-данные хорошо согласуются с результатами, полученными методами электронной микроскопии высокого разрешения.

Цель работы — на порошковых углеродистых механосплавленных в шаровой планетарной мельнице сталях с использованием CMWP-метода исследовать характеристики нанозеренной и дефектной структуры в зависимости от легирования Cr или Si, а также эволюцию сталей при отжигах.

Механосплавление (МС) порошков составов $\text{Fe}_{95,5}\text{C}_{4,5}$, $\text{Fe}_{90,6}\text{Si}_{5}\text{C}_{4,4}$, $\text{Fe}_{92,5}\text{Cr}_{3}\text{C}_{4,5}$ проводили в шаровой планетарной мельнице Fritch Pulverisette-7 в атмосфере аргона в течение 18 ч. Для изготовления образцов использовали порошки железа (марка ОСЧ 13-2, чистота 99,98 %), хрома (чистота 99,9 %), кремния (чистота 99,99 %) и графита (чистота 99,99 %). Размольные сосуды мельницы объемом 45 мл и шары диаметром 10 мм были изготовлены из стали ШХ15. Соотношение массы шаров к массе загружаемого порошка составляло 9:1. Отжиг синтезированных порошковых образцов осуществляли в атмосфере аргона в течение 1 ч. Рентгеновские исследования выполняли на автоматизированном дифрактометре ДРОН-3 в $\text{CuK}\alpha$ -излучении, фильтрованном графитовым монохроматором. Съемку проводили в непрерывном режиме со скоростью 1/8 град/мин и угловым интервалом $0,05^\circ$, что эквивалентно времени экспозиции в точке, равной 24 с. Инструментальное уширение дифрактометра учитывали при помощи отожденного при 800°C в вакууме порошка высокочистого железа. Уширение линий анализировали с использованием пакета программ MIS&S [16]. Полнопрофильное исследование дифракционных линий проводили с помощью пакета программ CMWP, расчет контраст-фактора — с применением программы ANIZC [17]. При расчете дислокационной структуры использовали следующие характеристики: вектор Бюргерса $\mathbf{b} = \frac{a}{2}\langle 111 \rangle = 0,248237 \text{ нм}$ (a — параметр решетки α -железа) [18] и значение контраст-фактора $C_{h00} = 0,2547$.

На рис. 1, а приведены зависимости физического уширения рентгеновских дифракционных линий (ΔK) и интегральной ширины линий отожденного железа от дифракционного вектора ($K = 2 \sin(\theta)/\lambda$). Видно, что шаровой помол приводит к очень сильному уширению линий, вызванному наноразмерным состоянием феррита и высоким уровнем микроискажений.

Исследовать дисперсность и микроискажения кристаллитов можно стандартным методом Вильямсона — Холла, основанном на зависимости уширения линий от величины дифракционного вектора, характеризующего угловое положение линий на дифрактограмме [19, 20]:

$$\Delta K = 1/d + 2\varepsilon K. \quad (1)$$

Из уравнения (1) следует, что при линейной аппроксимации данных, представленных в виде графика, построенного в осях физическое уширение ΔK — дифракционный вектор K , отрезок, отсекаемый аппроксимирующей прямой на оси ΔK , будет обратно пропорционален размеру блоков когерентного рассеяния (d), а по наклону прямой можно определить величину максимальных микроискажений (ε). Однако в нашем случае экспериментальные данные (см. рис. 1, а) имеют значительный разброс (т.е. линейная аппроксимация невозможна), характер которого закономерно

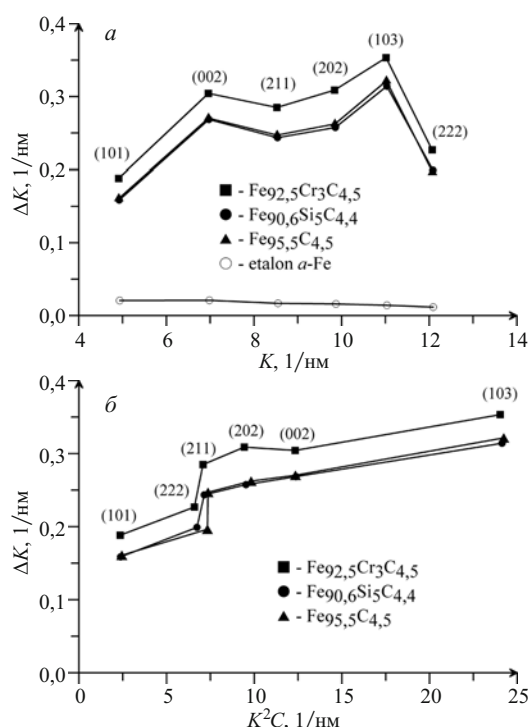


Рис. 1. Изменения физического уширения дифракционных линий, полученные по классическому (а) и модифицированному (б) методам Вильямсона – Холла

повторяется у всех исследуемых сталей. Он вызван анизотропией кристаллов и очень высоким уровнем микроискажений.

Отклонения от зависимости Вильямсона – Холла учитывают при помощи контраст-фактора $\bar{C}$ (когда его влияние невелико, отклонения не принимали во внимание), отражающего дислокационную природу искажений и связанного с тем, что под действием одинаковых напряжений в направлениях, перпендикулярных отражающим плоскостям, возникают различные по величине упругие деформации кристаллической решетки. Для учета контраст-фактора используют модифицированный метод Вильямсона – Холла [21]:

$$\Delta K = \frac{1}{d} + \alpha \left(K \sqrt{\bar{C}} \right)^2, \quad (2)$$

где α — величина среднеквадратических микроискажений, вызванных дислокациями. Для случая кристаллов с кубической симметрией

$$\bar{C} = \bar{C}_{h00}(1 - qH^2), \quad (3)$$

$$H^2 = \frac{h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad (4)$$

(h, k, l — индексы Миллера; q — параметр, зависящий от типа дислокаций).

При модифицированном методе Вильямсона – Холла, основанном, как и СМWP-метод, на том, что напряжения в кристалле вызваны дислокациями и дислокационно подобными дефектами, строят зависимость физического уширения рентгеновских дифрак-

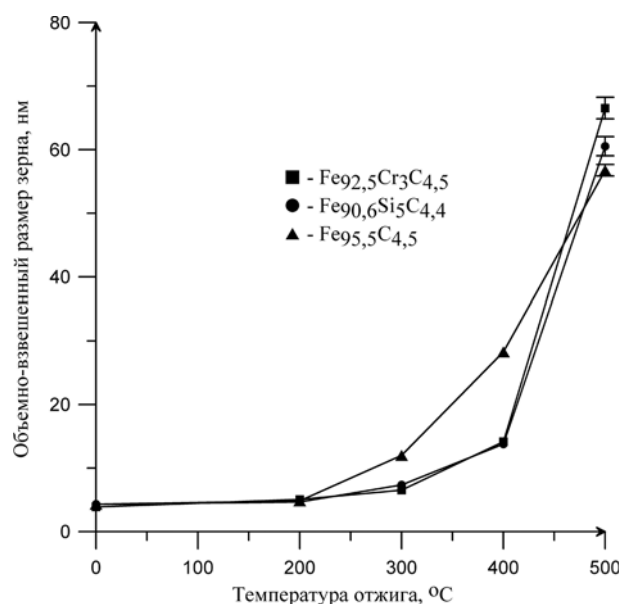


Рис. 2. Зависимости объемно-взвешенного среднего размера кристаллитов сталей от температуры отжига

ционных линий ΔK от $K\sqrt{\bar{C}}$ или от $K^2\bar{C}$ [22, 23]. При этом, как и в случае его стандартного аналога, линейная аппроксимация позволяет оценить размер блоков когерентного рассеяния и микроискажения, вызванные дислокациями (α), однако для наших экспериментальных данных (см. рис. 1, б) она из-за отклонений (разброса) также не применима.

Дальнейшее исследование тонкой структуры механосплавленных порошковых сталей проводили с использованием полнопрофильного СМWP-метода.

На рис. 2 приведены зависимости объемно-взвешенных средних размеров кристаллитов от температуры отжига. Видно, что средние размеры кристаллитов в исходном состоянии близки для всех сталей (3–4 нм), практически не меняются после отжига при 200 °C и монотонно увеличиваются (до 60 нм) по мере повышения температуры. Увеличение размеров происходит с различной скоростью в зависимости от легирования. Если для нелегированной стали заметное ускорение роста наблюдается уже при 300 °C, то для легированных сталей — только после 400 °C.

Изменения в зеренной структуре сталей можно оценить, анализируя эволюцию распределений зерен по размерам. В исходном механосплавленном состоянии (без термообработки) распределение принимают лонгнормальным [8, 24–26]. В результате отжигов его характер меняется (рис. 3, а–в). В стали $\text{Fe}_{95,5}\text{C}_{4,5}$ после отжигов при 200 и 300 °C, а в сталях $\text{Fe}_{90,6}\text{Si}_5\text{C}_{4,4}$ и $\text{Fe}_{92,5}\text{Cr}_3\text{C}_{4,5}$ также и после отжигов при 400 и 500 °C медианные размеры кристаллитов становятся меньше по сравнению с исходным состоянием (пики сдвинуты в сторону меньших значений размеров зерен). Изменения в распределениях с ростом температуры отжига в зависимости от легирования различны. Так, несмотря на то, что графики зависимости сред-

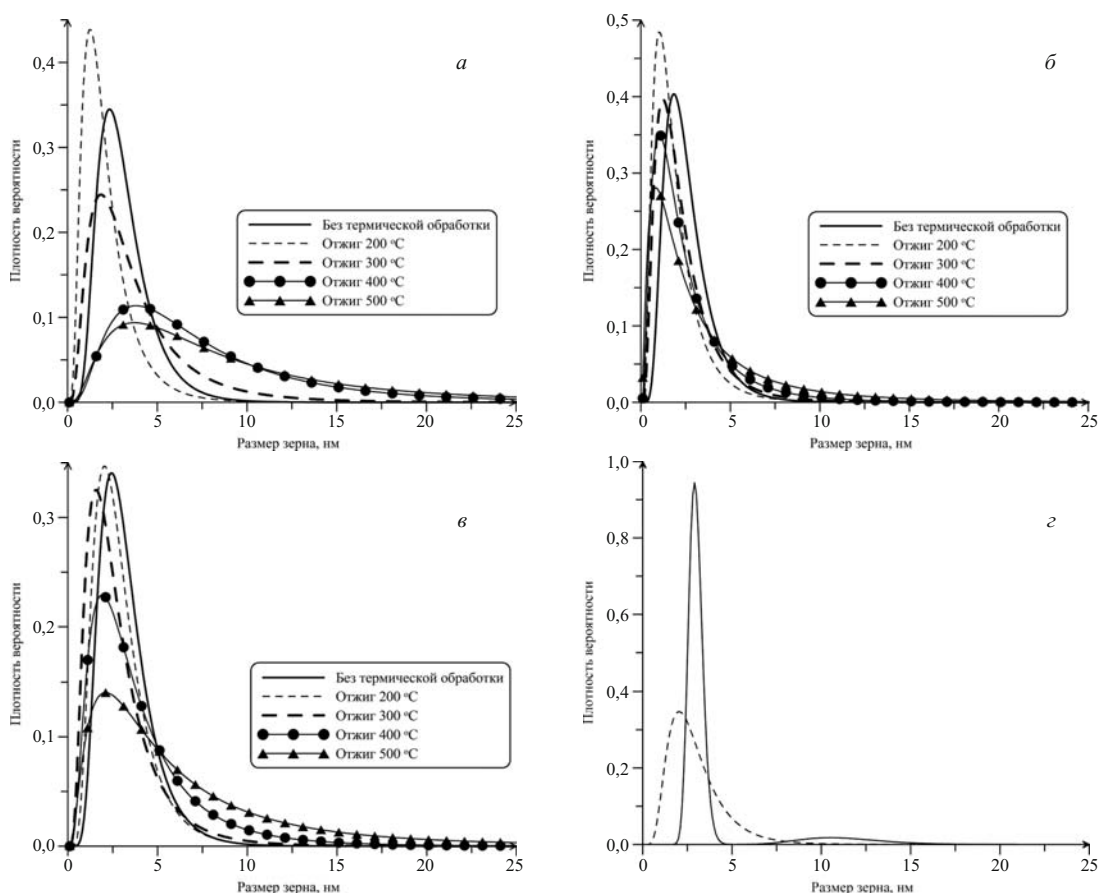


Рис. 3. Распределение кристаллитов по размерам: *а* — $\text{Fe}_{95,5}\text{C}_{4,5}$; *б* — $\text{Fe}_{92,5}\text{Cr}_3\text{C}_{4,5}$; *в* — $\text{Fe}_{90,6}\text{Si}_5\text{C}_{4,4}$; *г* — логнормальное (пунктир) и бимодальное (сплошная линия) распределения, соответствующие одинаковому значению среднего размера зерен

них размеров зерен от температуры отжига (см. рис. 2) для $\text{Fe}_{90,6}\text{Si}_5\text{C}_{4,4}$ и $\text{Fe}_{92,5}\text{Cr}_3\text{C}_{4,5}$ практически совпадают, характер изменений в распределениях (см. рис. 3, *б* и *в*) заметно отличается. Еще большие различия в эволюции распределений наблюдаются между легированными и нелегированной сталями.

Смещение вершин распределений после отжигов (особенно это заметно после отжигов при 200 – 300 °C) в область меньших размеров зерен по сравнению с исходным состоянием возможно в том случае, если в результате дислокационных перестроек происходит разбиение зерен на несколько блоков. Однако этим нельзя объяснить монотонное увеличение при отжигах средних размеров зерен (см. рис. 2). Мы полагаем, что изменения в распределениях (см. рис. 3) связаны с избирательностью роста. Так, даже небольшая часть кристаллитов при достижении больших размеров может внести решающий вклад в значение среднего размера зерен.

На рис. 3, *г* представлен пример логнормального и бимодального распределений, соответствующих одному и тому же значению объемно-взвешенного среднего размера кристаллитов. Примем, что бимодальное распределение получилось вследствие ускоренного роста небольшого числа зерен исходного распределения, которое при этом мало изменилось (главный пик). Тогда пик логнормального распределения оказы-

вается сдвинутым в сторону меньших размеров зерен по отношению к исходному распределению (главному пику бимодального распределения). Что-то подобное наблюдается и у исследуемых сталей. Известно, что в нанокристаллических материалах процессы возврата и рекристаллизации протекают при значительно более низких температурах по сравнению с крупнокристаллическими, поэтому неудивительно, что избирательный рост зерен в исследуемых сталях происходит уже при температурах 200 – 300 °C [27].

Стали после МС характеризуются очень высокой плотностью дислокаций (рис. 4) — до $0,1 \text{ нм}^{-2}$ (10^{13} см^{-2}), близкой к предельному значению для железа [28]. Наиболее высокая плотность наблюдается в стали $\text{Fe}_{92,5}\text{Cr}_3\text{C}_{4,5}$ (более чем в два раза превышает плотности в двух других образцах). Она соответствует высокому уровню запасенной материалом энергии, которая стремится релаксировать. Это приводит к тому, что уже при нагреве до 300 °C происходит активное перераспределение и аннигиляция дислокаций. Их плотность падает до тех же значений, что и в нелегированной стали. У $\text{Fe}_{95,6}\text{Si}_5\text{C}_{4,4}$ она уменьшается до этих значений только после отжига при 400 °C. Наблюдаемые эффекты можно объяснить тем, что углерод в присутствии хрома наиболее сильно связан с ядрами дислокаций, и это обеспечивает сохранение высокой плотности дислокаций в механо-

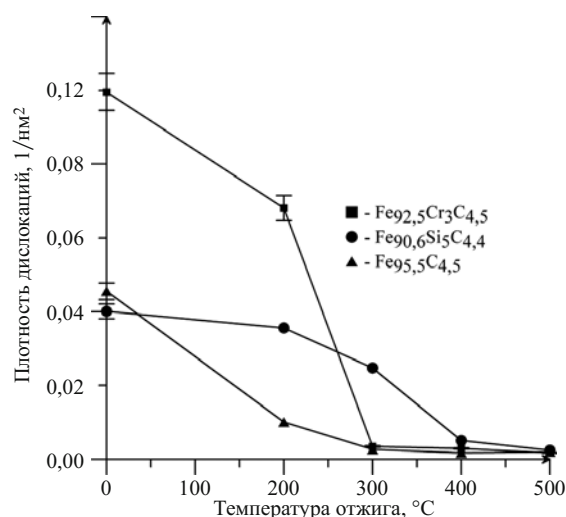


Рис. 4. Зависимость плотности дислокаций от температуры отжига

синтезированном сплаве. Выше 300 °C тепловое движение атомов разрушает эту связь и дислокации начинают активно двигаться. Более высокую стабильность дислокационной структуры в Fe_{95,6}Si₅C_{4,4} можно объяснить тем, что кремний эффективно снижает энергию дефектов упаковки. Это ведет к расщеплению дислокаций и ограничению их подвижности.

На рис. 5. представлены изменения протяженности упругого поля единичной дислокации (R_e), определяемые плотностью дислокаций и их распределением по объему зерна. Показатель R_e зависит от легирования и коррелирует с изменением плотности дислокаций (см. рис. 4). Его можно интерпретировать следующим образом. Дислокации при их большой плотности в механосинтезированных сплавах образуют неупорядоченные структуры, в которых поля упругих напряжений единичных дислокаций в значительной степени экранируются совокупным полем искажений от остальных дислокаций.

На протяженность упругого поля дислокаций оказывает влияние также характер их распределения. При образовании упорядоченных скоплений типа дислокационных стенок, в которых поля упругих напряжений взаимно компенсируют друг друга, протяженности упругих полей уменьшаются.

На рис. 6 приведена зависимость от температуры отжига коэффициента S , величина которого характеризует степень хаотичности в расположении дислокаций. Уменьшение коэффициента, что наблюдается у всех образцов означает переход к более упорядоченным дислокационным конфигурациям. В исходном состоянии наибольшим уровнем упорядоченности дислокационной структуры характеризуется сталь Fe_{95,5}Cr₃C_{4,5}, что обуславливает (вместе с высокой плотностью дислокаций) наименьшую протяженность упругого поля R_e (см. рис. 5).

На рис. 7 приведены изменения показателя, характеризующего преимущественный тип дислокаций

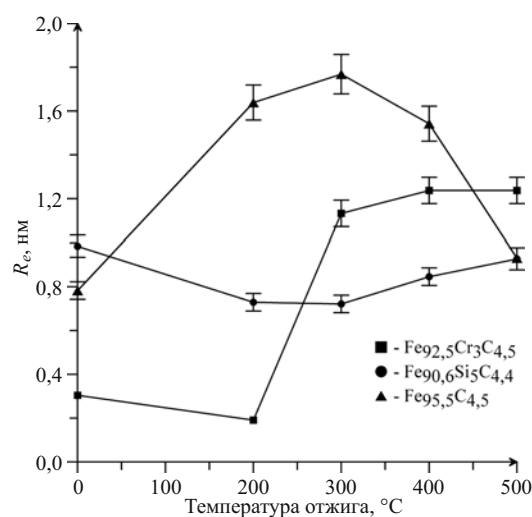


Рис. 5. Зависимость протяженности упругого поля единичной дислокации R_e от температуры отжига

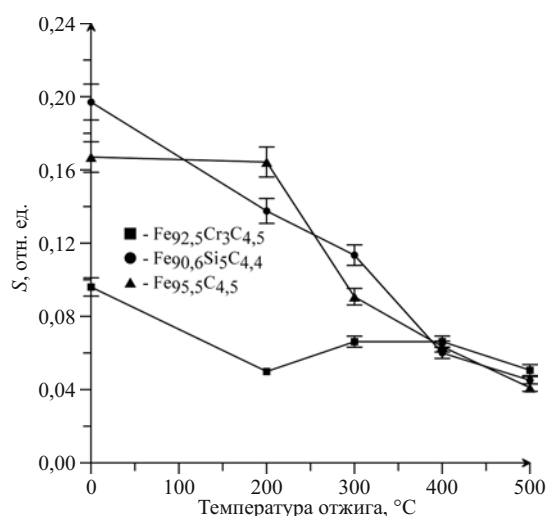


Рис. 6. Зависимость коэффициента S , характеризующего степень хаотичности в расположении дислокаций, от температуры отжига

в сталях до и после отжига. Значения показателя для чисто винтовых (screw) и чисто краевых (edge) дислокаций выделены при условии, что и те, и другие представлены дислокациями типа $\langle 111 \rangle$ (краевые расположены в плоскости $\{110\}$) (см. рис. 7). Высокие значения показателя (отжиг до 200 °C) говорят о преобладании в структуре (всех сталей) винтовых дислокаций. Превышение уровня screw $\langle 111 \rangle$ может свидетельствовать о том, что деформирование происходит при участии и других систем скольжения. С ростом температуры отжига у всех сталей уменьшение наблюдается доли винтовых и увеличение доли краевых дислокаций. В наибольшей степени винтовые дислокации преобладают у Fe_{95,5}Cr₃C_{4,5}, в наименьшей — у Fe_{95,5}C_{4,5} (до 400 °C).

Таким образом, в результате отжига механически сплавленных наноструктурированных легированных углеродистых сталей формируется бимодаль-

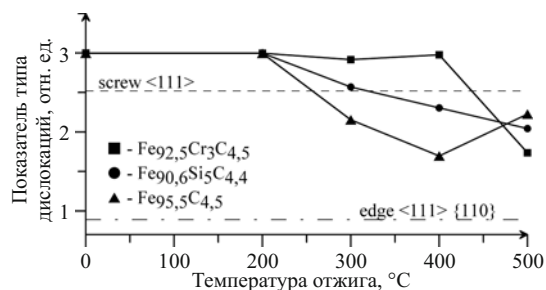


Рис. 7. Зависимость показателя, характеризующего преимущественный тип дислокаций, от температуры отжига

ная зеренная структура, вызванная избирательным ростом зерен. Плотность дислокаций и эволюция дислокационной структуры зависят от типа легирующего элемента.

Анализ микроискажений и размеров блоков когерентного рассеяния, проводимый по угловой зависимости физического уширения дифракционных линий, может быть непригоден при исследовании наноматериалов, характеризующихся экстремально высокими уровнями микроискажений. Полнопрофильный СМWP-метод анализа дифракционных линий, напротив, позволяет получить обширную информацию о характеристиках зеренной и дефектной структуры наноструктурированных сплавов системы Fe – C. Однако его использование требует обоснованного введения параметров, характеризующих кристаллическую решетку и типы предполагаемых дефектов.

ЛИТЕРАТУРА

- Носкова Н. И. Механизмы деформации и разрушения нанокристаллических материалов / Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. 2013. Т. 18. № 4. С. 1963 – 1973.
- Гусев А. И. Нанокристаллические материалы: методы получения и свойства. — Екатеринбург: УрО РАН, 1998. — 115 с.
- Валиев Р. З., Александров И. В. Объемные наноструктурные металлические материалы. — М.: Академкнига, 2007. — 398 с.
- Suryanarayana C., Koch C. C. Nanocrystalline materials — Current research and future directions / Hyperfine Interactions. 2000. Vol. 130. N 1 – 4. P. 5 – 44.
- Huang J. Y., Zhu Y. T., Jiang H., Lowe T. C. Microstructures and dislocation configurations in nanostructured Cu processed by repetitive corrugation and straightening / Acta Materialia. 2001. Vol. 49. N 9. P. 1497 – 1505.
- Liao X. Z., Huang J. Y., Zhu Y. T., Zhou F., Lavernia E. J. Nanostructures and deformation mechanisms in a cryogenically ball-milled Al – Mg alloy / Philosophical Magazine. 2003. Vol. 83. N 26. P. 3065 – 3075.
- Zhu Y. T., Huang J. Y., Gubicza J., Ungar T., Wang Y. M., Ma E., Valiev R. Z. Nanostructures in Ti processed by severe plastic deformation / Journal of Materials Research. 2003. Vol. 18. N 8. P. 1908 – 1917.
- Chen Y. Z., Herz A., Li Y. J., Borchers C., Choi P., Raabe D., Kirchheim R. Nanocrystalline Fe – C alloys produced by ball milling of iron and graphite / Acta Materialia. 2013. Vol. 61. P. 3172 – 3185.
- Ribarik G., Ungar T., Gubicza J. MWP-fit: a program for multiple whole-profile fitting of diffraction peak profiles by ab initio theoretical functions / J. Appl. Crystallogr. 2001. Vol. 34. N 5. P. 669 – 676.
- Ribarik G., Gubicza J., Ungar T. Correlation between strength and microstructure of ball-milled Al – Mg alloys determined by X-ray diffraction / Mater. Sci. Engin. 2004. Vol. 387. P. 343 – 347.
- Wilkins M. Theoretical aspects of kinematical X-ray diffraction profiles from crystals containing dislocation distributions. Fundamental As-

- pects of Dislocation Theory / Nat. Bur. Stand. 1970. Vol. 2. N 317. P. 1195 – 1221.
- Krivoglaз M. A. Theory of X-ray and Thermal Neutron Scattering by Real Crystals. — New York: Plenum Press, 1969.
 - Revesz A., Nagy L., Ribarik G., Kovacs Z., Ungar T., Lendvai J. Microstructural evolution in mechanically alloyed nanocrystalline Al-20 at.% Mg alloy / J. Metastable Nanocrystalline Mater. 2005. Vol. 24. P. 149 – 152.
 - Ribarik G., Audebrand N., Palancher H., Ungar T., Louer D. Dislocations and crystallite size distributions in ball-milled nanocrystalline fluorides MF₂ (M = Ca, Sr, Ba, Cd) determined by X-ray diffraction-line-profile analysis / J. Appl. Crystallogr. 2005. Vol. 38. P. 912 – 926.
 - Balogh L., Ribarik G., Ungar T. Stacking faults and twin boundaries in fcc crystals determined by x-ray diffraction profile analysis / J. Appl. Physics. 2006. Vol. 100. N 2. P. 023512-1 – 023512-10.
 - Шелехов Е. В., Свиридова Т. А. Программы для рентгеновского анализа поликристаллов / МИТОМ. 2000. N 8. P. 16 – 19.
 - Borbely A., Dragomir I. C., Ribarik G., Ungar T. Computer program Anizc for the calculation of diffraction contrast factors of dislocations in elastically anisotropic cubic, hexagonal and trigonal crystals / J. Appl. Crystallogr. 2003. Vol. 36. P. 160 – 162.
 - Новиков И. И. Дефекты кристаллического строения металлов. — М.: Металлургия, 1975. — 208 с.
 - Williamson G. K., Hall W. H. X-Ray line broadening from filed aluminum and wolfram / Acta Metallurgica. 1953. Vol. 1. P. 22 – 31.
 - Иверонова В. И., Ревкевич Г. П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. — М.: МГУ, 1972. — 246 с.
 - Ungar T., Gubicza J., Ribarik G., Borbely A. Crystallite size-distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: Principles and practical application to cubic and hexagonal crystals / J. Appl. Crystallogr. 2001. Vol. 34. P. 298 – 310.
 - Ribarik G., Ungar T. Characterization of the microstructure in random and textured polycrystals and single crystals by diffraction line profile analysis / Mater. Sci. Engin. 2010. Vol. 528. P. 112 – 121.
 - Kerber M., Schaffer E., Zehetbauer M. Processing and evaluation of X-Ray line profiles measured from nanostructured materials produced by severe plastic deformation / Rev. Adv. Mater. Sci. 2005. Vol. 10. P. 427 – 433.
 - Valiev R. Z., Kozlov E. V., Ivanov Yu. F., Lian J., Nazarov A. A., Baudet B. Deformation behaviour of ultra-fine-grained copper / Acta Metallurgica Materialia. 1994. Vol. 42. N 7. P. 2467 – 2476.
 - Ungar T., Tichy G. The Effect of Dislocation Contrast on X-Ray Line Profiles in Untextured Polycrystals / Physica status solidi (a). 1999. Vol. 171. N 2. P. 425 – 434.
 - Малыгин Г. А. Влияние дисперсии распределения зерен по размерам на прочность и пластичность нанокристаллических металлов / Физика твердого тела. 2008. Т. 50. N 6. P. 1013 – 1017.
 - Andrieviski R. A. Review of thermal stability of nanomaterials / J. Mater. Sci. 2014. Vol. 49. P. 1449 – 1460.
 - Michels A., Krill C. E., Ehrhardt H., Birringer R., Wu T. D. Modeling the influence of grain-size-dependent solute drag on the kinetics of grain growth in nanocrystalline materials / Acta Materialia. 1999. Vol. 47. N 7. P. 2143 – 2152.

REFERENCES

- Noskova N. I. Mekhanizmy deformatsii i razrusheniya nanokristallicheskih materialov [The mechanisms of deformation and fracture of nanocrystalline materials] / Vestnik Tambovskogo Universiteta. Ser. Estestv. Tekhn. Nauki. 2013. Vol. 18. N 4. P. 1963 – 1973 [in Russian].
- Gusev A. I. Nanokristallicheskiye materialy: metody polucheniya i svoystva [The nanocrystalline materials: preparation and properties]. — Yekaterinburg: UrO RAN, 1998. — 115 p. [in Russian].
- Valiyev R. Z., Aleksandrov I. V. Ob'yemnyye nanostrukturnyye metallicheskiye materialy [Nanostructured bulk metallic materials]. — Moscow: Akademkniga, 2007. — 398 p. [in Russian].
- Suryanarayana C., Koch C. C. Nanocrystalline materials — Current research and future directions / Hyperfine Interactions. 2000. Vol. 130. N 1 – 4. P. 5 – 44.
- Huang J. Y., Zhu Y. T., Jiang H., Lowe T. C. Microstructures and dislocation configurations in nanostructured Cu processed by repetitive corrugation and straightening / Acta Materialia. 2001. Vol. 49. N 9. P. 1497 – 1505.
- Liao X. Z., Huang J. Y., Zhu Y. T., Zhou F., Lavernia E. J. Nanostructures and deformation mechanisms in a cryogenically ball-milled Al – Mg alloy / Philosophical Magazine. 2003. Vol. 83. N 26. P. 3065 – 3075.

7. **Zhu Y. T., Huang J. Y., Gubicza J., Ungar T., Wang Y. M., Ma E., Valiev R. Z.** Nanostructures in Ti processed by severe plastic deformation / *Journal of Materials Research*. 2003. Vol. 18. N 8. P. 1908 – 1917.
8. **Chen Y. Z., Herz A., Li Y. J., Borchers C., Choi P., Raabe D., Kirchheim R.** Nanocrystalline Fe – C alloys produced by ball milling of iron and graphite / *Acta Materialia*. 2013. Vol. 61. P. 3172 – 3185.
9. **Ribarik G., Ungar T., Gubicza J.** MWP-fit: a program for multiple whole-profile fitting of diffraction peak profiles by ab initio theoretical functions / *J. Appl. Crystallogr.* 2001. Vol. 34. N 5. P. 669 – 676.
10. **Ribarik G., Gubicza J., Ungar T.** Correlation between strength and microstructure of ball-milled Al–Mg alloys determined by X-ray diffraction / *Mater. Sci. Engin.* 2004. Vol. 387. P. 343 – 347.
11. **Wilkins M.** Theoretical aspects of kinematical X-ray diffraction profiles from crystals containing dislocation distributions. Fundamental Aspects of Dislocation Theory / *Nat. Bur. Stand.* 1970. Vol. 2. N 317. P. 1195 – 1221.
12. **Krivoglaz M. A.** Theory of X-ray and Thermal Neutron Scattering by Real Crystals. — New York: Plenum Press, 1969.
13. **Revesz A., Nagy L., Ribarik G., Kovacs Z., Ungar T., Lendvai J.** Microstructural evolution in mechanically alloyed nanocrystalline Al – 20 at.% Mg alloy / *J. Metastable Nanocrystalline Mater.* 2005. Vol. 24. P. 149 – 152.
14. **Ribarik G., Audebrand N., Palancher H., Ungar T., Louer D.** Dislocations and crystallite size distributions in ball-milled nanocrystalline fluorides MF_2 (M = Ca, Sr, Ba, Cd) determined by X-ray diffraction-line-profile analysis / *J. Appl. Crystallogr.* 2005. Vol. 38. P. 912 – 926.
15. **Balogh L., Ribarik G., Ungar T.** Stacking faults and twin boundaries in fcc crystals determined by x-ray diffraction profile analysis / *Journal of applied physics*. 2006. Vol. 100. N 2. P. 023512-1 – 023512-10.
16. **Shelekhov Ye. V., Sviridova T. A.** Programmy dlya rentgenovskogo analiza polikristallov [The software for X-ray analysis of polycrystalline] / *MiTOM*. 2000. N 8. P. 16 – 19.
17. **Borbely A., Dragomir I. C., Ribarik G., Ungar T.** Computer program Anizc for the calculation of diffraction contrast factors of dislocations in elastically anisotropic cubic, hexagonal and trigonal crystals / *J. Appl. Crystallogr.* 2003. Vol. 36. P. 160 – 162.
18. **Novikov I. I.** Defekty kristallicheskogo stroyeniya metallov [Defects in the crystal structure of metals]. — Moscow: Metallurgiya, 1975. — 208 p. [in Russian].
19. **Williamson G. K., Hall W. H.** X-Ray line broadening from filed aluminum and wolfram / *Acta Metallurgica*. 1953. Vol. 1. P. 22 – 31.
20. **Iveronova V. I., Revkevich G. P.** Teoriya rasseyaniya rentgenovskikh luchey [Theory of x-ray scattering]. — Moscow: MGU, 1972. — 246 p. [in Russian].
21. **Ungar T., Gubicza J., Ribarik G., Borbely A.** Crystallite size-distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: Principles and practical application to cubic and hexagonal crystals / *J. Appl. Crystallogr.* 2001. Vol. 34. P. 298 – 310.
22. **Ribarik G., Ungar T.** Characterization of the microstructure in random and textured polycrystals and single crystals by diffraction line profile analysis / *Mater. Sci. Engin.* 2010. Vol. 528. P. 112 – 121.
23. **Kerber M., Schafner E., Zehetbauer M.** Processing and evaluation of X-Ray line profiles measured from nanostructured materials produced by severe plastic deformation / *Rev. Adv. Mater. Sci.* 2005. Vol. 10. P. 427 – 433.
24. **Valiev R. Z., Kozlov E. V., Ivanov Yu. F., Lian J., Nazarov A. A., Baudalet B.** Deformation behaviour of ultra-fine-grained copper / *Acta Metallurgica Materialia*. 1994. Vol. 42. N 7. P. 2467 – 2476.
25. **Ungar T., Tichy G.** The Effect of Dislocation Contrast on X-Ray Line Profiles in Untextured Polycrystals / *Physica status solidi (a)*. 1999. Vol. 171. N 2. P. 425 – 434.
26. **Malygin G. A.** Vliyaniye dispersii raspredeleniya zeren po razmeram na prochnost' i plastichnost' nanokristallicheskikh metallov [The influence of dispersion of the distribution of grain size on the strength and ductility of nanocrystalline metals] / *Fizika Tverdogo Tela*. 2008. Vol. 50. N 6. P. 1013 – 1017.
27. **Andrievski R. A.** Review of thermal stability of nanomaterials / *J. Mater. Sci.* 2014. Vol. 49. P. 1449 – 1460.
28. **Michels A., Krill C. E., Ehrhardt H., Birringer R., Wu T. D.** Modelling the influence of grain-size-dependent solute drag on the kinetics of grain growth in nanocrystalline materials / *Acta Materialia*. 1999. Vol. 47. N 7. P. 2143 – 2152.